

ICS 11.060.10

C33

备案号:

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY/T ××××—××××/ISO 20749: 2017

牙科学 胶囊装银汞合金

Dentistry-Pre-capsulated dental amalgam

(ISO 20749: 2017, IDT)

征求意见稿

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则—第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件等同采用ISO 20749: 2017《牙科学—胶囊装银汞合金》。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会（SAC/TC 99）归口。

本文件起草单位：北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心。

本文件主要起草人：

本文件为首次制定。

ISO 引言

本文件为首次制定。

本文件仅适用于一定质量的胶囊装牙科银合金粉和牙科汞,单个胶囊中牙科银合金粉和牙科汞的装量制备的牙科银汞合金足以用于单个牙齿中的单个小或中等尺寸修复体的修复。

牙科银合金粉和牙科汞是牙科银汞合金修复材料必不可少的成分。本文件规定了适用于制备牙科银汞合金的牙科银合金粉和牙科汞的要求和测试方法,以及固化后的牙科银汞合金的要求,包括对胶囊的要求,同时规定了包装和标识的要求。

本文件是根据联合国环境规划署《关于汞的水俣公约》制定的。《关于汞的水俣公约》的目标是通过限制汞、含汞产品以及在使用过程中释放汞的材料的使用来减少人为汞污染。在该公约中,牙科银汞合金被归类为“加汞产品”,为此协议缔约方应从清单九中采取两项或多项措施。其中之一是“将牙科银汞合金限制在其封装形式中使用”。在某些国家/地区,“封装”一词仅被解释为预封装形式。鉴于自2013年签署《关于汞的水俣公约》以来,人们对使用牙科银汞合金产品的警惕性不断提高,本文件将使那些不允许使用除预先封装的产品以外的产品的国家/地区能够采用ISO牙科银汞合金标准。由于并非所有联合国会员国都签署了《关于汞的水俣公约》,在非签署国,不适用于本文件,但符合ISO 24234的牙科银汞合金产品将继续销售。因此,两个标准将同时存在,以提供完整的全球合规性覆盖。

尽管本文件是基于ISO 24234制定的,但仍进行了重大的技术要求更改。此外,ISO 13897中对胶囊的要求也被纳入本文件,将适用本文件的产品视为一个整体。本文件与ISO 24234的具体技术要求改变如下:

- 本文件仅适用于预胶囊型牙科银汞合金产品。
- 本文件对胶囊和包装无污染做了要求。
- 本文件删除了对牙科银合金粉末中异物的要求。
- 本文件增加了对调和过程中胶囊的质量损失的要求。
- 本文件以对胶囊中银汞合金产量的要求代替了对调和前牙科汞及银合金粉质量的要求。
- 本文件对胶囊中牙科汞与银合金粉末的比例保持一致性的要求已经发生了根本的变化。改由测定该比例的变化对性能的影响,用以取代称重汞和汞合金粉。
- 本文件引入了对胶囊的要求,并对其进行了技术性修订。

本文件对与封装无关的要求没有进行更改,这些要求是:

- 银合金粉的化学成分和纯度要求;
- 银汞合金的性能;
- 银汞合金调和后固化前的性状。

与ISO 24234一样,本文件考虑了耐腐蚀性的要求。然而,大家一致认为,现有数据不足以在本文件的这一版本中设置耐腐蚀要求。对耐腐蚀性的要求将在尽可能早的日期制定并纳入。建议在评估牙科银汞合金产品的耐腐蚀性时参考ISO/TS 17988。

牙科学 胶囊装银汞合金

1 范围

本文件规定了胶囊装银汞合金产品的性能要求和测试方法，该产品中一定比例的牙科银合金粉和牙科汞的装量适于制作单个牙齿充填体。

本文件规定了用于制备牙科银汞合金的牙科银合金粉和胶囊以及银汞合金的性能要求和试验方法，同时规定了对包装和标识的要求。

本文件不适用于散装形式的可自由流动的银合金粉和片剂银合金粉，也不适用于汞包和散装汞。

本文件不适用于利用金属合金粉末和液体合金在环境温度下反应生成固态金属材料的用于制作牙科修复体的金属材料。

本文件不包含对可能的生物学危害的定性和定量的要求，但推荐在评价可能的生物学危害时，参考 GB/T 16886.1 和 YY/T 0268。

本文件仅适用于标有“预装胶囊”的牙科银汞合金产品。其它用于牙科银汞合金修复的产品（如散装银合金粉、片剂银合金粉及汞包等）应符合 ISO 24234 的要求。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件。不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

ISO286-2 产品几何技术规范（GPS） 线性尺寸公差ISO代号体系 第2部分：标准公差带代号和孔、轴的极限偏差表。

注1：GB/T 1800.2-2020 产品几何技术规范（GPS） 线性尺寸公差 ISO 代号体系 第2部分：标准公差带代号和孔、轴的极限偏差表（ISO286-2:2010, MOD）

ISO 1942:2009 牙科学 名词术语。

注2：GB/T 9937—2020 牙科学 名词术语（ISO 1942: 2009, MOD）

ISO 3310-1试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛。

注3：GB/T 6003.1-2012试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛（ISO 3310-1:2000, MOD）

ISO 3864-2 图形符号 安全色和安全标志 第2部分：产品安全标签的设计原则。

注4：GB/T 2893.2-2020 图形符号 安全色和安全标志 第2部分：产品安全标签的设计原则（ISO 3864-2:2016, MOD）

ISO 6344-1 涂附磨具用磨料 粒度分析 第1部分：粒度组成。

注5：GB/T 9258.1-2000 涂附磨具用磨料 粒度分析 第1部分：粒度组成（ISO 6344-1:1998, IDT）

ISO 7488 牙科用混汞器。

ISO 13565-2 产品几何量技术规范(GPS)表面结构 轮廓法 具有复合加工特征的表面 第2部分：用线性化的支承率曲线表征高度特性。

注6：GB/T 18778.2-2003 产品几何量技术规范(GPS)表面结构 轮廓法 具有复合加工特征的表面 第2部分：用线性化的支承率曲线表征高度特性（ISO 13565-2:1996, IDT）

ISO 15223-1:2012 医疗器械 用于医疗器械标签、标记和提供信息的符号 第1部分：通用要求。

注7：YY/T 0466.1-2016 医疗器械 用于医疗器械标签、标记和提供信息的符号 第1部分：通用要求（ISO 15223-1:2012, IDT）

全球化学品统一分类和标签制度（GHS），联合国，纽约和日内瓦，第5次修订版，2013年，ISBN 978-92-1-117067-2。

联合国关于危险货物运输的建议书 规章范本，联合国，纽约和日内瓦，第18版，2013年，ISBN 978-92-1-193146-6

3 定义

ISO 1942界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

牙科银合金粉 dental amalgam alloy

细粉状，主要由银、锡和铜组成，与牙科汞（3.2）调和后形成牙科银汞合金。

3.2

牙科汞 dental mercury

用于制作牙科银汞合金的汞。

3.3

胶囊装产品 pre-capsulated product

以胶囊形式提供的产品，胶囊中装有称量好的牙科银合金粉（3.1）和牙科汞（3.2）。其质量使调和后生成的银汞合金约可用于制作单颗牙的一个小的或中等尺寸的修复体。

注：牙科银合金粉和牙科汞（3.2）被隔离层隔开，在即将调和时将其破坏使二者接触。在调和完成后，胶囊仍保持密封。

3.4

自激活胶囊 self-activating capsule

胶囊装产品（3.3）的胶囊，其中的牙科银合金粉（3.1）和牙科汞（3.2）在调和过程中可自动发生接触。

注：另一种设计类型，要求使用者在将胶囊放入混汞器之前，通过物理动作来破坏隔离壁以进行激活（3.6）。

3.5

质量百分比 percentage by mass

以百分比表示的质量分数。

注：当表示以质量计量的成分时，倾向于使用术语“质量分数”。但是，对于牙科银合金粉（3.1），通常使用“按质量计”一词，本文件为方便用户使用，因此采用了后者，在两种情况下，其成分均以百分比的形式表示。

3.6

激活 activation

使封装的牙科银合金粉（3.1）与牙科汞（3.2）调和的作用。

3.7

牙科银汞合金丸 dental amalgam pellet

通过调和产生的，从打开的胶囊中倒出来的牙科银汞合金团块。

注：允许在坚硬的表面上轻敲已打开的胶囊边缘，以倒出小球。

4 要求

4.1 包装和胶囊污染

按照6.1试验，胶囊包装容器的内部和胶囊外表面不得被牙科汞和牙科银合金粉污染。

4.2 牙科银合金粉的化学成分和纯度

制造商应声明银合金中添加且含量不小于0.1%（按质量计）的每种元素。合金中含量大于0.5%（按质量计）的元素，应标出名称，质量百分比四舍五入到最接近的整数百分比；合金中含量在0.1%和0.5%（按质量计）之间的元素，应标出名称，但不必标出含量。

按照 6.2 试验，化学成分应符合表 1 的要求。

制造商未声明为合金元素的元素总量不得超过 0.1% (按质量计)。

表 1 牙科银合金粉的化学成分

金属元素	银	锡	铜	钢	钯	铂	锌	汞
质量分数，%	≥40	≤32	≤30	≤5	≤1	≤1	≤2	≤3

4.3 牙科银合金粉中的大颗粒

按照 6.3 试验，颗粒尺寸大于 150 μm 的牙科银合金粉的比例不得超过 0.1% (按质量计)。

4.4 调和过程中胶囊的质量损失

按照 6.4 试验，15 粒胶囊中的牙科汞和牙科银合金粉的平均质量损失（按照制造商的说明进行调和）不得超过 0.5mg。

同时，任何一粒胶囊的损失不得超过 1mg。

4.5 胶囊中银汞合金的产量

按照 6.5 试验，从胶囊中获得的牙科银汞合金丸的平均质量（对于 15 个胶囊样品）应不少于制造商规定的胶囊中牙科汞和牙科银合金粉质量总和的 95.0%。

同时，任何胶囊所得产生的牙科银汞合金丸的质量均不得小于制造商规定的胶囊中牙科汞和牙科银合金粉质量总和的 90.00%。

可能会有一些小的游离的牙齿银汞合金碎片。这些应视为牙科银汞合金丸的一部分，即它们的质量应计入牙科银汞合金丸的质量中。

4.6 胶囊之间牙科银汞合金的一致性

按照 6.6 试验，由任何一个胶囊的内含物产生的牙科银汞合金的硬度平均值应不小于指定数量的胶囊所获得的牙科银汞合金硬度总体平均值的 85%。

注：试样硬度的平均值是根据在该试样上进行的所有测量得出的。硬度的总体平均值由所有试样上的所有测量值计算得出的。

4.7 牙科银汞合金的性能

表 2 牙科银汞合金的性能

最大蠕变 %	硬化期间的尺寸变化 %	1h 最小抗压强度 MPa	24h 最小抗压强度 MPa
2.0	-0.10 ~ +0.15	100	350

4.7.1 蠕变

按照 6.7 试验，3 个试样的全部，或者 5 个试样中的 4 个应符合表 2 的要求。

4.7.2 硬化期间的尺寸变化

按照 6.7 试验，5 个试样中至少 4 个应符合表 2 的要求。

4.7.3 1h 的抗压强度

按照 6.7 试验，5 个试样中至少 4 个或者 10 个试样中 8 个应符合表 2 的要求。

4.7.4 24h 的抗压强度

按照 6.7 试验，5 个试样中至少 4 个或者 10 个试样中 8 个应符合表 2 的要求。

4.8 牙科银汞合金调和后固化前的表面性状

按照 6.8 进行试验，将牙科银合金粉和牙科汞按照制造商的说明进行调和，银汞合金在充填前应形成有光泽表面的均匀连续的可塑团块，并且充填后仍为均匀连续的可塑团块。

4.9 胶囊的长度公差

按照 6.9 试验，激活后胶囊的长度应在制造商规定值的 $\pm 1\text{mm}$ 范围内。所有 10 个试样都应符合要求。

5 取样

从同批次的零售包装中获取胶囊。

注：所需胶囊的数量取决于每个胶囊中牙科银合金粉和牙科汞的质量。

6 试验方法

6.1 包装和胶囊污染

6.1.1 原理

在运输过程中胶囊中任何一种成分的任何损失都是值得关注的。这种损失可以通过使用低倍率的放大镜目视检查来检测。

6.1.2 试样

测试所有用于试验的胶囊的包装容器，以及从同一样本中随机选取的25个胶囊。

6.1.3 器具

体视显微镜，放大倍数为10倍。

6.1.4 步骤

用体视显微镜检查所有盛装胶囊的容器的内表面和25个胶囊的外表面，检查其中是否有痕量的牙科银合金粉和可见的汞珠。

6.1.5 结果描述

记录观察结果。

6.1.6 报告

6.1.6.1 通则

如果在容器表面看到污染，请报告此情况以及受污染的容器数量。

如果是胶囊表面被污染，请报告此情况以及被污染的胶囊数量。

6.1.6.2 符合性

根据4.1判定产品是否符合包装和胶囊污染要求。

6.2 牙科银合金的化学成分和纯度

6.2.1 原理

采用对金属材料进行化学分析的仪器对牙科银合金粉进行化学分析。

6.2.2 试样

从随机选择的胶囊中提取牙科银合金粉，从胶囊中提取期间，该试样不应被牙科汞污染。

6.2.3 器具

使用公认的仪器分析程序，其灵敏度应足以确定制造商声明的元素符合4.2要求的牙科银合金粉的成分。

注：电感耦合等离子体（ICP）光谱是合适的分析程序的一个示例。

6.2.4 步骤

确定制造商声明的牙科银合金粉的成分符合4.2的规定。

6.2.5 结果描述

记录所有浓度大于0.01%（按质量计）的元素，并将其比例记录为质量百分比；对于其他浓度大于0.01%（按质量计）且小于0.1%（按质量计）的元素，但不是制造商按照4.2）声明的合金元素，将这些值相加，并将总和记录为其他元素的百分比（按质量计）。

6.2.6 报告

6.2.6.1 通则

报告使用的分析方法。报告测试过程中的任何异常。

报告根据表1并由制造商声明的属于合金元素的那些元素的质量百分比（按质量计）。如果制造商声明任何其他元素为合金元素，报告此元素及其百分比（按质量计）。

报告含量大于0.01%（按质量计）的未声明元素的含量总和（按质量计）。

报告每种含量大于0.1%（按质量计）的未声明元素的名称和含量（按质量计）。

6.2.6.2 符合性

报告产品是否符合4.2的成分和纯度要求。

6.3 牙科银合金粉中的大颗粒

6.3.1 原理

称量从样品（已知质量的牙科银合金粉）中分离出的大颗粒（尺寸>150μ m）的重量。

6.3.2 试样

选择并打开足够数量的胶囊以获得（10.0±0.1）g牙科银合金粉的样品。从胶囊中提取该样品时，不应被牙科汞污染。

6.3.3 器具

6.3.3.1 分析天平，分辨率和精度为1mg。

6.3.3.2 筛子，筛孔尺寸为150μ m，符合ISO 3310-1标准的规定，带有收集盘和盖子。

6.3.3.3 镊子，尖头。

6.3.3.4 称量盘，或类似的器具。

6.3.3.5 体视显微镜，放大倍数为10倍。

6.3.4 步骤

称量样品，精确至1mg，并记录为 m_p 。

将样品放在筛子上。一只手握住筛子组件（由收集盘，筛子和盖子组成），然后用另一只手以大约每秒两次的频率轻轻拍打，持续120s。使用体视显微镜以10倍的放大倍率检查筛子是否有异物，并清除所有可见的杂质。然后将残留在筛子上的牙科银合金粉颗粒转移到天平上。称量它们的重量，精确至1mg，并记录为 m_r 。

6.3.5 结果描述

计算牙科银合金粉中尺寸大于150μ m的颗粒所占的比例（表示为样品质量的百分比），用W表示，如式（1）所示：

$$W (\%) = \frac{m_r}{m_p} \times 100 \quad (1)$$

式中：

M_r ——筛子中剩余牙科银合金粉颗粒的质量；

m_p ——牙科银合金粉样品的质量。

6.3.6 报告

6.3.6.1 通则

报告测试过程中的任何异常。报告是否在筛子上发现异物。

报告以大于150μ m的颗粒形式存在的牙科银合金的比例，以试样的质量百分比表示。

6.3.6.2 符合性

报告产品是否符合4.3中对大颗粒的要求。

6.4 调和过程中胶囊的质量损失

6.4.1 原理

调和过程中胶囊内容物的损失是通过先称重然后调和后再称重来确定的。因为损失的量可能因胶囊而异，故需要测试多个胶囊。

6.4.2 试样

随机选择15粒胶囊。

6.4.3 器具

6.4.3.1 牙科银汞合金调和器，牙科银汞合金产品制造商建议的，符合ISO 7488。

注：传统上，用于调和牙科银汞合金的机械调和器被称为混汞器。现在已经不用这个名称了。

6.4.3.2 称量盘，或类似的器具（需要15个）。

6.4.3.3 分析天平，分辨率和精度为0.1mg。

6.4.3.4 外科手套，乳胶或类似材质。

6.4.3.5 体视显微镜，放大倍数为10倍。

6.4.4 步骤

在处理胶囊时，请始终戴好外科手套，以免污染表面。取下第一个胶囊，用无油的压缩空气吹扫胶囊表面，以除去所有黏附的粉末和灰尘。

注：尽管根据4.1，表面应无污染，但这样做是一种良好的实验室习惯。

使用体视显微镜检查胶囊表面是否有任何残留的污染物以及附着的成型飞边。如果有，将其清除。然后检查胶囊的表面是否存在瑕疵，如果有，记录这些瑕疵。

将胶囊放在称量盘上，并记录它们的总重量（ m_s ）。此次称量和所有后续称量均应精确到0.1mg。

注意不要划伤塑料，将称重后的胶囊放入牙科银汞合金调和器中。

注：牙科银汞合金调和器上固定胶囊的金属叉（或类似设备）上的尖锐边缘在其施加一定的力固定胶囊时，可能会从胶囊上切下少量塑料，影响试验结果。

按照制造商建议的调和和时间设置牙科银汞合金调和器，对要调和的牙科银汞合金进行调和。见7.3.1。

将胶囊从牙科银汞合金调和器中取出，再次注意不要刮伤胶囊表面。

使用立体显微镜检查胶囊表面，以发现在将胶囊放入或从牙科银汞合金调和器中取出时是否产生任何痕迹，如果有，记录这些痕迹。

然后将胶囊放入称量盘中，并在环境温度下放置 20 min（当精度要求达到一定程度时，如果调和过程中产生的热量使胶囊温度升高，高于环境温度，会影响称量的准确性）。在重新称重之前，必须让胶囊的温度与环境温度平衡。

重新称量胶囊和称量盘（ m_m ）。

对其他14个胶囊重复此过程。

6.4.5 结果描述

列出结果。

调和期间牙科汞和银合金的损失（ m_l ）如式（2）所示：

$$m_l = m_s - m_m \quad (2)$$

式中：

m_l ——调和期间牙科汞和银合金的损失；

m_s ——调和前胶囊和称量盘的质量；

m_m ——调和后胶囊和称量盘的质量。

如果胶囊质量的损失为0.5mg或更大，检查记录以确定在胶囊放入或从牙科银汞合金调和器中取出时胶囊表面是否有刻痕或其他标记。如果有，此结果作废。采用替代胶囊并按步骤6.4.4测试，记录测试结果。

6.4.6 报告

6.4.6.1 通则

报告15个胶囊中的每一个胶囊的质量损失(精确至0.1mg)。报告平均值（精确至0.01mg）。报告所有作废的结果及其原因。报告测试过程中的任何异常。

6.4.6.2 符合性

报告产品是否符合4.4规定的调和过程中胶囊的质量损失的要求。

6.5 胶囊中银汞合金的产量

6.5.1 原理

通过称量牙科银汞合金丸的重量来确定可用的牙科银汞合金的产量。该产量可能因胶囊而异，因此需要测试多个胶囊。

注：牙科专业人员对调和后由胶囊产出的牙科银汞合金，即牙科银汞合金丸感兴趣。如果在调和时有损失或者在从胶囊中倒出时保留在胶囊中而造成损失，则牙科银汞合金丸的质量将小于声称的胶囊中牙科汞和牙科银合金粉的总质量。

6.5.2 试样

随机选择15粒胶囊。

6.5.3 器具

6.5.3.1 牙科银汞合金调和器，牙科银汞合金产品制造商建议的，符合ISO 7488。

6.5.3.2 称量盘，或类似的器具（需要15个）。

6.5.3.3 分析天平，分辨率和精度为0.1mg。

6.5.3.4 镊子，不锈钢材质。

6.5.4 步骤

所有称量均应精确到0.1mg并记录。

称重一个称重盘（ m_w ）。

按照制造商建议的调和和时间设置牙科银汞合金调和器，对要调和的牙科银汞合金进行调和。见7.3.1。将第一个胶囊放入牙科银汞合金调和器中，并调和其中的内容物。

调和后，立即打开胶囊并将牙科银汞合金丸倒在称量盘上。必要时，用镊子取出黏附在胶囊上的任何小块的牙齿银汞合金。检查牙科银汞合金丸中是否有来自胶囊或隔片的任何杂质。如果有，用镊子将其移除（为此可能需要打碎牙科银汞合金丸）。同样，移走所有捣杵。称重称量盘和收集在其上的牙科银汞合金（ m_a ）。

注：胶囊中用塑料膜或塑料袋将牙科汞与牙科银合金粉分开。塑料膜或塑料袋在激活时破裂。

对其他14个胶囊重复此过程。

6.5.5 结果描述

列出结果。

胶囊中银汞合金的产量（ m_y ）如式（3）所示：

$$m_y = m_a - m_w \quad (3)$$

式中：

m_y ——胶囊中银汞合金的产量；

m_a ——银汞合金丸和称量盘的质量；

m_w ——称量盘的质量。

6.5.6 报告

6.5.6.1 通则

报告15个胶囊中每个胶囊的牙科银汞合金的产量（精确至0.1 mg）。将这些质量转换为制造商根据7.2.1 e) 和7.2.1 f) 声明的牙科银合金粉和牙科汞的总量之和的百分比。报告这些百分比的平均值。

报告测试过程中的任何异常。

报告牙科银汞合金丸中或与牙科银汞合金丸表面是否有过多膜、小袋或捣杵的残留物。

6.5.6.2 符合性

报告产品是否符合4.5规定的胶囊中银汞合金的产量的要求。

6.6 胶囊之间牙科银汞合金的一致性

6.6.1 原理

当在生产过程中将牙科银合金粉和牙科汞分配到胶囊中时，它们的质量会发生微小变化。当采用可接受的生产公差时，该比率的变化可能会导致性能的显著变化，尤其是当考虑了极限公差时。通过测量固化后的牙科银汞合金的硬度（使用具有金字塔形金刚石压头的显微硬度计测试）来确定比率变

6.6.4 试样制作

6.6.4.1 通则

在 (23 ± 2) ℃下制作试样。

按6.6.4.2中列出的步骤共制作10个试样。

注：装在该模具1个孔中的银汞合金是1个试样。

6.6.4.2 步骤

将模具放在玻璃板上。

按照制造商建议的调和和时间设置牙科银汞合金调和器，对要调和的牙科银汞合金进行调和。见7.3.1。将一个胶囊放入牙科银汞合金调和器中调和。

使用手持充填器（用于银汞合金充填），将胶囊中的牙科银汞合金充填到模具的一个孔中。使用一致的充填力和有效的充填技术稍微过量填充，使用显微镜载玻片的边缘向后刮除多余的银汞合金，形成与模具表面齐平的平面（在牙科汞合金上）。这是第一个试样。记录制作时间。

重复此过程，将其他9个胶囊中的银汞合金装填到其他9个孔中，共产生10个试样（每个孔中仅能够使用来自一个胶囊的牙科银汞合金进行充填并制成试样）。记录每个试样的制作时间。对于所有试样，在生产过程中应将模具的同一表面与玻璃板接触。将与玻璃板接触形成的牙科银汞合金试样的表面作为“测试表面”，在该表面上进行显微硬度测试。

第十个试样制成后，立即将模具放入保持在 (37 ± 2) ℃的鼓风干燥箱或恒温箱中，并存放 (23 ± 1) h。

如果使用图1所示类型的模具，则所有测试样都包含在该模具中，并在一段时间内制成。由于是在制作完最后一个试样后才将其放在鼓风干燥箱中并保持 (23 ± 1) h，需确保制作10个试样的时间段能够使第一个和第十个试样的时效时间都与要求的时效时间相符。因此，充填每个试样之间的间隔应最小。

在储存期结束时，从鼓风干燥箱中取出模具。由于银汞合金的固化反应，在微观上，测试表面会形成桔皮形貌，这使得硬度压痕的辨别不清。为了形成适合显微硬度测量的表面，使用符合ISO 6344-1要求的，磨料粒度为P1200磨具，轻轻擦拭测试表面（即模具及其包含的10个测试样）。使用流动的冷水作为冷却剂和润滑剂，并施加轻微压力。表面应平整，并且有非常细的平行划痕。每擦拭一遍检查试样表面，直至满足要求。

注：只需四或五遍就可以得到满足要求的表面。

使用压缩空气吹干试样表面。在硬度测量之前，将模具放置在工作台上，使测试表面朝上，并使试样保持环境温度测试温度 $[(23\pm 2)$ ℃]。

6.6.5 显微硬度测量

在 (24 ± 1) h时，测量10个试样中每个试样测试表面上的显微硬度。

测量在 (23 ± 2) ℃的室温下进行。

选择可产生合适压痕的载荷，当以仪器的精度进行测量时，该压痕能够区分硬度相差50MPa的牙科银汞合金产品。对所有产品使用相同的载荷。使用一致的加载时间。

注1：例如：测量24小时牙科银汞合金的维氏硬度时，合适的推荐载荷为0.5 kgf~1 kgf。根据产品和施加的载荷，此类载荷会产生对角线长度在 $79\mu\text{m}\sim 120\mu\text{m}$ 的压痕。维氏硬度值相差50 MPa会导致压痕对角线长度的差异介于 $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ 。建议使用测量精度为 $0.1\mu\text{m}$ 的仪器。

在每个试样的测试表面上做10个硬度压痕。它们的位置彼此之间以及与试样边缘之间的距离不得小于五个压痕直径。根据所使用的仪器，可能需要手动测量棱锥形压痕的对角线长度，然后根据加载力计算硬度值。自动仪器将直接给出硬度值。硬度值应以国际单位制的GPa或MPa给出，精确至50 MPa。

注2：传统上，硬度是用公制单位 kg/mm^2 报告的。在ISO标准中，已计划采用国际单位制系统。要将硬度值从传统的度量标准值转换为以MPa为单位的硬度值，请将该值乘以9.81。要将其转换为以GPa为单位的值，请将该数字乘以 9.81×10^{-3} 。

6.6.6 结果描述

列出每个试样上所有10个硬度测量值，并计算平均值。计算10个试样所有100次测量的总体平均值。

将10个试样中每个试样的平均值与总平均值的85%进行比较。记录每个试样的平均值是否大于总平均值的85%。

6.6.7 报告

6.6.7.1 通则

报告使用的显微硬度测试方法——维氏或努氏。

结果如下：

- a) 对于每个试样，所有10个硬度测量值及其平均值（“试样平均值”）；
- b) 使用所有100次硬度测量值计算得出的总平均硬度值（“总平均值”）；
- c) 总平均值的85%。

报告测试过程中的任何异常。

6.6.7.2 符合性

报告产品是否符合第4.6条规定的胶囊之间牙科银汞合金的一致性要求。

6.7 牙科银汞合金的性能

6.7.1 原理

这三个性能都是使用圆柱状的试样测定的。为了确保试样本身在充填过程中的一致性，以及不同试样之间的一致性，需使用标准步骤来制作这些试样。

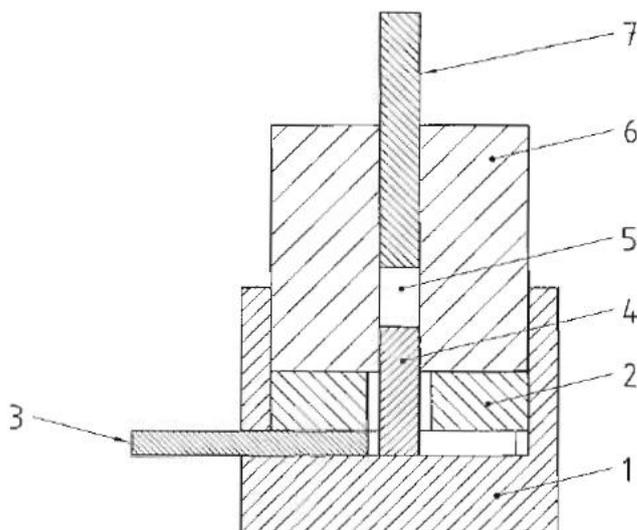
6.7.2 试样

随机选择足够的胶囊为每种性能测试制作所需数量的试样。

6.7.3 模具，用于制备测试蠕变、硬化期间的尺寸变化和抗压强度的圆柱形试样。

6.7.3.1 通则

模具及其组成部件如图2～图6所示。



1——模具座；

2——1号垫片；

3——2号垫片；

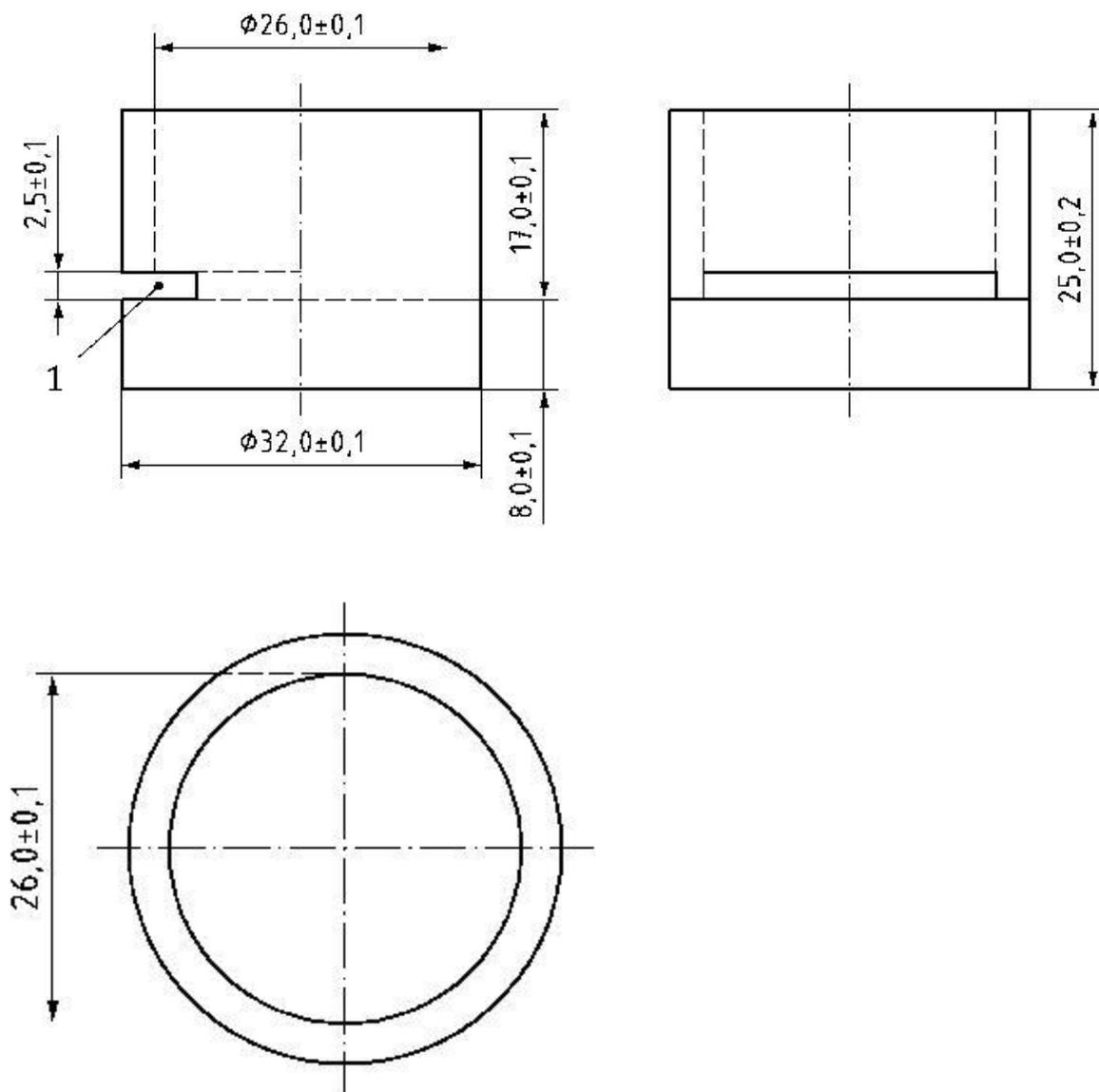
4——2号塞杆；

- 5——试样；
6——带孔模型；
7——1号塞杆。

注：每一个组件的尺寸在下面的图中给出。

图2 用于制作圆柱形牙科银汞合金试样的模具垂直剖面图

单位为毫米



1——垫片插槽

图3 模具座

单位为毫米

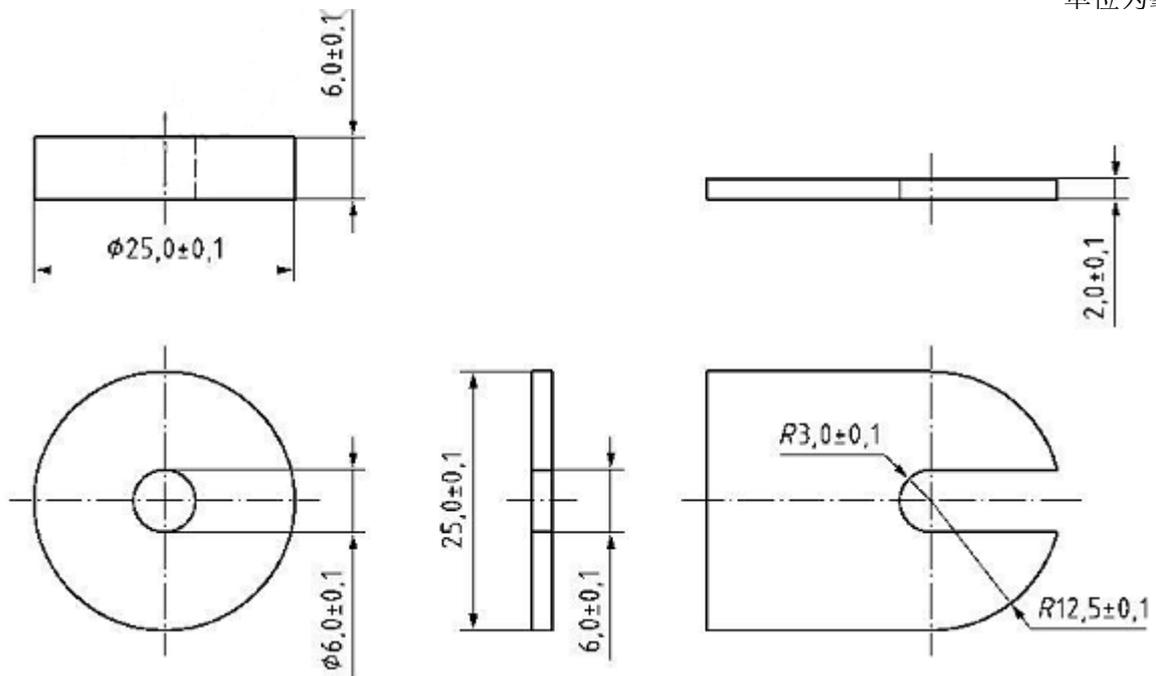


图4 1号垫片（左）和2号垫片（右）

单位为毫米

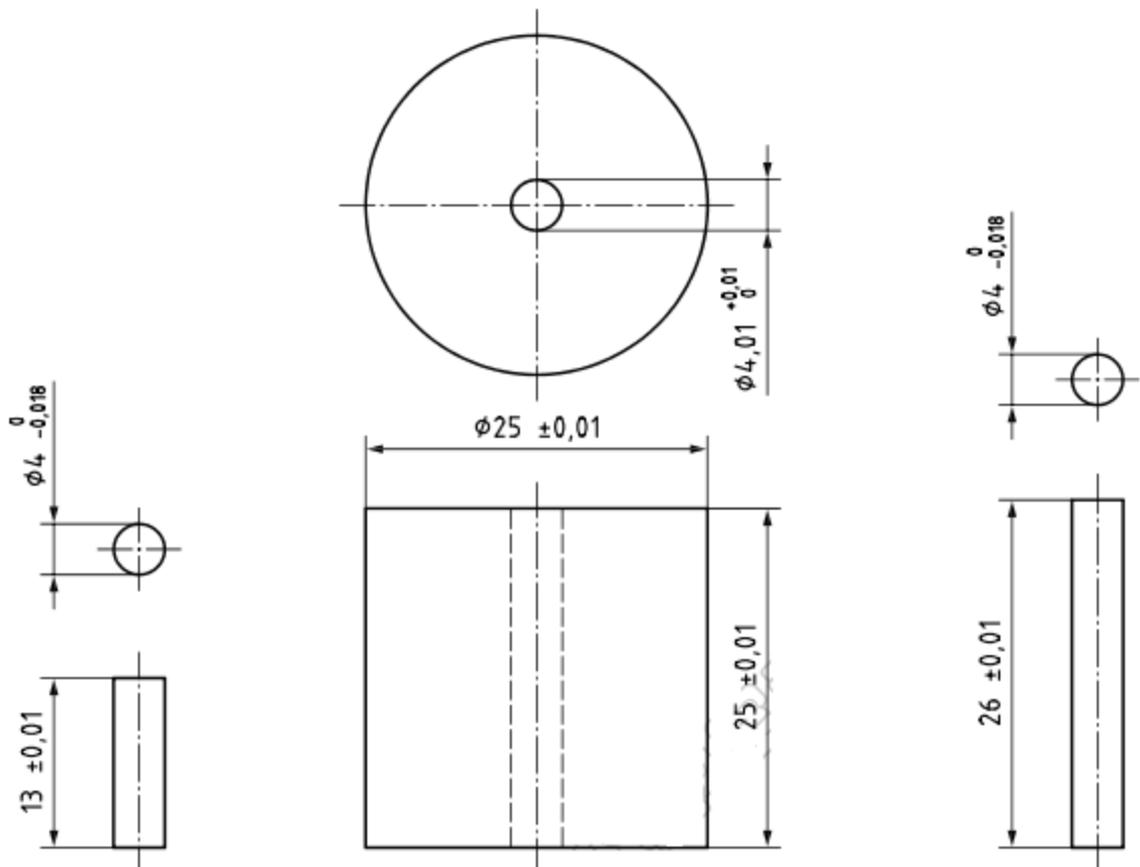


图 6 硬化期间尺寸变化试样制作用顶盖

6.7.4 蠕变、硬化期间的尺寸变化和抗压强度圆柱测试试样的制备

6.7.4.1 器具

6.7.4.1.1 模具，如图2至6所示。符合6.7.3中关于材料、尺寸和光洁度的规定。

6.7.4.1.2 牙科银汞合金调和器，牙科银汞合金产品制造商建议的，符合 ISO 7488。

6.7.4.1.3 充填牙科银汞合金的手动充填器，直径略小于 4mm。

6.7.4.1.4 计时器，分辨率和精度为1s。

6.7.4.1.5 光源，照度 $\geq 10001x$ 。

6.7.4.1.6 在模具塞杆上施加 (176 ± 13) N力的器具。

6.7.4.1.7 磨具，根据需要，符合ISO 6344-1要求，磨料粒度为P1200。

6.7.4.2 温度

试样在 (23 ± 2) °C温度下制备。

6.7.4.3 调和

调和足够量的银汞合金，将调和后的银汞合金充填在如图2所示的模具中，应能制备长为 (8 ± 1) mm的柱状试样。

使用所需数量的胶囊。使用与胶囊相同数量的同品牌同型号的牙科银汞合金调和器同时调和这些胶囊。或者使用同一个牙科银汞合金调和器依次调和（如最后一个胶囊可以在第一个胶囊的工作时间结束前调和完成、充填进模具并施加完相应的载荷时，可采用后一种情况）。必要时，可以从胶囊中只取一部分牙科银汞合金调和物。

注：制作直径为4mm，长为8mm的圆柱试样大约需要1.2g牙科银汞合金。

按照制造商建议的调和和时间设置牙科银汞合金调和器，对要调和的牙科银汞合金进行调和。见7.3.1。

6.7.4.4 充填

将调和好的银汞合金塑性团块置于带孔模型顶部，立即用手动充填器分几次填入模具，在充填过程中不要将多余汞挤出。装入1号塞杆，然后按照表3的操作步骤进行操作。

表 3 圆柱形试样制备的时间表

单位为秒

步骤	时间
调和结束	0
将调和好的银汞合金充填入带孔模型中，然后加上1号塞杆，施加 (176 ± 13) N的载荷，以产生 (14 ± 1) MPa的压力。	30
卸去载荷，移去2号垫片	45
重新加载	50
卸去载荷	90
小心去除多余的汞，取出试样	120

注1：在不加顶盖（图6所示）的情况下，若1号塞杆在柱面上刻有基准线，当只能看到13mm的基准线时，试样的长度是 (8 ± 1) mm。

注2：在加上顶盖（图6所示）的情况下，如果能够看到11mm和13mm的基准线，而看不到9mm的基准线，则试样的长度为 (8 ± 1) mm。

试样取出后，不要修整。

目视检查试样表面是否有缺陷，不使用放大工具。在进行检查时，环境光线的照度不小于1000lx，距离不大于250mm，检查者应有正常的视敏度，可以佩戴无色矫正眼镜（无放大）。如果试样有缺陷，进行更换。

检查试样的末端。通常合格试样的末端无飞边、完全平整并垂直于圆柱轴线。必要时，使用符合ISO 6344-1要求的、磨料粒度为P1200的湿磨具轻轻擦拭试样，以去除毛边，不要磨。此后，请检查试样的末端是否仍是平直且平行的。如果两端不再平直且平行，则更换试样。

注3：过度研磨会导致去除不均匀，因此需要更换试样。

6.7.5 蠕变测试

6.7.5.1 器具

6.7.5.1.1 测定蠕变的装置，能施加并维持（36.0±0.2）MPa的压应力4h以上。测试期间，装置应能使试样保持在（37.0±0.5）℃的温度下。蠕变测量的精度应为0.01 mm。

注：在直径为4 mm的试样上施加（456.0±2.5）N力会产生（36.0±0.2）MPa应力。

6.7.5.1.2 千分尺或类似的测量仪器，精度为0.01mm。

6.7.5.1.3 鼓风干燥箱或恒温箱，温度保持在（37±1）℃。

6.7.5.2 试样

制备5个试样。从模具中取出试样并检查后（见6.7.4.4），立即将试样放入（37±1）℃的鼓风干燥箱或恒温箱内。在试样从模具中取出1h时，将试样从鼓风干燥箱或恒温箱中取出并测量其长度，以确定其是否满足（8±1）mm。如果满足，请将其放回鼓风干燥箱或恒温箱。如果不满足，请废弃并更换该试样。

注：建议在此时检查，以免在7d时测量才发现长度不满足要求而造成较长的延误。

保存（7.0±0.2）d。

至少测试三个试样，并且每个试样都要施加4h的蠕变应力。由于在储存7 d后施加蠕变力的时间公差为±0.2 d（即4.8 h），因此如果可用的蠕变测试装置少于三套，则需错开制备试样。

6.7.5.3 步骤

存储期结束时从鼓风干燥箱或恒温箱中取出试样，测量其长度，精确至0.01mm，并将其记录为原长。

测量完原长后（在（7.0±0.2）d时），直接在圆柱试样（第1个试样）端部均匀施加（36.0±0.2）MPa的载荷，保持温度（37.0±0.5）℃，持续4h，在首次施加压力后，测量试样在（1.00±0.05）h和（4.0±0.1）h之间的尺寸变化，精确至0.01mm。

再测量另两个试样。

必要时，根据6.7.5.4测试其余两个试样。

6.7.5.4 结果描述

对于每个试样，按式（4）计算蠕变值 ϵ_c ，以原长的百分比表示，计算结果精确到0.1%。

$$\epsilon_c (\%) = \frac{\Delta l}{l_0} \times 100 \quad (4)$$

式中：

Δl ——1h和4h之间的尺寸变化，精确至0.01mm；

l_0 ——试样原长，精确至0.01mm；

ϵ_c ——蠕变值，以百分比的形式给出。

如果3个结果全部符合表2的要求，则不必再测试其他2个试样。

如果两个或三个试样均不满足表2的要求，则该产品不符合蠕变要求，不必测试其余两个试样。

如果3个试样中有一个试样不符合表2的要求，那么再测2个试样。如果两者的结果均符合表2的要求，产品符合蠕变要求。

最多测试5个试样。

6.7.5.5 报告

6.7.5.5.1 通则

给出所有经受蠕变载荷的试样的结果。

报告试样制作或测试过程中的任何异常。

6.7.5.5.2 符合性

报告产品是否符合4.7.1规定的蠕变要求。

6.7.6 硬化期间的尺寸变化测试

6.7.6.1 器具

6.7.6.1.1 用于测量硬化期间的尺寸变化的装置，在测试过程中试样受到的约束力不超过20mN，测量试样长度变化，精确到 $0.5\mu\text{m}$ 。

6.7.6.1.2 千分尺或类似的测量仪器，精度为0.01mm。

6.7.6.1.3 鼓风干燥箱或恒温箱，温度保持在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 。（仅当在进行5min的初始测量后从装置中取出试样并在24h重新插入以进行第二次测量之间才需要。）

6.7.6.2 试样

制备5个试样。

如果在整个测试期间内试样都保留在测量装置中，则需在制作下一个试样之前完成实验。

6.7.6.3 步骤

制作完成后立即把试样放入测试装置，测量试样自调和结束后 $(5.0\pm 0.1)\text{min}$ 至 $(24.0\pm 0.1)\text{h}$ 的长度变化，精确到 $0.5\mu\text{m}$ 。

在24h的试验期间，保持试样处于 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 。

在 $(24.0\pm 0.1)\text{h}$ ，把试样从测量硬化期间的尺寸变化的装置内移出，测量试样的长度，精确到0.01mm。如果试样的长度不在 $(8\pm 1)\text{mm}$ 之内，则废弃该结果并更换试样。使用替换试样重复测试步骤6.7.6.3。

测试所有5个试样。

在24h的试验期间，试样可以放在测试装置中，持续监视长度变化。也可以在第一次测量完成后从测试装置中移除，保持 37°C ，不施加外力，然后再放置到测试装置中进行第二次测量。

6.7.6.4 结果描述

按式(5)计算硬化期间的尺寸变化 ϵ_d ，以试样长度的百分比表示，精确到0.01%。

$$\epsilon_d (\%) = \frac{\Delta L_d}{L_d} \times 100 \quad (5)$$

式中：

ΔL_d ——试样调和结束后5min到24h的尺寸变化；

L_d ——调和后24h时的试样长度；

E_d ——硬化期间的尺寸变化，以百分比的形式给出。

6.7.6.5 报告

6.7.6.5.1 通则

报告所有试样的结果。

报告试样制作或测试过程中的任何异常。

6.7.6.5.2 符合性

报告产品是否符合4.7.2规定的硬化过程中尺寸变化的要求。

6.7.7 抗压强度测试

6.7.7.1 器具

6.7.7.1.1 通用力学试验机，配有压缩测试夹具，机架和传感器的量程不小于10kN，分辨率和精度不低于10N。

6.7.7.1.2 千分尺或类似的测量仪器，精度为0.01mm。

6.7.7.1.3 鼓风干燥箱或恒温箱，温度保持在 (37 ± 1) ℃。

6.7.7.2 试样

制备20个试样。

6.7.7.3 步骤

从模具中取出试样后立即将试样放入 (37 ± 1) ℃的鼓风干燥箱或恒温箱内，一直将试样存放在此环境中。测试前30min，从鼓风干燥箱或恒温箱中取出试样，放置在干净平面上，使试样冷却并与测试温度保持平衡 (23 ± 2) ℃。

在此平衡期间，测量并记录试样的直径，精确至0.01mm。测量试样的长度，如果试样的长度不在 (8 ± 1) mm之内，则废弃该试样并进行更换。

用力学试验机测试抗压强度。测试过程中将试样的温度保持在 (23 ± 2) ℃。以 (0.5 ± 0.1) mm/min的速度持续均匀加载。

记录每一个试样发生破坏时的力值并计算压缩强度，精确至5MPa。

6.7.7.3.1 1h 抗压强度

在调和结束后 (60 ± 2) min，测量5个试样的抗压强度。

若只有3个试样符合表2中1h抗压强度的要求，再加测5个试样。

最多测10个试样。

6.7.7.3.2 24 h抗压强度

在调和结束后 (24 ± 1) h，测量5个试样的抗压强度。

如果只有3个试样符合表2中24 h抗压强度的要求，再加测5个试样。

最多测10个试样。

6.7.7.4 结果描述

记录所有压坏试样的抗压强度。

6.7.7.5 报告

6.7.7.5.1 通则

报告所有压坏试样的结果。

报告试样制作或测试过程中的任何异常。

6.7.7.5.2 符合性

报告产品是否符合4.7.3规定的1小时抗压强度要求。

报告产品是否符合4.7.4规定的24小时抗压强度要求。

6.8 牙科银汞合金调和后固化前的表面性状

6.8.1 原理

目视检查牙科银汞合金调和物的外观，判定最初是否均匀连续的可塑团块，以及在充填过程中是否仍保持为均匀连续的可塑团块。

6.8.2 器具

6.8.2.1 玻璃板，面积不小于50mm×50mm，厚度不小于5mm，表面光滑。

6.8.2.2 模具和取模装置，如图4和图5所示的用于制备圆柱形牙科银汞合金试样的1号垫片、带孔模型和1号塞杆。

6.8.2.3 充填牙科银汞合金的手动充填器，其端面（光滑或锯齿状）应适用于被测产品，直径略小于4mm。

6.8.2.4 牙科银汞合金调和器，牙科银汞合金产品制造商建议的，符合ISO 7488。

6.8.2.5 光源，照度 ≥ 1000 lx。

6.8.3 步骤

将1号垫片放在玻璃板上。将1号塞杆放入垫片的中心孔内。将带孔模型插入1号塞杆的突出端，从而形成一个5mm深的型腔，将牙科银汞合金充填入此型腔内。

在 (23 ± 2) °C的条件下制备试样。

按照制造商建议的调和时间（对应胶囊中牙科银合金粉和牙科汞的质量）设置牙科银汞合金调和器，对要调和的牙科银汞合金进行调和，见7.3.1。使用制备一个4mm长的牙科银汞合金圆柱试样所需数量的胶囊。如果所需胶囊的数量多于1个，使用与胶囊数量相同的牙科银汞合金调和器（同品牌同型号）同时调和这些胶囊。或者使用同一个牙科银汞合金调和器依次调和这些胶囊（如最后一个胶囊可以在第一个胶囊的工作时间结束前调和完成并充填进模具时，可采用后一种情况）。

注：直径4mm，长4mm的牙科银汞合金圆柱试样大约为0.6g。

在光线的照度不小于1000lx，距离不大于250mm，不使用放大器具的情况下，目视检查调和后牙科银汞合金的外观及是否为均匀连续的可塑团块。检查者应有正常的视敏度，可以佩戴无色矫正眼镜（无放大）。

调和第一个胶囊的内容物，然后将牙科银汞合金丸倒在玻璃板上。立即检查牙科银汞合金最初是否为均匀连续的可塑团块，确定表面是否有光泽，并记录。

调和后30s，将第一个胶囊中的牙科银汞合金丸中的一块放在带孔模型顶部，盖住型腔。充填这块牙科银汞合金，然后再充填其他牙科银汞合金（这个胶囊中的其他部分，必要时，可使用其他胶囊中的牙科银汞合金），直到充填至需要的水平。立即使用手动充填器在10s内杵10次。充填入型腔的牙科银汞合金的量应足够使在充填完成后银汞合金上方还有约1mm的型腔没有填满。调和结束120s后，移开圆孔垫片，向下压带孔模型，使试样被塞杆顶出。

在与初次检查相同的条件下目视检查，判断充填过程中仍为均匀连续的可塑团块，并做记录。

6.8.4 结果描述

记录观察结果。

6.8.5 报告

6.8.5.1 通则

报告试样制作过程中的任何异常。如果牙科银汞合金丸中夹杂有膜或小袋的残留物，需报告此情况。

6.8.5.2 符合性

报告产品是否符合4.8规定的牙科银汞合金调和后固化前的表面性状的要求。

6.9 胶囊的长度公差

6.9.1 原理

为确保能将所有胶囊牢固地固定在牙科银汞合金调和器中，胶囊长度应保持一致且在可接受的公差范围内。为了确定胶囊的长度公式是否符合4.9的要求，对样品中胶囊的长度进行测量，其准确度要比公差低一个数量级。

6.9.2 样品

随机选择10粒胶囊。

6.9.3 器具

千分尺或类似的测量仪器，精度为0.05mm。

6.9.4 步骤

对于自激活胶囊，测量胶囊的长度，精确至0.05mm。测量所有10个胶囊的长度并记录。

对于其他需要用户在将胶囊放入牙科银汞合金调和器前需使用物理动作才能破坏分离屏障以激活的胶囊，按照制造商的说明激活胶囊。不要调和。测量激活后胶囊的长度，精确至0.05mm。测量所有10个激活后胶囊的长度并记录。

6.9.5 结果描述

列出10个测量值。查阅制造商根据7.2.1 k) 在标识和标签上提供的与胶囊长度有关的信息。确定测试的胶囊长度与制造商提供的长度之间的差异是否超过1mm。

6.9.6 报告

6.9.6.1 通则

给出所有测得的胶囊长度的结果。

报告测试过程中的任何异常。

6.9.6.2 符合性

报告产品是否符合4.9规定的胶囊的长度公差的要求。

7 标识、标签及包装

7.1 包装

胶囊的包装应确保在正常运输条件下胶囊能保持完好无损，以防止牙科银合金粉或牙科汞泄露。

7.2 标识和标签

7.2.1 信息

包装或者包装附带的文字资料上应包含以下信息

- a) 材料的类型和用途
- b) 产品名称
- c) 制造商或代理商的名称和地址
- d) 批号
- e) 单个胶囊中牙科银合金的量。
- f) 单个胶囊中牙科汞的量。
- g) 每个包装中胶囊的数量。
- h) 列出牙科银合金中含量大于 0.1%（以质量计）的元素，对于含量大于 0.5%（以质量计）的元素应以最接近的百分数的形式列出其所占百分比（以质量计）。
- i) 牙科银合金粉颗粒的形状描述。
- j) 推荐储存温度不高于 28℃。
- k) 胶囊的长度，精确至 1mm。
- l) 适用于元素汞的以及产品销售国强制要求标注在包装说明（或者随附文字说明）上的符号、危害声明、预防措施声明和标志词，参见全球化学品统一分类和标签制度（GHS）（联合国）的要求。

7.2.2 含牙科汞的产品包装上的标识

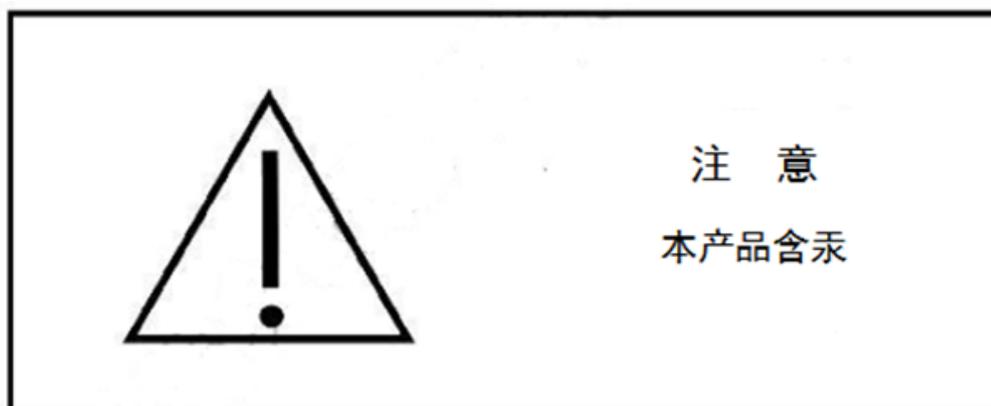


图7 警示标签——注册号：ISO 7000-0434A

标签上的标志如图7所示。通常，警告符号和文字信息应符合ISO 3864-2的要求和ISO 15223-1中符号的含义（第5.4.4条）。如下所述：

——三角形内的感叹号应以黑色打印在白色背景中。

——文字信息“注意 本产品含汞”应以黑色打印。

这些警告符号和文字信息的边框应以黑色打印。

针对安全标识的这些要求是为用户服务的，建议读者去查阅随附文件以获得重要的安全信息。在本文件中随附文件是指7.2.1要求的信息和生产厂说明书中的警示信息（7.3.2）。

7.2.3 用于运输的包装或容器的外表面上的标识

运输时，用于盛放包装盒的外包装或容器参见联合国危险品运输规章范本进行标记。所使用的符号和附加安全信息应适用于汞（联合国危险货物编号3506）。

注1：7.2.2的信息是为用户服务的，7.2.3的信息是为托运人服务的。

注2：另外，还需按照装运国、运抵国或转运国的运输汞的要求张贴标识。

7.3 制造商说明书

7.3.1 一般说明

每个包装都应附有打印的说明书，说明书至少应包含以下信息：

- a) 建议用于调和胶囊的符合ISO 7488要求的牙科银汞合金调和器的牌号、型号或名称。
- b) 调和胶囊使用的7.3.1a)中提到的牙科银汞合金调和器的设置和调和时间(s)。
- c) 正确调和的牙科银汞合金初始状态的描述，如初始外观（反射性）、质地和一致性。

7.3.2 注意事项

制造商印刷的说明书应包括以下注意事项：

a) 汞对金属的影响

汞可以和特殊的金属以及他们的合金反应并使其变脆。避免汞和这些金属（以及他们的合金）产生不必要的接触。

b) 潮湿污染

“如果潮湿的空气进入未固化的银汞合金，银汞合金的强度和耐腐蚀性能会受到不利的影 响。如果合金中含有锌，这样的污染会使汞齐化后的银汞合金过度膨胀（滞后膨胀）。应尽可能在干燥环境下使用。”

c) 废物处理

“废弃的材料和所有装过汞的内包装都应按照合适的管理方式进行处理。”

参考文献

- [1] GB/T 16886.1, 医疗器械生物学评价 第 1 部分: 评价与试验
 - [2] YY/T 0268, 牙科学 口腔医疗器械生物学评价 第 1 单元 评价与试验
 - [3] YY0715, 牙科学 银汞合金胶囊
 - [4] YY/T1026 牙科学 牙科银汞合金
 - [5] ISO/TS 17988, Dentistry-Corrosion test methods for dental amalgam
 - [6] UNEP Minamata Covention on Mercury. United Nations, New York, 2015. United Nations Treaty Collection C.N. 244. 2015 TREATIES XXVII-17.
-