

ICS 11.060.10

C 33

备案号:

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0717—××××

代替YY 0717—2009

牙科学 根管封闭材料

Dentistry — Root Canal Sealing Materials

(ISO 6867:2012, MOD)

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家药品监督管理局 发布

目 次

前言.....II

引言.....III

1 范围.....1

2 规范性引用文件.....1

3 术语与定义.....1

4 要求.....1

5 取样.....2

6 试验环境.....2

7 试验方法.....2

8 制造商提供的包装，标识和信息.....6

参考文献.....7

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》的规定起草。

本文件代替YY 0717-2009《牙科根管封闭材料》，与YY 0717-2009相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 范围中删除了“不固化的牙科根管封闭材料不适用于本标准。”（见1，2009版的1）
- 增加术语“根管封闭材料”（见3.1）；
- 增加术语“根管充填材料”（见3.2）；
- 修改了流动性、工作时间和溶解度的测试程序，且对限值进行了重新规定（见4.3.1、4.3.2、4.3.5）；
- 将流动性的指标改为“不小于17mm”（见4.3.1，2009版的4.3.1）；
- 将生物性能和声称具有治疗作用成分的描述从要求中移到引言（见引言，2009年版4.2）；
- 将X射线阻射性检测步骤部分内容，修改为“按照YY/T 1646 牙科学 测定材料的X射线阻射性试验方法进行”，保留样品制备和结果（见7.8，2009年版7.8）。

本文件修改采用ISO 6876:2012《牙科学 根管封闭材料》。

本文件与ISO 6876:2012的技术性差异及其原因如下：

- 将引言中无菌的说明写入正文要求中（见4.2），并规定采用药典方法试验；
- 对无菌产品增加无菌要求（见4.2）和检测方法（见7.2）
- 规范性引用文件中，增加《中华人民共和国药典》2020年版和YY/T 1646 牙科学 测定材料的X射线阻射性试验方法。删除ISO 3665:1996 摄影技术 牙科用射线照相胶片规范。
- 将ISO 6872 的4.2“微生物危害 本标准不包含对微生物生长的定性和定量要求”，从正文要求中移到引言。
- 增加了“固化后尺寸变化”（4.3.7），并规定了测试方法（7.9）。因该项指标衡量材料充填入根管内容积变化，对治疗预后有影响。
- 将4.4、4.5、4.6从4要求中移除，改为5和6，后面的序号进行相应调整。因4.4、4.5、4.6是取样、试验条件和试样制备，并非性能要求。
- 7.7.3 和 7.7.4 增加材料崩解的描述和说明，以对应 4.3.5 要求。
- 将 7.8 X 射线阻射性 检测步骤部分内容，修改为按照 YY/T 1646 牙科学 测定材料的 X 射线阻射性试验方法进行，保留样品制备和结果判定。

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/TC99）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：

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

- YY/T 0717-2009。

引 言

本文件不包括用于证明材料不存在不可接受的生物风险的定性和定量测试方法，如评估此类生物风险可参考 ISO 10993-1 和 ISO 7405。

*本文件不包含对可能的微生物危害的定性和定量的要求。

若制造商声称产品具有治疗作用，则其相关成分的纯度和无菌性，应符合中华人民共和国药典或适用的相关法规的规定。

注* 本文件中对微生物的描述或要求有以下三种方式，请委员以及相关人士提出哪种方式更合适？

- 1. 与ISO 6876:2012 描述保持一致，在引言中仅写“本标准不包含对微生物生长的定性和定量要求”。
- 2、在引言中做如下描述：“本文件不包含对微生物生长的定性和定量要求，但在需要评估微生物危害时，可参见中华人民共和国药典或化妆品安全技术规范等相关法规、规范或标准。”给出需要评估时的参考。
- 3、在标准要求中规定微生物限量要求，参照化妆品或牙膏的微生物限量要求。

化妆品微生物指标限值：

微生物指标	限值
菌落总数（CFU/g 或 CFU/ml）	≤500
霉菌和酵母菌总数（CFU/g 或 CFU/ml）	≤100
耐热大肠菌群/g（或 ml）	不得检出
金黄色葡萄球菌/g（或 ml）	不得检出
铜绿假单胞菌/g（或 ml）	不得检出

GB/T 8372-2017 《牙膏》中对牙膏的卫生指标规定如下：

卫生指标	要求
菌落总数（CFU/g）	≤500
霉菌和酵母菌总数（CFU/g）	≤100
耐热大肠菌群/g（或 ml）	不得检出
金黄色葡萄球菌/g（或 ml）	不得检出
铜绿假单胞菌/g（或 ml）	不得检出
铅含量（mg/kg）	≤10
砷（mg/kg）	≤2

《中华人民共和国药典》（2020 版）PP 1105-1108，
1107 非无菌药品微生物限度标准，表 1

1、口服给药

需氧菌总数(cfu/g、cfu/ml 或 cfu/cm²)： ≤ 200；
霉菌和酵母菌总数 (cfu/g、cfu/ml 或 cfu/cm²)： ≤ 20

YY 0717—xxxx

大肠艾希菌 (1g 或 1ml): 不得检出

2、口腔黏膜及齿龈给药

需氧菌总数(cfu/g、cfu/ml 或 cfu/cm²) : ≤ 200 ;

霉菌和酵母菌总数 (cfu/g、cfu/ml 或 cfu/cm²) : ≤ 20

大肠艾希菌 (1g、 1ml 或 10 cm²): 不得检出

金黄色葡萄球菌 (1g、 1ml 或 10 cm²): 不得检出

铜绿假单胞菌 (1g、 1ml 或 10 cm²): 不得检出

牙科学 根管封闭材料

1 范围

本文件规定了用于永久封闭牙齿根管的牙科根管封闭材料的性能要求和试验方法。本文件适用于如下根管封闭材料，即可以在潮湿或无潮湿环境下固化、可以结合牙根管充填尖使用或不结合牙根管充填尖而单独使用，并且正向充填的牙根管封闭材料（即从牙齿冠部进行根管充填）。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (GB/T 6682-2008, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 9937 牙科学 名词术语 (GB/T 9937-2020, ISO 1942-2009, MOD)

YY 0462 牙科学 石膏产品 (YY 0462-2018, ISO 6873-2013, MOD)

YY/T 1646 牙科学 测定材料的 X 射线阻射性试验方法 (YY/T 1646-2019, ISO 13116:2014, IDT)

ISO 8601-1: 2019 日期和时间——信息交换表示法 第 1 部分：基本原则

注：GB/T 7408 数据元和交换格式 信息交换 日期和时间表示法 (ISO 8601:2000, IDT)

ISO 8601.2-2019 日期和时间——信息交换表示法 第 2 部分：扩展

注：GB/T 7408 数据元和交换格式 信息交换 日期和时间表示法 (ISO 8601:2000, IDT)

《中华人民共和国药典》2020年版

3 术语和定义

GB/T 9937界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

根管封闭材料 root canal sealing material

旨在将根管充填材料永久密封到被去除牙髓的髓腔中的牙髓材料。

3.2

根管充填材料 root canal filling material

旨在永久阻塞先前被牙髓占据髓腔的牙髓材料

3.3

调和时间 mixing time

使各组分均匀混合的时间，是工作时间的一部分。

3.4

工作时间 working time

从调和开始至能够操作封闭材料且对其性能不产生不利影响的时间。

3.5

固化时间 setting time

从调和结束开始计时，直到封闭材料按 7.5 描述的指标和条件固化所需的时间。

注：本固化时间是从调和结束后开始计时的，因为调和时间会有较大的差异。

4 要求

4.1 外观

按7.1试验，封闭材料中不应有外来异物。

按制造商使用说明书使用时，各组分调和形成的封闭材料应符合本文件4.1~4.3的要求。

4.2 无菌

如果制造商声称产品无菌或产品以无菌状态交付时，则按照 7.2 试验，产品应无菌。

4.3 物理机械性能

4.3.1 流动性

按 7.3 试验，试片的直径应不小于 17mm。

4.3.2 工作时间

按照 7.4 试验，对于制造商声称工作时间不超过 30 min 的封闭材料，按照 7.3 流动性试验测得的直径在规定工作时间结束前 15 s 时，应不小于 17 mm。

4.3.3 固化时间

对于制造商声称固化时间 ≤ 30 min 的封闭材料，按照 7.5 测得的固化时间，应比制造商声称的固化时间长不超过 10%。

对于制造商声称固化时间超过 >30 min 但 ≤ 72 h 的封闭材料，并且制造商给出了时间范围，按照 7.5 测试，测得的固化时间应在制造商声称的范围内。

4.3.4 薄膜厚度

按照 7.6 试验，封闭材料的薄膜厚度应 $\leq 50\mu\text{m}$ 。

4.3.5 溶解性和崩解

按照 7.7 试验，固化的封闭材料的溶解性应不大于 3.0%质量分数。肉眼观察，试样应无崩解现象。

4.3.6 X 射线阻射性

按照 7.8 试验，封闭材料的 X 射线阻射性，应不小于 3mm 厚铝板的 X 射线阻射性。

4.3.7 固化后尺寸变化

按照 7.9 测得的封闭材料的平均尺寸变化，收缩率应不大于 1.0%，或膨胀率不大于 0.1%。

5 取样

试验样品应取自同批次的一个或一个以上的零售包装，数量应足以完成规定的试验，以及必要时允许的重复试验所需的数量。

6 试验环境和试样制备

除非制造商有特殊规定，所有试验均应在温度为 $(23\pm 2)^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度为 $(50\pm 5)\%$ 的环境下进行。在试验开始前所有组分应在此环境下放置至少 24h。

按照制造商的使用说明操作封闭材料的所有组分。

7 试验方法

7.1 外来异物

正常目力观察。

7.2 无菌

按照《中华人民共和国药典》2020 年版 四部通则 1101 无菌检查法试验。

7.3 流动性

7.3.1 器具

7.3.1.1 两片玻璃板，至少 $40\text{mm}\times 40\text{mm}$ ，厚约 5mm，每片重量约 20g。

7.3.1.2 重物块，重量大约 100g。

7.3.1.3 带刻度的注射器，能够输送 (0.05 ± 0.005) ml 调和后的封闭材料。

7.3.2 步骤

使用带刻度的注射器(7.3.1.3)输送 (0.05 ± 0.005) ml 封闭材料，将其置于一块玻璃板（7.3.1.1）的中心。

注：一个替代方法是使用样品的质量，首先确定密度，然后使用公式：

$$m = V \times d$$

式中：

m——质量；

d——密度；

V——体积。

在开始调和后 (180 ± 5) s 时，将第二块玻璃板居中放于封闭材料顶部。随后放上重物块(7.3.1.2)，使施加的总重量为 (120 ± 2) g。自调和开始 10min 后，取下重物块并测量所压封闭材料试片的最大和最小直径。如果两直径相差小于 1mm，则记录两直径的平均值。如果两直径相差大于 1mm，则重新试验。

7.3.3 结果的计算和表达

共试验三次，并计算平均值。将结果四舍五入到最接近的以毫米为单位的整数，并将其记录为流动性值。

7.4 工作时间

为了确定声称工作时间不超过 30 min 的封闭材料的工作时间，除了在制造商规定的工作时间结束前 15 秒施加负载外，其他均按照 7.3 中规定的步骤试验。

7.5 固化时间

7.5.1 器具

7.5.1.1 恒温恒湿箱，能维持温度 (37 ± 1) °C，相对湿度不低于 95% 的环境。

7.5.1.2 针入度计，压头质量为 (100.0 ± 0.5) g、带有直径为 (2.0 ± 0.1) mm 的平坦端面。压头针尖部应为长度至少为 5mm 的圆柱形。针尖的末端应为平面并与长轴成直角。

7.5.1.3 模具

- 无需潮气即可固化的封闭材料，使用不锈钢环形模具，模具型腔内径为 10mm，高 2mm。
- 需潮气才可固化的封闭材料，使用石膏（符合 YY 0462 的 2 型）模具，模具型腔内径 10mm，高 1mm。

注：石膏模型腔的制作方法：将一塑料片(直径 $d=10$ mm，高 $h=1$ mm)放置于塑料杯（容积为 1ml~2ml)的底部，将新鲜调和好的石膏充填杯中。待石膏固化后，取出杯子和塑料片即可。

7.5.1.4 金属块，最小尺寸 8mm×20mm×10mm，使用前放置于 (37 ± 1) °C 的恒温恒湿箱（7.5.1.1）中至少 1h。

7.5.1.5 平玻璃板，厚约 1mm。

注：载玻片是合适的。

7.5.2 试样制备

- 无需潮气即可固化的材料：将不锈钢模具（7.5.1.3）放置在平玻璃板（7.5.1.5）上，将封闭材料填充入模具至与模具上端平齐。调和结束后 (120 ± 10) s 时，将此组件放于恒温恒湿箱中的金属块（7.5.1.4）上。
- 需潮气才可固化的封闭材料：将石膏模具放置于温度为 (37 ± 1) °C 相对湿度为 95% 的环境中 24h，之后将封闭材料充满预处理的石膏模具型腔中，并将此组件放入恒温恒湿箱中。

7.5.3 步骤

当接近制造商规定的固化时间时，轻轻地将针入度计的压头垂直降低放于封闭材料水平面上。若能看到压痕，抬起压头并擦拭干净，然后再将压头降低到封闭材料表面的新位置。重复此操作，直到压痕

不再可见。从调和结束后开始计时，直到压痕不再出现的时间记录为固化时间。

7.5.4 结果计算和表达

试验三次并计算平均值。记录该值为固化时间。

7.6 薄膜厚度

7.6.1 器具

7.6.1.1 两片光学方形或圆形玻璃平板，具有至少 5mm 的均匀厚度，接触面积约为 $(200 \pm 25) \text{ mm}^2$ 。

7.6.1.2 加荷装置，能够施加 $(150 \pm 3) \text{ N}$ 的载荷。

7.6.1.3 千分表或类似测量仪器，精度为 $1 \mu\text{m}$ 。

7.6.2 步骤

测量相接触的两玻璃平板（7.6.1.1）的组合厚度，精确到 $1 \mu\text{m}$ 。将一部分封闭材料放置于第一块玻璃板的中心，将另一块玻璃板居中放在封闭材料上。从调和开始 $(180 \pm 10) \text{ s}$ 时，通过加荷装置（7.6.1.2）在玻璃平板顶部小心垂直施加 150N 的载荷。确保封闭材料完全充满两玻璃板之间。从调和开始 10min 后，用千分表（7.6.1.3）测量两玻璃板连同封闭材料薄膜的总厚度。

7.6.3 结果的计算和表达

通过计算含封闭材料和不含封闭材料的玻璃板厚度的差值，得出薄膜厚度。

试验三次，计算平均值，精确到 $5 \mu\text{m}$ ，记录此值作为薄膜厚度。

7.7 溶解性和崩解

7.7.1 器具和材料

7.7.1.1 两个开口环形模具，内径 $(20 \pm 1) \text{ mm}$ ，高 $(1.5 \pm 0.1) \text{ mm}$ ，由不锈钢或其他适合于样品的材料（聚四氟乙烯，用于如树脂基封闭材料）制成。

7.7.1.2 四块平板玻璃板，尺寸大于开口环形模具的最大尺寸。

7.7.1.3 不透水的塑料薄膜，如 $(50 \pm 30) \mu\text{m}$ 厚的聚乙烯塑料。

7.7.1.4 2 个浅盘 A 和 B，如培养皿或其他合适的玻璃或陶瓷盘，直径约 90mm，最小容积 90ml。称量盘 B 的质量，精确至 0.001g。

7.7.1.5 恒温恒湿箱，能维持温度 $(37 \pm 1) ^\circ\text{C}$ ，相对湿度不低于 95% 的环境。

7.7.1.6 水，符合 GB 6682 的 3 级水。

7.7.1.7 干燥器，内置五氧化二磷或其他合适的干燥剂。

7.7.1.8 烘箱，维持温度 $(110 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 。

7.7.2 试样制备

按下列方法之一制备 3 个试样。

- a) 无需潮气即可固化的封闭材料，将模具（7.7.1.1）放在玻璃板（7.7.1.2）上，向模具腔内稍超充填调和好的封闭材料。将覆有一张聚乙烯薄膜（7.7.1.3）的另一块玻璃板放于封闭材料顶部，再小心取下玻璃板，使材料形成一均匀平面。将上述已经充填材料的模具放入恒温恒湿箱（7.7.1.5）中，放置的时间比制造商声称的固化时间长 50%。从模具中取出封闭材料试样，称重，精确到 0.001g。

注：必须确保样品完全固化，否则试样从模具中取出可能很困难或不可能。树脂基封闭材料需要几天时间才能在 $37 ^\circ\text{C}$ 下完全固化。

- b) 需要潮气才可固化的封闭材料，将模具放在玻璃板上，按制造商说明书将 2g 封闭材料和 0.02ml 或 0.02g 的水（7.7.1.6）调和，将调和物稍超填于模具中。将另一块覆有聚乙烯薄膜（7.7.1.3）的玻璃板盖在封闭材料顶部。将上述装置放入恒温恒湿箱中 24h。将试样小心地从模具中取出，并修整试样的周边以去除飞边和不规则处。称量封闭材料的重量，精确到 0.001g。

7.7.3 步骤

将两个试样放入浅盘 A（7.7.1.4）中，两个试样表面不接触且在盘中保持不受干扰。加入 (50 ± 1)

ml 水并盖上盘盖。将盘放入恒温恒湿箱中 24h。将波纹滤纸放入漏斗中，并将漏斗放置在盘 B 底部上方 20mm 处。将 A 盘中的水与试样一起倒入波纹滤纸中。用 5 ml 水将先前用过的盘 A 清洗 3 次，然后将水倒入波纹滤纸中。检查波纹滤纸中的冲洗物。若出现颗粒状物，表明材料崩解。

将盘 B 连同收集的水一起放入 $(110 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱中，将水蒸发，至恒定质量，在每次称重前将盘在干燥器 (7.7.1.7) 中冷却至室温。

注：恒重是指两次称重间隔 24h 重量之差小于 0.002g。称重精确到 0.001g。

7.7.4 结果的计算和表达

记录浅盘 B 的原始质量与其最终质量之间的差值，精确到 0.001 g，作为从样品中溶出的封闭材料的量。记录此质量差值，并计算将其与两试样初始质量之和的百分比，精确至 0.1%。

试验两次，取平均值作为溶解性。记录材料是否出现崩解。

7.8 X 射线阻射性

7.8.1 按照 YY/T 1646 进行试验。

7.8.2 试样制备

不锈钢圆环模具，内径 10mm，高 (1.00 ± 0.01) mm，用塑料、纸或者其他 X 射线透射材料制成的上下盖板。

将封闭材料填入模具中，将模具顶部和底部盖上盖板，制成 1mm 厚的试样。

7.8.3 结果判定

按照 YY/T 1646 处理结果，并确定 X 射线阻射性（等效铝板）值。

封闭材料的 X 射线阻射性值应不小于 3mm 厚铝板的 X 线阻射性。

7.9 固化后的尺寸变化

7.9.1 器具和材料

7.9.1.1 三个对开圆柱形模具，内径 6mm，高 12mm，由不锈钢或与试样匹配的其他材料制成。

为了便于将模具和需要潮气才可固化的试样分离，建议使用脱模剂，比如 3% 聚乙烯醚蜡己烷溶液。

7.9.1.2 平玻璃片六片，尺寸约为 $25\text{mm} \times 75\text{mm} \times 1\text{mm}$ 厚，例如载玻片，或适合的平不锈钢板。

7.9.1.3 不透水的塑料薄膜，比如 (50 ± 30) μm 厚的聚乙烯薄膜。

7.9.1.4 三个 25mm 的 C 形夹。

7.9.1.5 恒温恒湿箱，能维持温度 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，相对湿度不低于 95% 的环境。

7.9.1.6 测量器具，测量精度为 $1\mu\text{m}$ ，允许在试样上施加不超过 0.1N 的均匀分散的载荷。

7.9.2 试样制备

按下列方法之一制备三个试样

- a) 无需潮气即可固化的封闭材料：根据制造商说明书调和 2g 材料。将模具（7.9.1.1）放于覆有聚乙烯薄膜（7.9.1.3）的平玻璃片（7.9.1.2）上，将调和好的封闭材料，稍超充于模具中。再用一块覆有聚乙烯薄膜的玻璃片压于封闭材料顶部。将模具连同玻璃片一起固定在 C 形夹（7.9.1.4）上。从调和开始后 5min，将材料和 C 型夹一同放入相对湿度 95%~100%，温度为 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的环境中。对固化时间小于等于 2h 的封闭材料，在进行到下一操作阶段前允许放置的时间为按照 7.4 试验所得的三倍固化时间。
- b) 需潮气才可固化的封闭材料：将模具放于覆有聚乙烯薄膜的玻璃片上。按制造商说明书将 2g 材料和 0.02ml (0.02g) 的水调和，将调和物稍超充于模具中。将覆有聚乙烯薄膜（7.9.1.3）的另一块玻璃片放于封闭材料顶部。继续按 7.9.2.a) 描述的步骤操作。

两种方法制作的试样，制备后将含有试样的模具在 P600 的湿砂纸上往复摩擦，使试样两端磨平。从模具中取出试样，测量试样的高度，精确到 $10\mu\text{m}$ 。将其贮存在 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的蒸馏水中 30 天，再次测量试样高度，精确到 $10\mu\text{m}$ 。

7.9.3 结果计算和表达

计算试样长度的变化与原长的百分比,完成三次上述试验,三次结果的平均值做为试样的尺寸变化。

8 制造商提供的包装,标识和信息

8.1 概述

除 8.2 和 8.3 中规定信息以外的其他附加信息,可由制造商自行决定或根据法规要求提供。

8.2 包装

各组分应装在安全密封的容器中,容器由不与内容物发生反应、也不允许污染内容物的材料制成。

8.3 标识

包装内的每个包装和/或容器均应清晰易读地标明以下信息:

- c) 批号(批号),指制造商的记录和特定批次组件的制造日期;
- d) 有效期,按照 ISO 8601 表示;
- e) 适用时,粉末或糊剂的最小净质量(g)和液体的最小净体积(ml);
- f) 推荐的储存条件。

8.4 制造商的信息和使用说明

信息和说明应随每个包装一起提供,并应包括以下内容:

- a) 产品名称;
- b) 制造商或负责经销商的名称和地址;
- c) 封闭剂的使用适应症和临床应用,包括封闭剂是否适合不加根管充填尖而单独使用;
- d) 调和方法及各组分的混合比例;
- e) 工作时间和固化时间(若声明);
- f) 识别在使用的材料权利要求中存在和提及的任何治疗活性成分;
- g) 推荐的储存条件;
- h) 封闭剂是否会导致牙齿染色,以及必要的防护措施以减小此影响;
- i) 关于材料有毒、危害、可燃或组织刺激性等的专门说明或警告;
- j) 如果声称无菌,则在包装上进行适当的标记。

参考文献

- [1] GB/T 16886.1 医疗器械生物学评价 第1部分：风险管理过程中的评价与试验
 - [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] ISO10993-1,Biological evaluation of medical devices — Part 1: Evaluation and testing within a risk management process
 - [4] ISO7405Dentistry — Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry.
-