

ICS 11.060.10

C33

备案号:

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0272—××

代替 YY 0272-2009

牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀 和不含丁香酚的氧化锌水门汀

Dentistry-Zinc oxide/eugenol cements and zinc oxide/non-eugenol
cements

(ISO 3107:2011, 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：标准的结构和编写》和 GB/T 1.2—2020《标准化工作导则 第2部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》给出的规则起草。

本文件代替 YY 0272-2009《牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀和不含丁香酚的氧化锌水门汀》，与 YY 0272-2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除分类中 I 型2类：非固化水门汀、II 型：永久粘固用和IV型：窝洞衬层；
- b) 删除5.1 性能要求中24h水溶出量及对应试验方法（见2009年版的6.5条款）；
- c) 表1中 II 型垫底和暂时充填料材料的24h抗压强度的最小值由25MPa降为5MPa；
- d) 表1中37℃时的固化时间的最小值降为1.5 min；
- e) 删除图 5 等效加荷装置及玻璃片固定装置。

本文件等同采用 ISO 3107:2011《牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀和不含丁香酚的氧化锌水门汀》。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：

本文件的主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——ZB C33 018-1986

——YY 0272-1995

——YY 0272-2009

引 言

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 ISO 10993-1 和 ISO 7405。

牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀和不含丁香酚的氧化锌水门汀

1. 范围

本文件规定了用于牙科修复中的暂时粘固、垫底和暂时充填的非水基氧化锌/丁香酚水门汀的要求。本文件也规定了暂时粘固用含氧化锌和芳香油的无丁香酚水门汀的要求。

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。

ISO 1942 牙科学 名词术语

注1：GB/T 9937—2020 牙科学 名词术语（ISO 1942：2009，MOD）

ISO 2590 化工产品中砷含量测定的通用方法-二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

ISO 3696 分析实验室用水 规格和试验方法

注2：GB/T 6682—2008 分析实验室用水 规格和试验方法（ISO 3696：1987，MOD）

ISO 8601 数据元和交换格式 信息交换 日期和时间表示法

注3：GB/T 7408-2005 数据元和交换格式 信息交换 日期和时间表示法（ISO 8601:2000，IDT）

3. 术语和定义

ISO 1942界定的术语和定义适用于本文件。

4. 分类

根据预期用途将水门汀进行如下分类：

- a) I型：暂时粘固用；
- b) II型：垫底和暂时充填入。

5. 要求

5.1 性能要求

按照本文件条款7规定的试验方法进行试验，I型和II型水门汀应符合表1规定的性能要求。

表1 要求

类型	37℃时的固化时间（min）		24h抗压强度（MPa）		薄膜厚度（ μm ） 最大	酸溶砷含量（mg/kg） 最大
	最小	最大	最小	最大		
I型	1.5	10		35	25	2
II型	1.5	10	5		不适用	2

注a：mg/kg相当于ppm；ppm是不推荐使用的单位。

5.2 生物相容性

参见ISO 10993-1和ISO 7405。

6. 取样

从同批零售包装中抽取足够的材料，能够完成相关项目的试验和必要的重复试验。50g应是足够的。

7. 试验方法

7.1 试样制备

根据生产商的说明书（8.2）制备试样。

7.1.1 环境条件

在环境温度为 (23 ± 2) ℃，相对湿度为 (50 ± 5) %的环境中制备试样。调和试样前，将器具和材料置于此环境中至少1h。

7.1.2 调和步骤

按生产商说明书制备试样。调和足量的水门汀，保证一次调和的水门汀制备一个试样。每一个试样都使用新调和的水门汀制备。

7.2 固化时间

7.2.1 器具

7.2.1.1 恒温恒湿箱，能保持温度为 (37 ± 1) ℃，相对湿度 (95 ± 5) %。

7.2.1.2 压头

7.2.1.2.1 对于I型材料，压头质量为 (100 ± 0.5) g，尖为圆柱形，端面为平面，直径 (2.0 ± 0.1) mm，压头能在约5mm范围内移动。

7.2.1.2.2 对于II型材料，质量压头质量为 (400 ± 5) g，尖为圆柱形，端面为平面，直径 (1.0 ± 0.1) mm，压头能在约5mm范围内移动。

7.2.1.3 模具，用耐腐蚀性金属材料制作的中间有一个圆孔的矩形板，尺寸如图1所示。

7.2.1.4 金属块，最小尺寸为8mm×20mm×10mm。

7.2.1.5 平玻璃片，厚度约1mm（如载玻片）。

7.2.2 试验步骤

将金属块（7.2.1.4）和压头（7.2.1.2）放置在 (37 ± 1) ℃的恒温恒湿箱中。

将已调定至 (23 ± 1) ℃温度下的金属模具（7.2.1.3）放在平玻璃片（7.2.1.5）上，充填水门汀使其与模具上表面平齐。

自调和开始 (60 ± 10) s时，将试样、模具和玻璃板移到金属块上。

在制造商规定的固化时间前30秒，小心地将压头垂直下降至水门汀表面。每隔15s在无压痕处压一次，直至达到固化时间。在两次压痕试验之间保持压头清洁。

记录从调和开始至压头不能完全穿透2mm试样时的时间为固化时间，修约至15s。

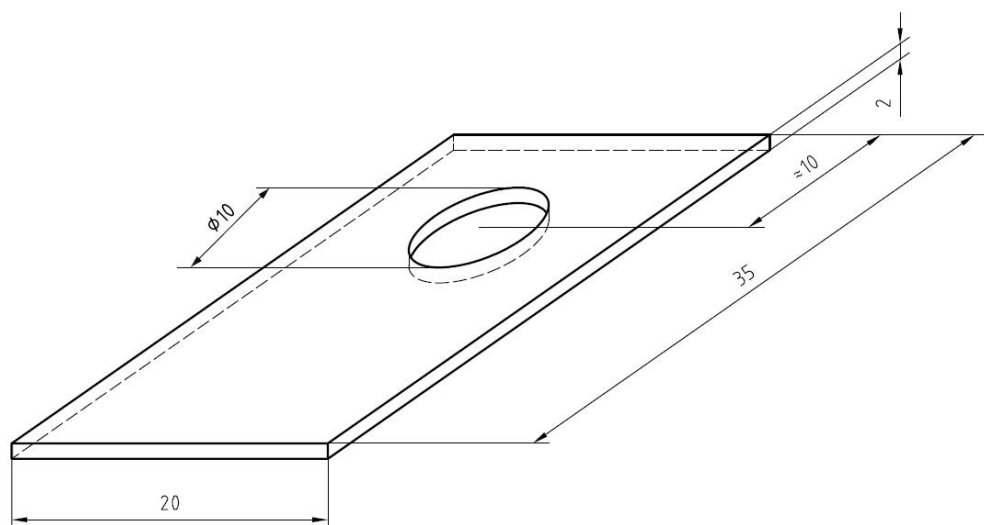


图1 固化时间试样模具

7.2.3 结果的处理

结果应符合表1的限值之一或在限值范围内。

7.3 抗压强度

7.3.1 器具

7.3.1.1 对开模具和盖板，如图2所示，适用于制备高度6 mm、直径4 mm的圆柱形试样，由不被水门汀侵蚀或腐蚀的材料制成，如不锈钢。

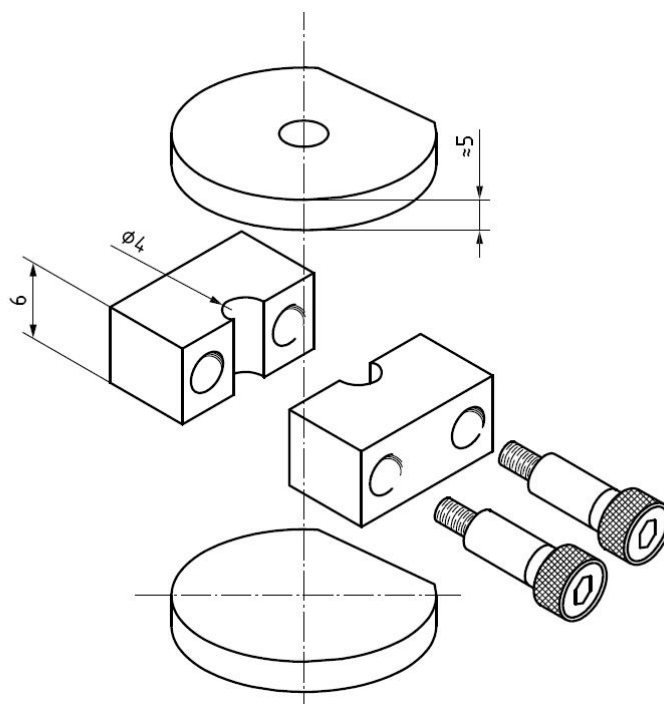


图2 抗压强度试样模具和盖板

7.3.1.2 螺旋夹，其尺寸应能将模具和盖板夹在一起，如图3所示。

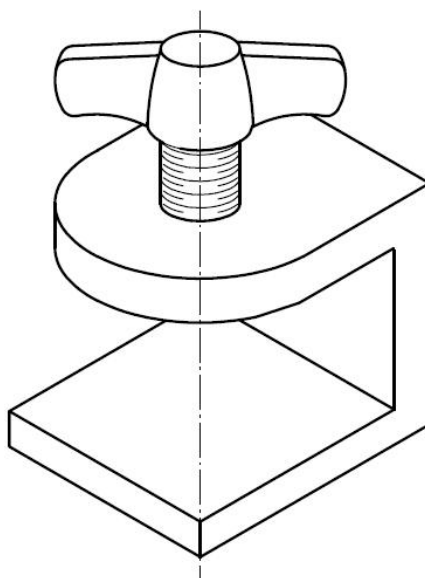


图3 抗压强度试样制备用螺旋夹

7.3.1.3 恒温恒湿箱，见7.2.1.1。

7.3.1.4 千分表或类似的测量器具，精度为 $1\mu\text{m}$ 。

7.3.1.5 力学试验机，十字头速度为 (0.75 ± 0.30) mm/min，或载荷速率 (50 ± 16) N/min。

7.3.2 试样制备

将试验用模具（7.3.1.1）、螺旋夹（7.3.1.2）、上下盖板（7.3.1.1）置于 (23 ± 1) °C 环境下。

将按照制造商说明书调和好的水门汀在调和后的1min内填入对开模具中至微溢。为避免混入气泡，建议使用合适的器械将尽可能多的水门汀沿模具的一侧填入模具中。直至材料在模具中微溢，然后将模具放在下盖板上，挤出多余水门汀。

为便于将固化后的水门汀试样从模具中取出，充填前，可在模具内壁均匀地涂上一层3%微晶蜡或石蜡的甲苯溶液。也可以涂一薄层硅脂或聚四氟乙烯（PTFE）干膜润滑剂。

除去多余的水门汀，盖上金属上盖板并压紧。将模具和金属盖板用螺旋夹（7.3.1.2）夹紧。在调和结束后2 min内，将整个组件移入 (37 ± 1) °C 恒温恒湿箱（7.3.1.3）中。

调和结束后1h，去除金属盖板，在平玻璃片上用混有水的45 μm碳化硅粉或类似的磨料，将试样的两端磨平，使端面与长轴垂直，在试样制备过程中保持试样湿润。

也可使用相同粒度的砂纸加水（ISO 3696，2级）研磨。为保证试样端面平整，每磨几次将试样旋转1/4周后再磨。

磨平后立即从模具中取出试样，检查试样是否有气泡或边缘有无缺损，剔出有缺陷的试样。

将每个试样浸泡在 (37 ± 1) °C 的蒸馏水或去离子水（ISO 3696，2级）中，保持24 h。在试验前将试样移入 (23 ± 1) °C 的水中，保持 (15 ± 1) min。用千分表（7.3.1.4）测量圆柱试样的直径，修约至微米。立即进行试验。本试验需要五个试样。

7.3.3 步骤

在上述调节程序结束后，立即将试样的平整两端置于力学试验机（7.3.1.5）的加荷装置平板之间，保证载荷沿试样长轴方向加载。以 (0.75 ± 0.30) mm/min的十字头速度或 (50 ± 16) N/min的加载速率加载，直至试样破裂。记录试样破裂时的最大负荷。

测试五个试样。

用下式计算抗压强度：

$$K = \frac{4F}{\pi d^2}$$

式中：

K — 抗压强度，MPa，

F — 最大载荷，N；

d — 试样直径测量的平均值，mm。

7.3.4 结果判定

a) 如果至少有四个结果不小于，或I类材料的抗压强度不大于表1中规定的限值，则认为材料符合5.1的要求。

b) 如果三个或三个以上结果小于，或I类材料的抗压强度大于表1中规定的限值，则认为材料不符合5.1的要求，无需进一步试验。

c) 如果只有三个结果不小于，或I型材料的抗压强度不大于表1中规定的限值，则重复整个试验。重复试验中若有任何一个结果低于，或对于I型抗压强度大于表1中的限值，则认为材料不符合5.1的要求。

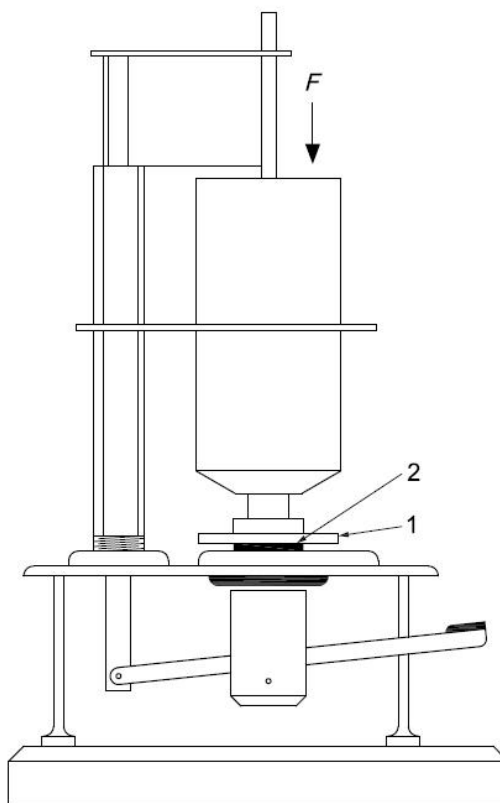
7.4 薄膜厚度

7.4.1 器具

7.4.1.1 两块玻璃片，方形或圆形的光学平玻璃片，每片平玻璃片的接触面积为 (200 ± 25) mm²。每片厚度均匀且不低于5mm。

7.4.1.2 加荷装置，如图4所示，或等效装置，该装置可通过上玻璃片对试样平稳地施加 $(150\pm 2)\text{N}$ 的垂直力，施力过程中玻璃片不得发生旋转。图4中加荷杆底端附有加荷头，加荷头的端面水平且与底座平行。

注：在施力时，每个玻璃片经适当方式固位，防止施力时发生移动。



1-玻璃片

2-试样

F-负荷

图4 厚度加荷装置

7.4.1.3 千分表或等效测量器具，精确至 $1\mu\text{m}$ ，如7.3.1.4。

7.4.2 步骤

用千分表或等效测量器具(7.4.1.3)测量两光学玻璃片(7.4.1.1)紧密接触时的厚度(读作A)，精确至 $1\mu\text{m}$ 。移开上玻璃片，按照生产商说明书调和试验材料，取 0.02 mL - 0.1 mL 放置在下玻璃片中心，并将之放于加荷装置底座上，中心对准加荷头。将第二块玻璃片按原始测量位置放置在试样上。

在生产商规定的工作时间结束前 10 s ，通过加荷装置(7.4.1.2)对上玻璃片轻轻施加 150 N 的垂直力，至少保持 10 min ，确保试样完全充满两个玻璃片之间。

测量两玻璃片和试样薄膜的总厚度(读作B)。

计算含水门汀薄膜的玻璃片厚度与不含水门汀薄膜的玻璃片厚度的差值(读数B-读数A)为水门汀材料的薄膜厚度，修约至 $1\mu\text{m}$ 。上述试验共进行五次。

7.4.3 结果判定

a) 如果有4个或5个试样的结果等于或小于 $25\mu\text{m}$ (见表1)，材料符合5.1条的要求。

b) 如果有3个或3个以上试样的结果大于 $25\mu\text{m}$ ，则无需进一步实验，材料不符合5.1条的要求。

c) 如果只有3个试样的结果小于25 μm ，应重复整个试验，重复试验中若有任一个试样的测试结果大于25 μm ，则认为材料不符合5.1条的要求。

7.5 酸溶砷含量的测定

7.5.1 试样制备

7.5.1.1 将固化后的水门汀研磨成粉末，能通过75 μm （200目）的筛。将2g筛分的粉末置于含有30 mL水（ISO3696，2级）的烧杯中，加入10 mL36%（质量分数）的分析纯盐酸（ $\rho=1.18\text{g/mL}$ ）。将混合物置于（37 \pm 1） $^{\circ}\text{C}$ 中1小时，过滤。

7.5.2 试验方法

根据ISO 2590描述的方法或其他等效精度的分析方法测定过滤物中总的砷含量。

7.5.3 判定

如果测试结果等于或小于2mg/Kg（表1），则材料符合5.1要求。

8. 标识、标签和包装

8.1 包装

材料成分应装在适当密封的容器中，容器应充分保护其内容物，且不会对产品质量产生不利影响。可以使用外包装将单个容器作为一个单元呈现。

8.2 标识和使用说明书

a) 如表2所示，信息应清楚地标记在最外层的包装或容器上（用于多剂量包装或胶囊）。

b) 如表2所示，材料的每个包装应附有说明书，并应包括适用于材料的信息（见第5条）。

c) 制造商可自行决定是否提供除表2以外的附加信息。

注1：部分信息为必需信息（M），其他信息为可选信息（/）。表2给制造商提供了几个对用户有用的可选参考信息。

注2：在第11项下，制造商可选择推荐材料的具体功能，如粘接或耐用的临时修复。

如果引用抗压强度，则应按7.3进行测试。

表2 标识和使用说明书的要求

项目编号	项目	最外层包装	胶囊型的外包装	胶囊型（单剂量）、注射器或瓶装	制造商使用说明书
1	产品名称	M	M	M	M
2	制造商的标志或名称	M	M	/	M
3	制造商或负责销售的代理商的地址	M	/	/	M
4	网址	/	/	/	/
5	地区/国家法律要求的信息	M	M	/	M
6	推荐的贮存条件	M	/	/	M
7	制造商给出的批号	M	M	/	M
8	当水门汀贮存在生产厂推荐的条件下时，按照ISO8601要求标示的失效期	M	M	/	/
9	在生产厂推荐的贮存条件下的保质期	/	/	/	
10	水门汀的分类	M	/	/	M
11	临床应用	/	/	/	M
12	胶囊或套筒型水门汀的容器/胶囊数量	M	M	/	/
13	每个容器/胶囊的净体积	/	M	/	M
14	推荐的各组分比例（例如粉末/液体）和采用辅助量具（称量勺等）的使用说明，和精确到0.1g的质量比（仅适用于手调型水门汀）	/	/	/	M
15	两组分的调和/混合速率	/	/	/	M
16	如需调和，调和时间	/	/	/	M
17	调和条件（如适用，调和板和调刀的条件和类型）。仅适用于手工调和材料	/	/	/	M
18	对于胶囊装水门汀，如适用，应提供各组分之间实现物理接触的方法	/	/	/	M
19	如适用，机械调和的方法、时间和类型	/	/	/	M
20	固化时间	/	/	/	M

/ 表示与容器/标识/说明书的组合无关，或此类要求不可行，或信息可能是信息性的或可选的。
M 表示某项是必需的。

参 考 文 献

- [1] GB/T 16886.1-2001 医疗器械生物学评价 第1部分：评价与试验（idt ISO 10993-1：1997）
[2] YY/T 0268 牙科学 口腔的医疗器械生物学评价 第1单元：评价与试验
-