

中华人民共和国医药行业标准

YY 1042—××××  
代替YY 1042-2011

牙科学 聚合物基修复材料

Dentistry - Polymer-based restorative materials

(ISO 4049: 2019, MOD)

征求意见稿

(本稿完成日期: 2022-6-20)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家药品监督管理局 发布

## 目 次

目 次 .....	I
前 言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 分类 .....	2
5 要求 .....	2
5.1 理化性能 .....	2
5.2 修复材料的色调 .....	3
5.3 照射和吸水后的色稳定性 .....	3
5.4 X 射线阻射性 .....	3
6 取样 .....	4
7 试验方法 .....	4
7.1 通用试剂——水， 试验用水应符合 GB /T 6682-2008 的 2 级水。 .....	4
7.2 试验环境 .....	4
7.3 检查 .....	5
7.4 试样制备 .....	5
7.5 粘固材料的薄膜厚度的测量 .....	5
7.6 I 类和 III 类修复材料（粘固材料除外）的工作时间 .....	7
7.6.2 步骤 .....	8
7.6.3 结果判定 .....	9
7.7 I 类和 III 类粘固材料的工作时间 .....	9
7.7.1 器具 .....	9
7.7.2 步骤 .....	9
7.8 I 类和 III 类材料的固化时间 .....	10
7.8.1 测定 I 类和 III 类修复材料固化时间的器具 .....	10
7.8.2 测定 I 类和 III 类粘固材料固化时间的器具 .....	10
7.8.3 步骤 .....	10
7.9 II 类材料的环境光线敏感性 .....	11
7.9.1 器具 .....	11
7.9.2 步骤 .....	11
7.9.3 结果判定 .....	11
7.10 II 类材料（粘固材料除外）的固化深度 .....	11
7.10.1 器具 .....	11
7.10.2 步骤 .....	12
7.10.3 结果判定 .....	12
7.11 挠曲强度 .....	12

YY 1042—××××	
7.11.1 器具 .....	12
7.11.2 试样的制备 .....	13
7.11.3 步骤 .....	14
7.11.4 结果判定 .....	14
L ——两支撑圆柱间的距离，单位为毫米（mm），精确至±0.01mm； .....	14
b ——测试前，即刻从试样中央测量的试样宽度，单位为毫米（mm）； .....	14
<b>7.12 吸水值和溶解值</b> .....	14
7.12.1 器具 .....	14
7.12.2 试样制备 .....	15
7.12.3 步骤 .....	16
7.12.4 结果判定 .....	16
<b>7.13 色调以及照射和吸水后的颜色稳定性</b> .....	17
7.13.1 总则 .....	17
7.13.2 器具 .....	17
7.13.3 试样的制备 .....	17
7.13.4 步骤 .....	17
7.13.5 色调的对比 .....	17
7.13.6 颜色稳定性的比较 .....	17
<b>7.14 X 射线阻射性</b> .....	17
7.14.2 试样制备 .....	17
7.14.3 结果判定 .....	18
<b>8. 制造商提供的包装、标识、说明书和信息</b> .....	18
8.1 包装 .....	18
8.2 标识和使用说明书 .....	18
参考文献 .....	22

## 前 言

本文件按照 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定规则起草。

本文件代替 YY 1042-2011《牙科学 聚合物基修复材料》。与 YY 1042-2011 相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术内容变化如下：

- 修改 II 类材料的环境光线敏感性方法（见 7.9，2011 年版 7.9）；
- 删除粘固材料的固化深度要求（见 2011 年版 7.10 中涉及粘固材料的内容）；
- 包装、标签、说明书中增加产品成分（见 8.3）；且删除原描述，改为表 4（见 8.2，2011 年版 8.2、8.3、8.4）。
- 删除 5.1 生物相容性，将生物相容性的表述移到引言（见引言，2011 年版 5.1）。

本文件修改采用 ISO 4049:2019《牙科学 聚合物基修复材料》。

本文件与 ISO 4049:2019 在技术性差异及其原因如下：

- 删除 5.1 生物相容性，将生物相容性的表述移到引言。因该条款中无具体项目和要求。
- 第 5 条款的序号因 5.1 条的删除进行了相应更改。
- 表 4 第 29 项，聚合物基修复材料聚合收缩测试方法中增加了 YY/T 1599-2019《牙科学 聚合物基修复材料聚合收缩测试方法—激光测距法》。

**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。

本文件由北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心负责起草。

本文件主要起草人：

本文件历次版本情况：

- GB 11749-89
- YY 91042-1999
- YY 1042-2003
- YY 1042-2011

## 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 GB/T 16886.1 和 YY/T 0268。

# 牙科学 聚合物基修复材料

## 1 范围

本文件规定了牙科聚合物基修复材料的要求，该类材料是以适合于经机械混合、手工调和、或在口腔内和口腔外采用外部能量激活的形式提供的，主要用于牙齿的直接或间接修复和粘接。

本文件适用于的聚合物基粘固材料是指用于修复体和修复装置，如嵌体、高嵌体、贴面、冠和桥的粘固或固位的材料。

本文件不适用于材料中含有粘接性成分的聚合物基粘固材料(见 ISO/TS 16506)、用于预防龋齿的牙科聚合物基材料【见 YY 0622 (ISO 6874)】、桩核材料或用于金属基底上的贴面材料【见 YY 0710 (ISO 10477)】。

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

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

YY/T 0631-2008 牙科材料——色稳定性测定 (ISO 7491-2000, IDT)

YY/T 1599-2018 牙科学 聚合物基修复材料聚合收缩测试方法—激光测距法

YY/T 1646-2019 牙科学 测定材料的 X 射线阻射性试验方法 (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)

ISO 17304: 2013 牙科学 聚合收缩: 聚合物基修复材料聚合收缩测试方法

## 3 术语和定义

GB/T 9937 界定的以及下述的术语和定义适用本文件。

ISO 和 IEC 在以下地址维护用于标准化的术语数据库:

——ISO 在线浏览平台: 可在 <https://www.iso.org/obp>

——IEC Electropedia: 可在 <http://www.electropedia.org/>

### 3.1

遮色 Opaque

一种高度着色、低透明度的聚合物基修复材料色调。

### 3.2

外包装 outer pack

将多个单剂量容器或胶囊组合在一起的包装。

### 3.3

最外层包装 outmost packaging

将材料和附加物品包括使用说明以及随材料提供的任何配比或混合装置组合在一起的包装。

### 3.4

YY 1042—××××

容器 container

胶囊 capsule

材料的初级包装。

## 4 分类

### 4.1 类型

本文件中牙科聚合物基修复材料分为以下几种类型。

I 型：制造商声称适用于涉及到牙合面修复的聚合物基修复材料；

II 型：除 I 型外的其它聚合物基修复材料和粘固材料。

### 4.2 类别

牙科聚合物基修复材料分为以下三类。

—— I 类：通过调和引发剂和促进剂，使其固化的材料（自固化材料）

——II 类：通过外部能源如蓝光或加热，使其固化的材料（外部能量激活材料，见表 4，第 9 和 20 项）

它又可分为以下两组：

1) 1 组：需要在口腔内完成能量激活的材料。

2) 2 组：需要在口腔外完成能量激活的材料。固化完成后材料再粘固就位。

制造商可能声称一些材料同时归属于 1 组和 2 组。此时，该类材料应同时满足两组的要求。

注：II 类粘固材料仅归属于 1 组。

——III 类：材料可以通过外部能量使其固化，同时又具有自固化机制的材料（双重固化材料）。

## 5 要求

### 5.1 理化性能

#### 5.1.1 一般要求

若制造商提供多种色调的修复材料，每种色调，包括遮色剂在内的材料，均应能满足相应型号和类别中材料对环境光线敏感性(5.1.7)、固化深度(5.1.8)、色调(5.2)和颜色稳定性(5.3)的各项要求。若所提供材料可以根据使用者的要求进行“着色”或“混合”，则该材料在单独使用和与按最大推荐比例的“着色剂”调色或“混合”后的材料，均应符合要求（见表 4，第 19 项）。粘固材料的固化深度(5.1.8)不必测试。

除制造商声称材料具有颜色稳定性外，粘固材料无需测试色稳定性(5.3)。

对于 5.1 中的其它要求和 5.4，应仅测试修复材料的一个代表性色调的材料。该代表性色调应是制造商归类为“通用”的材料，或若无此种归类，则以 Vita®<sup>①</sup>颜色分类中“A3”色调作为代表性色调。然而，如果制造商声称其他颜色具有更高的 X 线阻射性（见 5.4 和表 4，第 28 项），则应对此声明进行测试。

性能要求总结在表 1、表 2 和表 3 中。

#### 5.1.2 粘固材料的薄膜厚度

按照 7.5 测试，粘固材料的薄膜厚度不应大于制造商声称值 10μm 以上，且任何情况下薄膜厚度均不应大于 50μm。

#### 5.1.3 I 类和 III 类修复材料（粘固材料除外）的工作时间

按照 7.6 测试，I 类和 III 类修复材料（粘固材料除外）的工作时间应不小于 90s。

#### 5.1.4 I 类和 III 类粘固材料的工作时间

---

<sup>①</sup> Vita® 是 Vita Zahnfabrik ,H Rauter GmbH & Co K G, Postfach 1338, D-79704 Bad Saeckingen, Germany 的商品名。提供此信息只是为本标准的使用者的方便，而不构成本标准的条款。

按照 7.7 测试，材料应能形成薄层。在薄层形成过程中，其均匀性不应有可察觉的变化。

#### 5.1.5 I 类材料的固化时间

按照 7.8 测试，I 类修复材料（粘固材料除外）的固化时间应不大于 5min。I 类粘固材料的固化时间应不大于 10min。

#### 5.1.6 III 类材料的固化时间

按照 7.8 测试，III 类材料的固化时间应不大于 10min。

#### 5.1.7 II 类材料的环境光线敏感性

按照 7.9 测试，材料应保持物理均匀性。

#### 5.1.8 II 类材料的固化深度（粘固材料除外）

按照 7.10 测试，II 类修复材料（粘固材料除外）中制造商标明为遮色的材料，其固化深度应不小于 1mm，其它修复材料应不小于 1.5mm。

任何情况下，所有材料的固化深度都应不低于制造商规定值 0.5mm 以上。

#### 5.1.9 挠曲强度

按照 7.11 测定，聚合物基修复材料的挠曲强度应等于或大于表 1 规定的最小值。

表 1——挠曲强度

修复材料		挠曲强度 (MPa) 最小值
I 型	I 类	80
	II 类 1 组	80
	II 类 2 组	100
	III 类	80
II 型 (包括粘固材料)	I 类	50
	II 类 1 组	50
	III 类	50

#### 5.1.10 吸水值和溶解值

按照 7.12 测试：

a) 所有材料的吸水值应 $\leq 40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

b) 所有材料的溶解值应 $\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

#### 5.2 修复材料的色调

按照 7.13 和 YY/T 0631 测试，固化后材料的色调应与制造商提供的比色板紧密匹配。如果制造商未提供比色板，则制造商应指定一个可用的商品比色板，用于评价是否符合该项要求（见表 4，第 13 和第 25 项）。另外，不用放大镜肉眼观察，固化后的材料应着色均匀。

#### 5.3 照射和吸水后的色稳定性

按照 7.13 和 YY/T 0631 测试，材料的色泽只能有轻微的变化。对于粘固材料的色稳定性，仅在制造商声称材料具有色稳定性时，才予以测试。此时按照 7.13 和 YY/T 0631 测试，其色泽只允许有轻微的变化。

#### 5.4 X 射线阻射性

5.4.1 若制造商声称材料具有 X 射线阻射性（见表 4，第 16 和第 28 项），按照 7.14 测试，其 X 射线阻射性应等于或大于与材料同等厚度的铝板，并且不小于制造商声称值 0.5mm 以上。

5.4.2 本试验应使用“通用”色调的材料（见 5.1.1），但如果制造商家声称一种或多种其他色调材料的 X 射线阻射性值至少为“通用”色调材料的两倍时，则该色调或该多个色调材料应该按照 5.4.1（见表 4，第 28 项）进行测试。

注：铝具有与牙本质相当的 X 射线阻射性。因此等同于 1mm 铝的 X 射线阻射性的 1mm 材料，其 X 射线阻射性等同于牙本质的 X 射线阻射性。

表 2 修复材料（粘固材料除外）的理化性能要求（挠曲强度最小值见表 1）

材料类别	要 求（条款号）				
	工作时间 (5.1.3) s 最小	固化时间 (5.1.5、 5.1.6) min 最大	固化深度 <sup>a</sup> (5.1.8) mm 最小	吸水值 (5.1.10) $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 最大	溶解值 (5.1.10) $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 最大
I 类	90	5 (5.1.5)	—	40	7.5
II 类	—	—	1(遮色材料) 1.5(其它)	40	7.5
III 类	90	10 (5.1.6)	—	40	7.5

<sup>a</sup> 所有材料的值均不应低于制造商规定值 0.5mm 以上。

表 3 粘固材料的理化性能

材料类别	要 求（条款号）				
	薄膜厚度 <sup>a</sup> (5.1.2) $\mu\text{m}$ 最大	工作时间 (5.1.4) s 最小	固化时间 (5.1.5, 5.1.6) min 最大	吸水值 (5.1.10) $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 最大	溶解值 (5.1.10) $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 最大
I 类	50	60	10 (5.1.5)	40	7.5
II 类	50	—	—	40	7.5
III 类	50	60	10 (5.1.6)	40	7.5

<sup>a</sup> 测试值不得大于制造商声称值 10 $\mu\text{m}$  以上。

## 6 取样

从同批号零售包装中抽取试验所需足够量样品，包括必要时重复试验所需样品。50g 应足够了。

## 7 试验方法

### 7.1 通用试剂——水，

试验用水应符合 GB /T 6682-2008 的 2 级水。

### 7.2 试验环境

除制造商另有规定外，全部试样制备和试验均应在 (23±2) °C 的环境内。在任何时候，均应将相对湿度控制在大于 30% 小于 70%。若为冷藏保存的材料，试验前应使其达到 (23±2) °C 。

III 类材料工作时间（见 7.6）和固化时间（见 7.8）的测定应在没有激活辐射的情况下进行。

环境中的自然光和人造光源均能激活这些材料。为了控制材料不被激活，试验宜在暗室内进行，任

何人造光源均宜经过黄色滤光片<sup>®</sup>过滤。

### 7.3 检查

肉眼观察应符合条款 8 的要求。

### 7.4 试样制备

II 类和 III 类材料试样的制备应按照制造商说明书（见表 4，第 20 项）中规定或推荐的用于被试材料的外部能源。并确保外部能量处于满足的工作状态（参见 YY 0055.1 和 YY 0055.2 获取指导）。

按照制造商说明书和 7.2 规定的试验环境，调和材料或用其它方法制备试样。

对测试时要求试样完全固化的试验（7.11~7.14），确保从模具中所取出的试样是均匀的非常重要。不用放大镜肉眼观察，试样中不应有裂隙、空腔、不连续或气泡存在。

一些聚合物基材料，尤其是某些粘固材料，对贱金属有化学亲合力，使得试样从金属模具中难以取出。因此，应注意制造商（见表 4，第 26 项）提供的有关这种特性的信息。若制造商声称材料有这种特性，则制备该类试样的模具应由非金属材料如高密度聚乙烯制成。

### 7.5 粘固材料的薄膜厚度的测量

#### 7.5.1 器具

7.5.1.1 两片玻璃板，正方形或圆形光学玻璃平板，每片玻璃板的接触面积为  $(200 \pm 25) \text{ mm}^2$ ，每片玻璃板厚度应均匀，且不小于 5mm。

7.5.1.2 加载装置，如图 1 所示，或等效装置，该装置能通过上玻璃板对试样垂直施加  $(150 \pm 2) \text{ N}$  的力。图 1 中加载头附在加载杆底端，其端面与底座平行且为水平。加载力应平稳施加且无旋转发生。

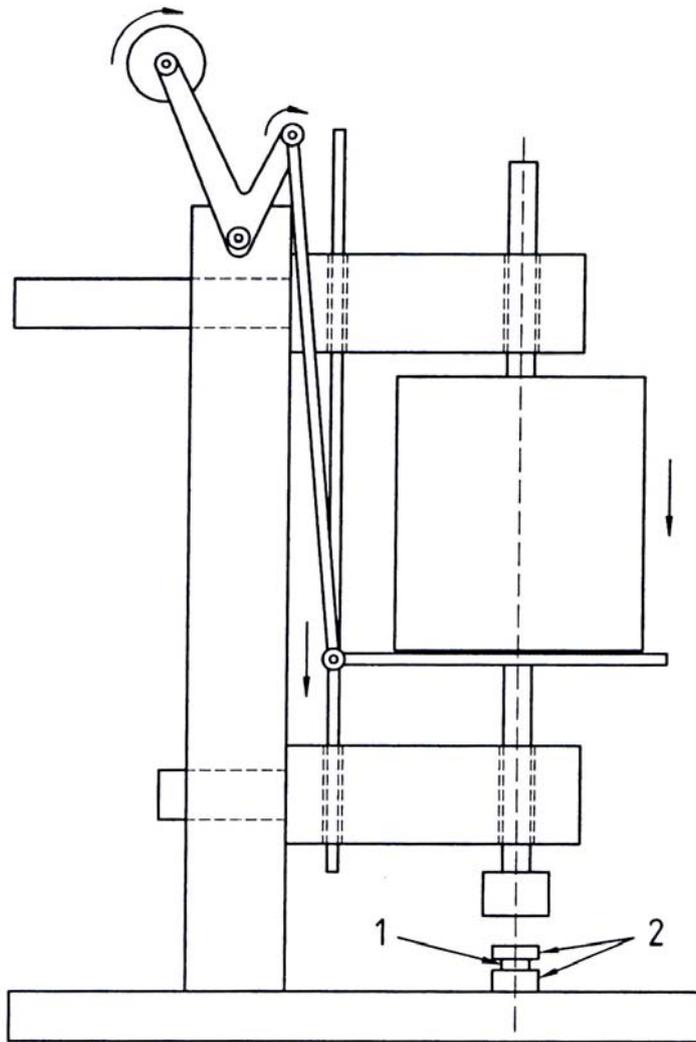
可用定位装置辅助玻璃板定位。对于圆形玻璃板，在定位装置的底盘上安装 3 个垂直定位销；对于正方形玻璃板，用 4 个定位销来定位（见图 2）。

7.5.1.3 外部能源（用于 II 类和 III 类材料），采用制造商推荐的，用于被试材料。

7.5.1.4 千分表或等效测量器具，精度 0.001mm。

7.5.1.5 计时器，精度 1s。

<sup>®</sup> Lee Fliters, Andover, Hants, UK 的 Polyester Filter101（聚酯滤光片 101），是合适的可用的商品产品举例。此信息知识为方便本标准的使用者，但 ISO 并不对该产品承担保证的义务。替代品是截止波长高于 525nm 的长通滤波器。



标引序号说明:

1——试样

2——玻璃板 (7.5.1.1)

图1 薄膜厚度试验加荷装置 (见 7.5)

## 7.5.2. 试验步骤

### 7.5.2.1 预备阶段

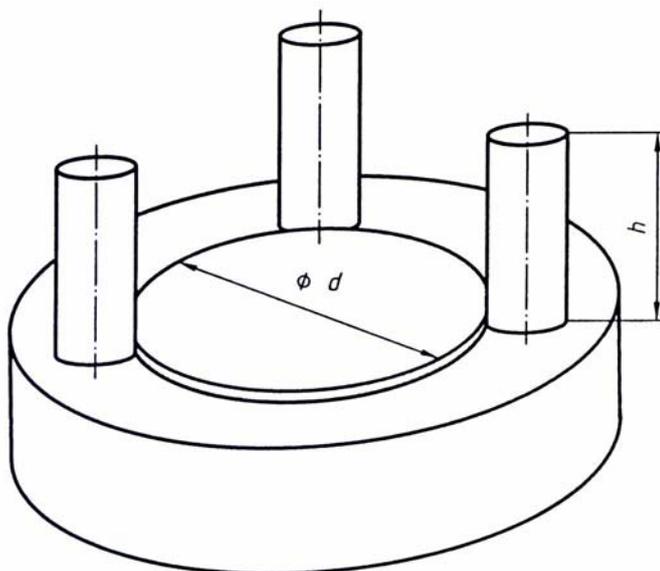
用千分表 (7.5.1.4) 测量两光学玻璃板 (7.5.1.1) 紧密接触时组合的厚度, 测量精确至 0.001mm (读作 A)。移开上玻璃板, 将按照制造商说明书制备的试验材料 0.02ml~0.10ml 放置在下玻璃板中心, 将下玻璃板置于加荷装置下方的平台上, 并使加载头 (7.5.1.2) 对准下玻璃板中心位置。将上玻璃板沿原测量方向放置在试验材料的中央。定位销 (图 2) 有助于玻璃板定位。

根据材料的黏度不同, 完全填充玻璃板之间的空间所需的材料体积也不同。可经过预试验确定合适的体积。

### 7.5.2.2 I 类材料

在 I 类材料调和后  $(60 \pm 2)$  s 时, 通过上玻璃板, 沿垂直方向向试样中心施加  $(150 \pm 2)$  N 力, 并保持  $(180 \pm 10)$  s。确保试验材料完全充满两玻璃板之间的空间。至少在调和开始 10min 后, 将其从加载装置上移出, 从两玻璃板中央测量两玻璃板及试样薄膜总厚度 (读作 B)。

记录读数 A 和读数 B 的差值，精确到  $1\mu\text{m}$ ，作为粘固材料的薄膜厚度。  
上述试验共进行 5 次。



注 1: 直径  $d$  略微超过玻璃片直径。

注 2: 销钉的高度  $h$  是单片玻璃板厚度的 1.5 倍。

图 2 玻璃板定位装置（见 7.5）

#### 7.5.2.3. II 类和 III 类材料

在 II 类材料取出或 III 类材料调和后，立即通过上玻璃板，沿垂直方向向试样中心施加  $(150\pm 2)\text{N}$  的力，保持  $(180\pm 10)\text{s}$ 。确保试样能完全充满两玻璃板之间的空间。卸下载荷，立即通过上玻璃板中央对试样进行照射，照射时间为推荐光照时间的两倍。

注：照射的目的不是要使材料全部固化，而是稳定试样便于测量。

对 II 类和 III 类材料照射后，将玻璃板从加载装置上移出，从玻璃板中央测量两玻璃板及试样薄膜的总厚度（读作 B）。

记录读数 A 和读数 B 的差值，精确到  $1\mu\text{m}$ ，作为粘固材料的薄膜厚度。

上述试验共进行 5 次。

#### 7.5.3 结果判定

记录薄膜厚度，并报告如下：

a) 若至少有 4 个值  $\leq 50\mu\text{m}$ ，则材料符合 5.1.2 的第一要求（即任何情况下薄膜厚度均不应大于  $50\mu\text{m}$ ）。

b) 若有 3 个或 3 个以上的值  $> 50\mu\text{m}$ ，则材料不符合要求。

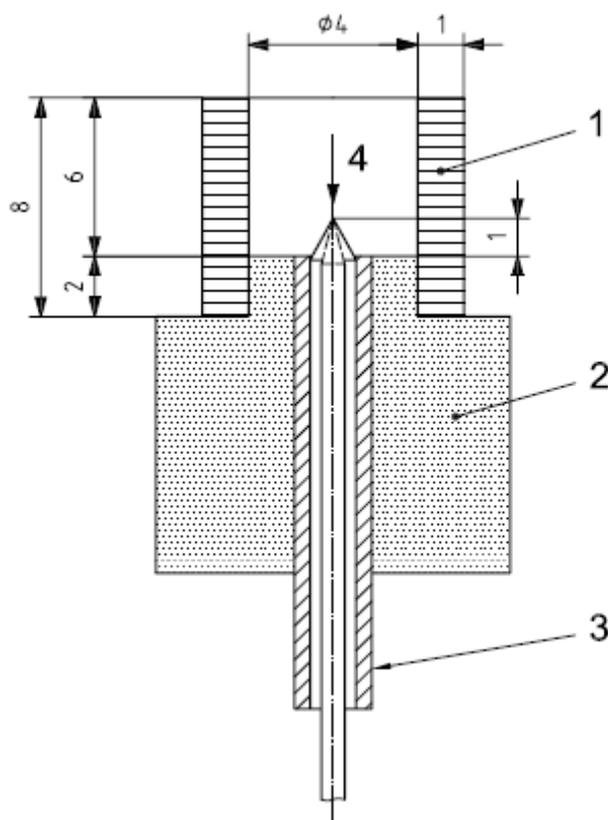
c) 若只有 3 个值  $\leq 50\mu\text{m}$ ，则应重复整个试验。第二次试验中，若有 1 个或 1 个以上的值  $> 50\mu\text{m}$ ，则材料不符合要求。

d) 若制造商对薄膜厚度有特定的声称值，则 5 个测试值中至少有 4 个不大于声称值  $10\mu\text{m}$  以上，则材料符合 5.1.2 的第二要求（即粘固材料的薄膜厚度不应大于制造商声称值  $10\mu\text{m}$  以上）。

### 7.6 I 类和 III 类修复材料（粘固材料除外）的工作时间

#### 7.6.1 器具

7.6.1.1 热电偶装置，如图 3 所示。



标引序号说明：

- 1——聚乙烯管
- 2——聚酰胺块
- 3——不锈钢管
- 4——热电偶圆锥测头

图3 工作时间和固化时间测定器具（见 7.6, 7.8）

该器具组成如下：一根高密度聚乙烯（或类似材料）管（1），安装于聚酰胺或类似材料块（2）上，聚酰胺块的孔中插入一个不锈钢管（3），不锈钢管中装有一个性能稳定的热电偶（4）。

管（1）长 8mm，内径 4mm，壁厚 1mm。聚酰胺块（2）与管（1）连接部分的直径为 4mm，高为 2mm。二者组合后形成一个高 6mm、直径 4mm 的试样槽。为了便于试验后试样的取出，热电偶（4）的顶部做成圆锥状，嵌入试样槽底部 1mm。上述尺寸的公差为  $\pm 0.1\text{mm}$ 。

热电偶丝由直径  $(0.20 \pm 0.05)\text{mm}$ 、能指示试样固化过程中温度变化的材料（例如，铜/康铜）制成，测温精度为  $0.1^\circ\text{C}$ 。将热电偶与一台记录温度的仪器（例如，伏特计或记录仪）连接，该仪器能记录温度达此精度。

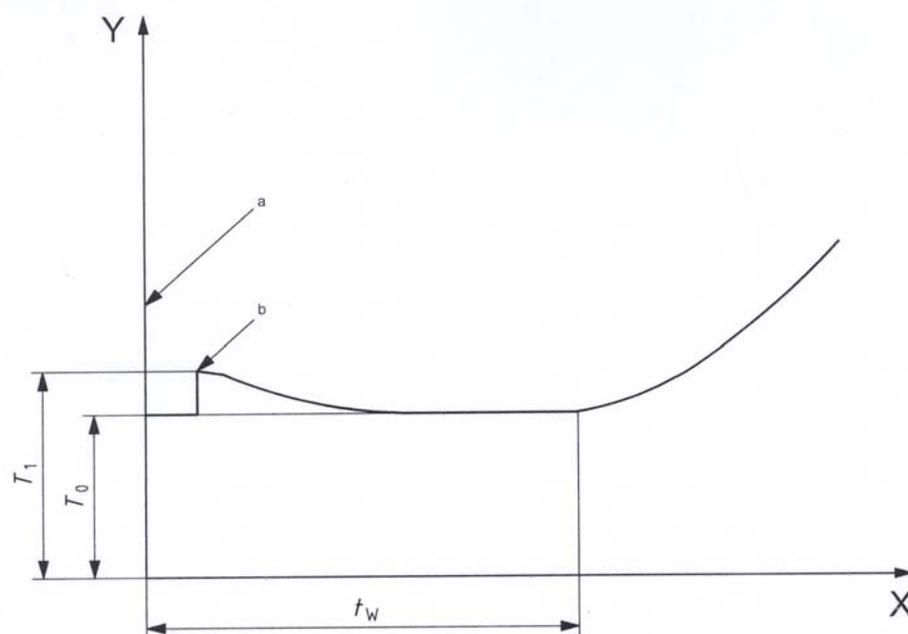
7.6.1.2 计时器，精度 1s。

#### 7.6.2 步骤

按照制造商的说明书（见表 4）准备试验材料，并从调和开始计时。将试样槽保持在  $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$  的环境中，自调和开始 30s 时，将调和后的材料放入试样槽中，记录材料的温度  $T_0$ 。保持器具（7.6.1.1）在  $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，并持续记录材料的温度直至温度超过最高值。

图 4 为典型的记录曲线。一旦材料放入试样槽，温度立刻轻微上升至  $T_1$ ，然后下降直至稳定在  $T_0$ ，随后温度又开始上升。温度开始上升的点，表示固化反应开始，即工作时间的结束。由  $(T_0 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  作一条水平基线，水平基线与曲线上升段的交点所对应的时间即为工作时间  $t_w$ 。测试结果与温度密切相关，在允许的温度范围内的微小温度变化即可造成试验结果有几秒钟的差异。从调和开始至温度开始上升的时间记为工作时间  $t_w$ 。

上述试验共测试 5 次。



标引序号说明：

- X ——时间
- Y ——温度
- a ——开始调和
- b ——填入

图 4 工作时间的测定（见 7.6.2）

注：本示意图表明  $T_0$  为材料填入时的温度， $T_1$  为材料填入后温度立即轻微上升后的温度。温度开始上升的点是固化反应的开始即工作时间  $t_w$  的结束。

### 7.6.3 结果判定

记录工作时间，并报告如下：

- a) 若至少有 4 个测得的时间  $\geq 90\text{s}$ ，则材料符合 5.1.3 的要求。
- b) 若有 3 个或 3 个以上时间  $< 90\text{s}$ ，则材料不符合要求。
- c) 若只有 3 个时间  $\geq 90\text{s}$ ，应重新试验。在第二次试验中，有 1 个或 1 个以上的结果  $< 90\text{s}$ ，则材料不符合要求。

## 7.7 I类和III类粘固材料的工作时间

### 7.7.1 器具

#### 7.7.1.1 2片玻璃载玻片

#### 7.7.1.2 计时器，精度为 1s

### 7.7.2 步骤

在完成调和 60s 时，将质量约 30mg 的材料球形团块放在第一个载玻片上（7.7.1.1），立即再将第二个载玻片放在材料上并以剪切动作压挤，使材料形成薄层。

肉眼观察材料是否物理均匀。

注：在该试验中，若材料已开始固化，在薄层形成时，试样会出现裂隙和空隙。对于快速固化的材料，黏度的增加会影响薄层的形成。

再重复上述试验两次。每次试验使用新的样品。记录 3 次试验的结果。

### 7.7.3 结果判定

肉眼观察，若 3 个试样都能保持物理均匀性并形成薄层，则材料符合 5.1.4 的要求。

## 7.8 I 类和 III 类材料的固化时间

### 7.8.1 测定 I 类和 III 类修复材料固化时间的器具

7.8.1.1 热电偶测试器具，见 7.6.1.1 的规定。

### 7.8.2 测定 I 类和 III 类粘固材料固化时间的器具

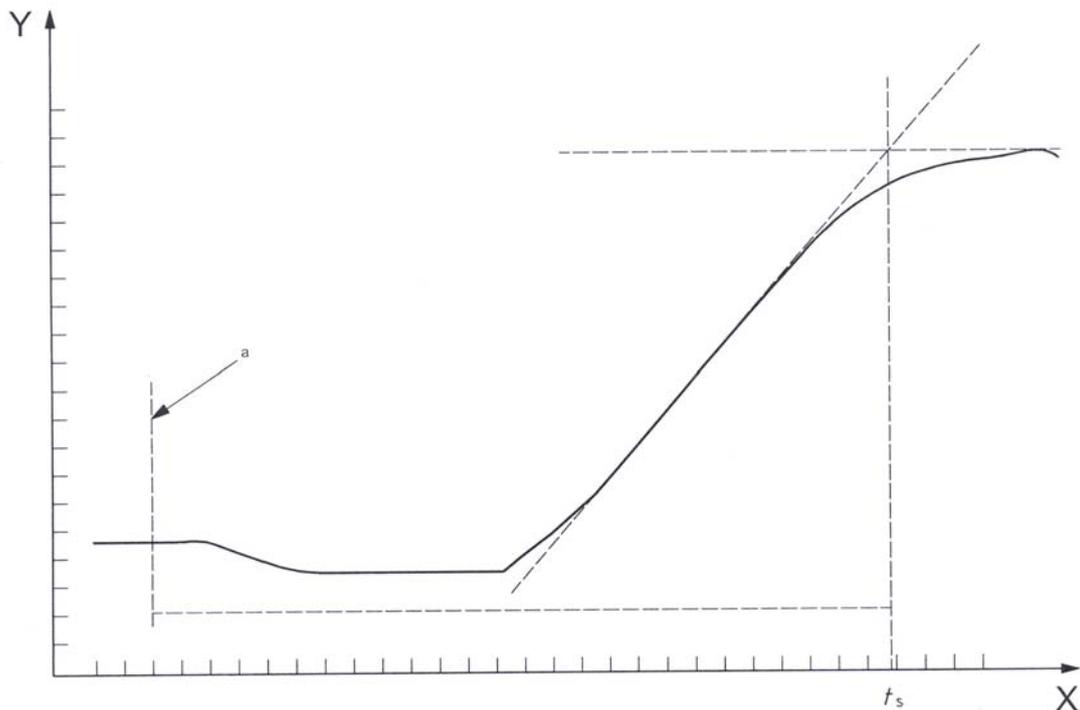
7.8.2.1 热电偶测试器具，见 7.6.1.1 的规定，除管（1）的长度改为 6mm，因此形成的试样槽高度为 4mm 外，其它尺寸同 7.6.1.1 的规定。

### 7.8.3 步骤

除试验器具（7.8.1）保持在温度为  $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$  的环境中，其余同 7.6.2 的规定。

测量从开始调和至温度达到最大值平台的时间（见图 5）。由曲线的最大值平台反向延长线与温度直线上升的延长线的交点所对应的横坐标，记为固化时间  $t_s$ 。

上述试验共测试 5 次。



标引序号说明：

X ——时间

Y ——温度

a ——调和开始

注：从曲线最大值平台处做反向延长线与其温度直线上升部分的延长线的交点，得到固化时间  $T_s$ 。

图 5 固化时间测定方法（见 7.8）

### 7.8.4 结果判定

记录固化时间，参照表 2 或表 3，对应的各类材料报告如下：

a) 若至少有 4 个测得的时间不超过表 2 或表 3 中相应材料的规定时间，则材料符合 5.1.5 或 5.1.6 的要求。

b) 若有 3 个或 3 个以上测得的时间超过表 2 或表 3 中相应材料的规定时间，则材料不符合 5.1.5 或 5.1.6 的要求。

c) 若只有 3 个时间不超过表 2 或表 3 中相应材料的规定时间，应重新测试。在第二次试验中，若有 1 个或 1 个以上的时间超过表 2 或表 3 中相应材料的规定时间，则材料不符合 5.1.5 或 5.1.6 的要求。

## 7.9 II 类材料的环境光线敏感性

### 7.9.1 器具

7.9.1.1 氙灯，或等效光源，色温 5000K~7000K，并装有紫外线滤光片。

紫外线滤光片由硼硅酸盐玻璃制成，300nm 以下透光率<1%，370nm 以上透光率>90%。

根据 ISO 9680 (YY/T 1120)，口腔灯的最佳色温为 4500 K~6400 K。氙灯光谱发射可能会随着时间的推移而发生改变，因此建议定期检查或更换。

7.9.1.2 中性密度滤光片，不改变氙灯波长的分布。

注：中性密度滤光片 (ND 滤光片) 是一种减光滤光片，可降低从氙灯发射的光强度，而无需对距离和电压进行显著调整。最初为相机准备的 ND 滤光片很容易获得。

7.9.1.3 2 片玻璃载玻片/盖玻片

7.9.1.4 照度计，能测量 (2900±200) lx 的照度，精度±100 lx。

7.9.1.5 高度可调节的工作台

7.9.1.6 无反射 (哑光) 的黑色罩，用于覆盖照度计。

可以防止从照度计的测量池的反射光对试样观察的干扰。

7.9.1.7 计时器，精度为 1s。

### 7.9.2 步骤

注：本试验的目的是确定在将材料放置于口腔内暴露于环境光线以及口腔灯下时，材料是否仍能保持可操作性。

在暗室中，将照度计 (7.9.1.4) 池放在已插入紫外线滤光片的氙灯 (7.9.1.1) 下。

开启氙灯后应留出足够的时间使其达到稳定的色温。

通过采用下面 a)、b) 或 c) 中描述的方法之一将照度调整到 (2900 ± 200) lx，不然就采用这些程序的任何组合。

a) 调节氙灯 (7.9.1.1) 与照度计 (7.9.1.4) 光线接收池之间的距离，使用高度可调节的工作台 (7.9.1.5) 将试样放置在该池中。

b) 减弱氙灯光源设备的电压。

c) 使用中性密度滤光片 (7.9.1.2)。

注：如果使用电压调整，请确保色温保持在指定范围内。

用无反射黑色罩 (7.9.1.6) 覆盖照度计池。将质量约 30mg 的材料团块放置在一片载玻片 (7.9.1.3) 上，然后移到照度计池的顶部，暴露于照射光下 (60±5) s。将载有试样的载玻片从照射区移出，立即用第二张载玻片以剪切动作压挤材料，形成一薄层。

肉眼观察材料质地是否物理均匀。

在该试验中，如果材料已开始固化，在薄层形成时，试样将会出现不连续性和空隙。将试样与未被照射的试样进行比较，有助于观察。

再重复上述试验两次，每次均使用新的试样。记录三次测试结果。

### 7.9.3 结果判定

肉眼观察，3 个试样的材料都能保持物理均匀性，则材料符合 5.1.7 的要求。

## 7.10 II 类材料 (粘固材料除外) 的固化深度

### 7.10.1 器具

7.10.1.1 不锈钢模具，用于制备长 6mm，直径 4mm 的圆柱形试样。如果制造商声称的固化深度超过 3mm，

YY 1042—××××

则模具的长度应比声称的固化深度的两倍再长至少 2 毫米。

为便于取出试样，可使用不干扰固化反应的脱模剂，例如，含 3% 聚乙烯醚蜡的己烷溶液。

7.10.1.2 **2 片载玻片/板**，每片的尺寸应能盖住模具的一侧。

可以使用标准的载玻片。

7.10.1.3 **白色滤纸**。

7.10.1.4 **薄膜**，可以透过照射光，厚度为  $(50 \pm 30) \mu\text{m}$ ，例如，聚酯。

7.10.1.5 **外部能源**，制造商推荐用于被试材料的能源(见表 4，第 20 项)。

7.10.1.6 **千分尺**，精度至少为 0.005mm。

7.10.1.7 **塑料刮刀**

7.10.2 **步骤**

将一片透明薄膜(7.10.1.4)放在载玻片(7.10.1.2)上，然后将模具(7.10.1.1)放在薄膜上。按照制造商的说明书制备材料，将材料填入模具中，注意排除气泡。将材料充填至稍溢出模具，然后将第二片透明薄膜放于模具顶部，再将第二片载玻片放于薄膜上。挤压两片载玻片(7.10.1.2)之间的模具和薄膜，以去除多余的材料。将模具放在滤纸(7.10.1.3)上，去除盖在上部薄膜上的载玻片。轻轻地将外部能源(7.10.1.5)的输出窗抵在薄膜上，使窗口的中心与样品的中心对齐。按照制造商推荐的，使遮色修复材料的固化深度至少达到 1.0mm 或所有其它材料固化深度至少达到 1.5mm 的照射时间对材料照射。

II 类 2 组材料的测试应在经主光源照射后进行，而不是在固化箱中处理后进行。

注：该测试旨在证明在成型阶段材料从单体转化为聚合物，以使材料能够从代型转移到固化箱中。

照射结束后，立刻将试样从模具中取出，并用塑料刮刀(7.10.1.7)去除未固化的材料。用千分尺(7.10.1.6)测试固化材料圆柱的高度，精确到  $\pm 0.1\text{mm}$ ，然后将测得的值除以 2。此值记作固化深度。

再重复上述试验 2 次。

7.10.3 **结果判定**

若测试的遮色修复材料的 3 个值都不小于 1.0mm，其它所有材料的 3 个值都不小于 1.5mm，则认为此材料符合 5.1.8 的第一要求。

若 3 个值都不小于制造商声称值的 0.5mm 以上，则材料符合 5.1.8 的第二要求。

7.11 **挠曲强度**

7.11.1 **器具**

7.11.1.1 **模具**，用于制备规格为  $(25 \pm 2) \text{mm} \times (2.0 \pm 0.1) \text{mm} \times (2.0 \pm 0.1) \text{mm}$  的试样，如不锈钢模具。可使用脱模剂(见 7.10.1.1)。合适的模具如图 6 所示。对金属亲和的材料制备参见 7.4 第 4 段。

7.11.1.2 **2 块金属板**，每块的面积足以能覆盖模具。对于 II 类和 III 类材料，聚合过程中应使用载玻片。

7.11.1.3 **小螺旋夹** 在试样制备过程中能向金属板加压。

试样制备过程中产生的误差对本试验结果影响较大，例如在制备难以充填的高黏度材料试样时，更易混入气泡或造成试样的不连续性。如果这类材料难以制备出满意的试样，则在试样制备时建议使用能对金属板施加 1000Kg 压力载荷的器具代替小螺旋夹。

7.11.1.4 **薄膜**，能透过照射光，厚  $(50 \pm 30) \mu\text{m}$ ，例如聚酯。

7.11.1.5 **白色滤纸**

7.11.1.6 **水浴**，温度能保持在  $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

7.11.1.7 **外部能源** (用于 II 类和 III 类材料)，制造商推荐的用于被试材料(见表 4，第 20 项)。

7.11.1.8 **千分尺**，精度为至少为 0.005mm。

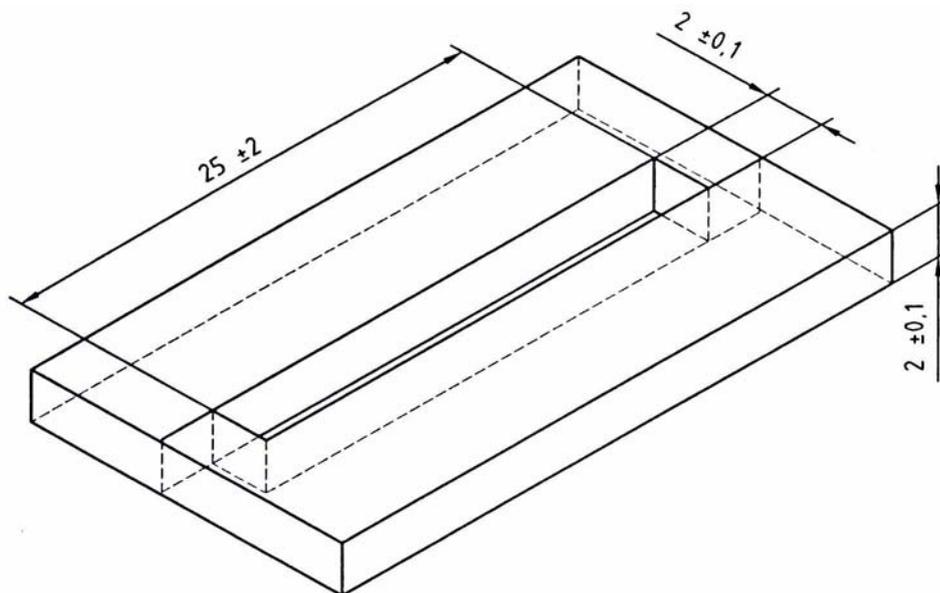


图6 制作挠曲强度试样的模具(见7.11)

7.11.1.9 力学**测试设备**,正确校准,以提供恒定的 $(0.75 \pm 0.25)$  mm/min 加载速度或 $(50 \pm 16)$  N/min 的加载速率。

挠曲强度测试设备主要由2个中心距为 $(20 \pm 0.1)$  mm、彼此平行的圆柱(直径2mm)和一个位于上述两圆柱中间与其平行的第三个圆柱(直径2mm)组成,3个圆柱组合能构成对试样的三点加载。

## 7.11.2 试样的制备

### 7.11.2.1 I类材料

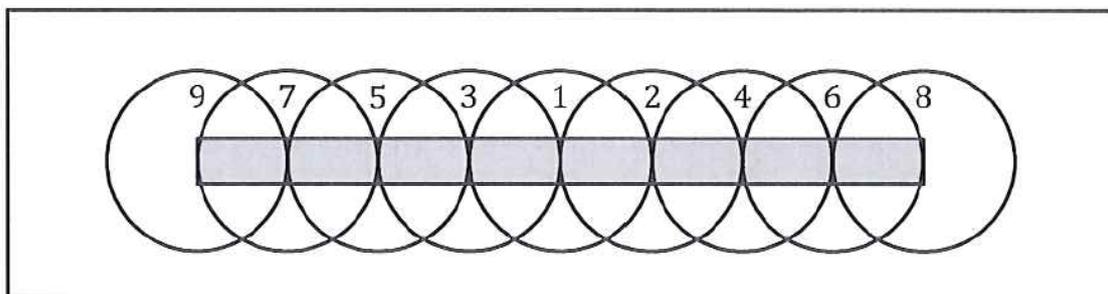
在一个金属板(7.11.1.2)上盖上海纸(7.11.1.5),再盖上聚酯薄膜(7.11.1.4),然后将模具(7.11.1.1)放在上面。按照制造商说明书制备材料,并在材料制备后立即尽可能均匀的充填入模具内至材料稍有溢出,并防止气泡或空隙混入。将第二张聚酯薄膜盖在模具中的材料上,再盖上第二块金属板。

用螺旋夹(7.11.1.3)压挤1min,去除多余的材料。达制造商推荐的固化时间时,将上述组件放入 $(37 \pm 1)$  °C的水浴(7.11.1.6)中。于调和开始后60min,分离模具并小心取出试样。肉眼观察试样是否有气泡、空隙或其它缺陷。如果所制备的试样有任何异常,应该弃掉该试样而重新制作新的试样。使用320目砂纸轻轻去除毛刺。将试样贮存在 $(37 \pm 1)$  °C的水(7.1)中,直至测试(7.11.3)开始。

共制备5个试样。

### 7.11.2.2 II类和III类材料

如7.11.2.1所述,将按照制造商说明书制备的材料填入模具内。II类1组和III类材料,用载玻片(7.11.1.2)替代模具上方的金属板,将外部能源(7.11.1.7)输出窗口对准试样中心并抵着载玻片。按照推荐的暴光时间照射试样。然后将光源输出窗口向中心位置的旁边移动半个输出窗口直径(覆盖前面照射部位半个输出窗口),照射适当时间。然后按上述步骤照射中心位置的另一侧,不断重复上述过程直至试样全长均按推荐的照射时间被照射。对试样的另一面,重复上述照射步骤(见图7)。将组件放置在 $(37 \pm 1)$  °C的水浴槽中15min。然后,从模具中取出试样并小心用320目砂纸轻轻去除毛刺。将试样贮存在 $(37 \pm 1)$  °C的水(7.1)中直至测试开始(7.11.3)。



注：示意图中外部能源的输出窗口直径是7mm。

图7-制备挠曲强度试样照射区重叠示意图

对于 II 类 2 组材料，使用制造商说明书推荐的外部能源（见表 4，第 20 项）。如果说明书中要求在试样放入外部能源装置之前需用蓝光进行预照射，应按照上面（1 组材料）所述的有关程序的规定去照射。从模具中取出试样并用 320 目砂纸小心轻轻去除毛刺。然后直接放入外部能源装置中。固化后，从装置中取出试样，贮存在 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的水（7.1）中直至开始测试（见 7.11.3）。

若在将试样放入外部能源装置前不需要预照射，则将试样和模具一同放入外部能源装置中进行固化。固化后，从模具中取出试样。并用 320 目砂纸小心轻轻的去掉飞边。将试样贮存于 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的水（7.1）中至开始测试（见 7.11.3）。

制备 5 个试样。

### 7.11.3 步骤

从试样中央测量试样的尺寸，精确到 0.01mm。将试样放置在挠曲强度测试设备上（7.11.1.9）。

调和开始后（I 类材料）或照射后（II 类和 III 类材料）24h 时，以 $(0.75 \pm 0.25)\text{mm}/\text{min}$ 的加载速度或 $(50 \pm 16)\text{N}/\text{min}$ 的加载速率对试样加载，直至试样达到屈服点，或者如无屈服点，达到断裂。

记录试样达到屈服点或断裂点时施加的最大载荷。

对其它 4 个试样重复上述试验。

### 7.11.4 结果判定

应用下式（1）计算挠曲强度， $\sigma$ ，单位：MPa：

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2} \quad (1)$$

式中

$F$  ——施加于试样上的最大载荷，单位为牛顿（N）；

$L$  ——两支撑圆柱间的距离，单位为毫米（mm），精确至 $\pm 0.01\text{mm}$ ；

$b$  ——测试前，即刻从试样中央测量的试样宽度，单位为毫米（mm）；

$h$  ——测试前，即刻从试样中央测量的试样厚度，单位为毫米（mm）。

结果报告如下：

a) 若至少有 4 个结果等于或大于表 1 中的限值，则材料符合 5.1.9 的要求。

b) 若有 3 个或 3 个以上结果小于表 1 中的限值，则材料不符合要求。

c) 若仅有 3 个结果等于或大于表 1 中所述的限值，应重复整个试验。在第二次试验中，5 个试验结果均等于或大于表 1 中的限值，则材料符合 5.1.9 的要求。

## 7.12 吸水值和溶解值

### 7.12.1 器具

7.12.1.1 模具，内径尺寸为直径 $(15.0 \pm 0.1)\text{mm}$ 、深度 $(1.0 \pm 0.1)\text{mm}$ ，用于制备试样圆片。

开口环形模具或“垫圈”模具是适用的。若制备与金属亲合的材料，参见 7.4 第 4 段。

为便于试样从模具中取出，可使用不干扰固化反应的脱模剂，如含 3% 聚乙烯醚蜡的己烷溶液。

7.12.1.2 薄膜，能透过照射光，例如  $(50 \pm 30) \mu\text{m}$  厚的聚酯。

7.12.1.3 2 片金属片，面积足够能盖住模具。

II 类和 III 类材料，在聚合过程中使用玻璃载玻片。

7.12.1.4 2 个保干器，装有根据硅胶制造商的说明新鲜干燥的硅胶。每次恒重后（每个称重序列后），用重新干燥的硅胶替换原来的硅胶。

7.12.1.5 外部能源（用于 II 类和 III 类材料），制造商推荐的用于被试材料（见表 4，第 20 项）。

7.12.1.6 恒温箱，温度能保持在  $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$ 。

7.12.1.7 分析天平，精度为 0.05mg，满足试验所需量程。

7.12.1.8 千分尺，精度至少为 0.005mm。

7.12.1.9 模具夹

7.12.1.10 塑料镊子

为了避免污染试样，试验全程都用镊子夹取试样。

7.12.1.11 手动除尘气球或带喷嘴的无油空气压缩机。

7.12.1.12 计时器，精度 1s。

7.12.2 试样制备

7.12.2.1 I 类材料

将一片薄膜（7.12.1.2）盖在一块金属片（7.12.1.3）上，再将模具（7.12.1.1）放在上面。将按照制造商说明书制备的材料轻轻填入模具内至材料稍有溢出。将第二张薄膜盖在模具中的材料上，再盖上第二个金属板，从而去除多余的材料。

用模具夹固定模具组件并立即将其放入保持在  $(37 \pm 2) ^\circ\text{C}$  的恒温箱（7.12.1.6）中。从调和开始 60min 时，将试样从模具中取出，注意避免表面污染。修整试样周边，去除毛刺和不规则物。手持试样，使试样的周边抵在不旋转的研磨台上的 1000 目砂纸上，旋转试样，使试样的边缘得以修整。肉眼观察，试样的周边应光滑。用压缩空气喷嘴或手持除尘气球（7.12.1.11）吹掉碎屑。修整后试样的直径应  $\geq 14.8\text{mm}$ 。

用同样方法制备 5 个试样。

7.12.2.2 II 类和 III 类材料

如 7.12.2.1 所述，将按照制造商说明书制备的材料填入模具内。去除多余的材料后，去除金属板，保留薄膜，并换上玻璃载玻片。对于 II 类 1 组和 III 类材料，将外部能源（见 7.12.1.5）的输出窗口抵在玻璃载玻片（见 7.12.1.3）上。按照推荐的照射时间照射试样的该部分。移动输出窗口，照射其他部分，并使其每次照射部位与前一次照射部位有部分重叠。继续此操作，直至整个试样均按推荐的时间照射。将模具翻转，去除另一片金属片换上载玻片。以与试样第一个面同样的方法对试样的第二个面进行照射。

为了有效地进行重叠照射，需有一个模板；照射次数取决于光源输出窗口的直径。图 8 是模板的示例。外部能源头的直径是 7mm。

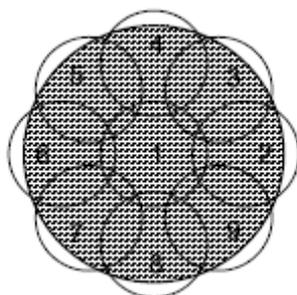


图 8 制备吸水值试样照射区重叠示意图（见 7.12）

照射后，立即将试样及模具放入保持在 $(37\pm 2)^\circ\text{C}$ 的恒温箱（7.12.1.6）中。在照射开始后 15min，将试样从模具中取出，并按照 7.12.2.1 所描述的方法修整试样的边缘。

用同样方法制备 5 个试样。

对于 II 类 2 组材料，使用制造商说明书推荐的外部能源（见表 4，第 20 项）。若说明书中要求试样在放入外部能源装置之前，需进行蓝光预照射，则应按照前面规定的步骤进行操作。从模具中取出试样并直接将其放入外部能源装置中。固化后，从外部能源装置中取出试样，并按照 7.12.2.1 所描述的方法修整试样的边缘。

若材料在放入外部能源装置前不需预固化，则将材料留在模具中固化。固化后，从模具中取出试样，并按照 7.12.2.1 所描述的方法修整试样的边缘。

制备 5 个试样。

### 7.12.3 步骤

7.12.3.1 将试样放入第一个保持在 $(37\pm 2)^\circ\text{C}$ 的保干器（见 7.12.1.4）中。22h 后取出试样，移入保持在 $(23\pm 1)^\circ\text{C}$ 的第二个保干器中，保存 2h 后称重，精确到 0.1mg。重复此循环直到获得恒定质量  $m$ ，即直到每个样品在任何 24 h 内的质量损失不超过 0.1 mg。

试样达到恒定质量约需 2~3 周。

7.12.3.2 最终干燥后，测量试样两个相互垂直的直径，精确至 0.01mm，计算平均直径。在试样中心以及圆周上等距的四个点测量样品的厚度，精确至 0.01mm，并求出平均厚度。根据平均直径计算面积，单位为  $\text{mm}^2$ ，再根据平均厚度计算体积  $V$ ，单位为  $\text{mm}^3$ 。

7.12.3.3 将试样浸入 $(37\pm 2)^\circ\text{C}$ 的水（7.1）中，放入保持在 $(37\pm 2)^\circ\text{C}$ 的恒温箱（7.12.1.6）中 7 天。使用隔离架以保证试样垂直放置且试样间隙至少为 3mm。每个试样浸泡用水的体积至少为 10ml。7d 后取出试样，用水（7.1）冲洗，吸去试样表面的水，至肉眼观察试样表面看不到水渍，在空气中晃动 15s。试样从水中取出后 1min 称重，记为  $m_2$ 。

7.12.3.4 称重后，按照 7.12.3.1 所述的方法，在保干器中再次调定试样使其达到恒定质量，记为  $m_3$ 。

### 7.12.4 结果判定

#### 7.12.4.1 吸水值

用下面公式（2）计算 5 个试样中每个试样的吸水值  $W_{\text{sp}}$ ，单位为  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ 。

$$W_{\text{sp}} = \frac{m_2 - m_3}{V} \quad (2)$$

式中

$m_2$  ——试样浸水 7d 后的质量，mg；（见 7.12.3.3）；

$m_3$  ——试样浸水后的恒定质量，mg；（见 7.12.3.4）；

$V$  ——试样体积， $\text{mm}^3$ ；（见 7.12.3.2）。

#### 7.12.4.2 吸水值试验结果判定

按下述报告吸水值结果：

a) 若至少有 4 个值  $\leq 40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ，则材料符合 5.1.10 中 a) 的要求。

b) 若有 2 个或 2 个以下试样值  $\leq 40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ，则材料不符合要求。

c) 若有 3 个值  $\leq 40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ，应重复整个试验。若在第二次试验中，全部结果  $\leq 40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ，则材料符合 5.1.10 a) 的要求。

#### 7.12.4.3 溶解值

用下面公式（3），计算 5 个试样中每个试样的溶解值  $W_{\text{s1}}$ ，单位为  $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ；

$$W_{sl} = \frac{m_1 - m_3}{V} \quad (3)$$

式中

$m_1$ ——试样浸水前恒定质量, mg (见 7.12.3.1);

$m_3$ ——试样浸水后的恒定质量, mg; (见 7.12.3.4);

$V$ ——试样体积,  $\text{mm}^3$ ; (见 7.12.3.2)。

#### 7.12.4.4 溶解值试验结果判定

按下述报告溶解值结果:

a) 若至少有 4 个值  $\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , 则材料符合 5.1.10 中 b) 的要求。

b) 若有 2 个或 2 个以下试样值  $\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , 则材料不符合要求。

c) 若有 3 个值  $\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , 应重复整个试验。若在第二次试验中, 至少有 4 个值  $\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ , 则材料符合要求。

注: 溶解值的测试需要一定的操作技术, 因此第二次测试的要求低于本文件其它项目的测试要求。溶解值体现了材料的质量。

### 7.13 色调以及照射和吸水后的颜色稳定性

#### 7.13.1 总则

通过样品吸水后氙灯照射与未照射样品相比较, 以及与干燥参比样品比较, 来显示材料的颜色稳定性。按照 YY/T 0631 进行此项试验。

#### 7.13.2 器具

7.13.2.1 恒温箱, 温度能够保持在  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

7.13.2.2 照射光源、水浴和其它器具, 见 YY/T 0631。

#### 7.13.3 试样的制备

I 类材料按 7.12.2.1 所述的方法, II 类和 III 类材料按 7.12.2.2 所述的方法, 各制备 3 个圆片状试样, 但省略对试样边缘修整步骤。

#### 7.13.4 步骤

- 试样 1: 从模具中取出后, 将一个试样贮存在黑暗、干燥、温度为  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$  的恒温箱 (7.13.2.1) 中保存 7d。此试样为参比试样。
- 试样 2: 从模具中取出后, 将一个试样浸在黑暗的  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$  恒温箱 (7.13.2.1) 中的水 (7.1) 内, 保存 7d。此试样用来反映单纯吸水后的颜色变化。
- 试样 3: 从模具中取出后, 将一个试样放在黑暗、干燥、温度为  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$  的恒温箱 (7.13.2.1) 中保存  $(24 \pm 2)\text{h}$ 。再从恒温箱中取出, 用铝箔或锡箔遮住试样的一半。将此试样浸在照射室 (7.13.2.2) 内的  $(37 \pm 5)^\circ\text{C}$  的水中, 暴露于照射光源照射 24h。确保水面比试样高  $(10 \pm 3)\text{mm}$ 。照射后, 去除金属箔, 再将试样放回  $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$  的恒温箱中, 在黑暗、干燥的环境中保存 5d。

#### 7.13.5 色调的对比

7d 后, 从恒温箱中取出湿试样 2, 用吸水纸将其吸干, 然后将其与制造商指定的比色板 (表 4, 第 25 项) 按照 5.3 和 YY/T0631 进行颜色对比。

#### 7.13.6 颜色稳定性的比较

7d 后, 从恒温箱中取出试样 1 和试样 3。将湿试样 2 (见 7.13.5) 与参比试样 1 的颜色比较。

比较试样 3 两个半圆之间的颜色, 并与试样 1 的颜色比较。

所有颜色比较均按照 5.3 和 YY/T 0631 进行。

### 7.14 X 射线阻射性

7.14.1 按照 YY/T 1646 进行试验。

#### 7.14.2 试样制备

I 类材料试样的制备参照 7.12.2.1, II 类和 III 类材料试样的制备参照 7.12.2.2。省略对试样边缘的修整步骤。试样圆片厚度为  $(1.0 \pm 0.1)\text{mm}$ 。

### 7.14.3 结果判定

按照 YY/T 1646(ISO 13116:2004 第 8 款)处理结果, 并确定 X 射线阻射性(等效铝板)值。

如果值(等效铝板厚度值)  $\geq 1\text{mm}$ , 则材料符合 5.4.1 的第一要求。

若制造商对材料的 X 射线阻射值有特殊声明(见表 4, 第 16 和 28 项), 则通过上述方法得出的等效铝板厚度值应不低于制造商声称值的 0.5mm 以上。

## 8. 制造商提供的包装、标识、说明书和信息

### 8.1 包装

材料应包装在容器或胶囊中, 容器或胶囊应对材料有充分的保护作用且对其内容物质量无不良影响。为了保护容器和胶囊, 并使多个容器和胶囊作为一个单独包装, 可采用外包装。

### 8.2 标识和使用说明书

适用时, 应将信息清楚地标明在最外层包装或容器(用于多剂量包装或胶囊)上, 如表 4 所示。

说明书应附在材料的每个包装中, 或以电子版方式提供, 并应包括表 4 中所示对材料适用的信息。

制造商可以自行决定或按法规要求提供表 4 以外的附加信息。

注: 表 4 包含几个可选项目, 作为制造商关于可能对牙医有用的信息类型的指南。

表 4 标识和和使用说明的要求(3-1)

标识和使用说明项目	最外层包装, 见 3.4	胶囊外包装, 见 3.3	胶囊(一次剂量)、注射器或瓶	制造商使用说明书
1 产品的商品名称或识别方式。	M	Ma	M	M
2 制造商的识别或名称。	M	Mb	OPT	M
3 制造商或负责销售国家的代理商的地址。	M	OPT	NA	M
4 制造商的网址。	OPT	OPT	NA	OPT
5 推荐的储存条件。	M	OPT	NA	M
6 由序列号或字母和数字组合组成的批号(批次标识), 是制造商对该特定批次材料的记录。	M	Ma	M	NA
7 如果在制造商推荐的条件下储存, 则根据 ISO 8601-1:2019 和 ISO 8601-2:2019 表示材料的失效期。	M	Mb	OPT	NA
8 材料的分类(见条款 4)	OPT	OPT	OPT	M
9 声明材料是化学活化、外部能量活化还是双重固化, 是在口腔内或在口腔外。	M	OPT	NA	M
10 以文字或符号表示的对患者和操作人员具有毒性、危险、可燃性或组织刺激性等性质的有害物质的存在。	OPT	OPT	NA	M
11 若产品是修复材料, 则标明“聚合物基牙科修复材料”, 或者产品是粘固材料, 则标明是“聚合物基粘固材料”。	M	OPT	NA	NA
12 每个容器和胶囊中材料的净质量。	M	Mb	OPT	OPT
13 若材料以一定色调范围的预着色方式提供, 则能够与制造商指定的比色板相对应的材料的色调或描述。	OPT	Ma	M	OPT
14 对于粘固材料, 要声明表示明制造商是否	OPT	OPT	NA	M

	声称颜色稳定性。				
15	对于修复材料，要声明该材料是否适用于咬合面修复。	OPT	OPT	NA	M
16	若材料符合 5.4 的要求，则标明“X 射线阻射”。	OPT	OPT	NA	M
17	无机填料颗粒的尺寸范围和总无机填料的体积百分比。	OPT	OPT	NA	M
18	临床使用的适应症。	OPT	OPT	NA	M
容器/标识/说明的组合： M-强制； Ma-当标识通过外包装清晰可辨时，此要求是可选的； Mb-当标识描述在胶囊、注射器或瓶子上，并且通过外包装可以清楚地识别时，此要求是可选的； OPT-资料性，可选； NA-不适用					

表 4-标识和和使用说明的要求（3-2）

标识和使用说明项目	最外层包装, 见 3.4	胶囊外包装, 见 3.3	胶囊（一次剂量）、注射器或瓶	制造商使用说明
19 各组分的调制和配比以及混合的说明，若适用，包括在不损害物理性能的情况下可以使用的最大调色和混合的比例。可以包括应该执行此操作的环境条件。	NA	NA	NA	M
20 对所有 2 类和 3 类材料推荐的外部能源和暴露/处理时间，对 2 类材料，在推荐的曝露外部能源后材料固化的深度（按 7.10 确定的）。信息应包括发射波长范围、有源聚合激活的辐照度和曝露时间。对于第 2 类材料，给出环境照明或口腔灯可能使聚合开始的警告。	NA	NA	NA	M
21 第 1 类和第 3 类材料的工作和固化时间，并且应给出将模具（成型夹）移除的时间，若该时间与固化时间不同。	NA	NA	NA	M
22 如果材料可能会造成牙髓刺激，若推荐，给出使用垫底或衬层的信息，或其他推荐的保护措施，以及是否任何垫底或衬层材料已知与含丁香酚的材料不相容的信息。	NA	NA	NA	M
23 推荐的修整的信息。	NA	NA	NA	M
24 任何药理活性成分，当材料中存在并在材料声称使用该成分时。	NA	NA	NA	M
25 为识别修复材料的预着色的色调，制造商应提供比色板或指定一款市售色板与材料一起使用。比色板应指示完全浸水饱和后	NA	NA	NA	M

	材料的颜色。对于粘固材料，该要求仅适用于声称颜色稳定性的情况。 如果不违反本文件的情况下未声明颜色稳定性，制造商可能会包含此类信息。				
26	粘固材料是否对金属具有化学亲和力。	NA	NA	NA	M
27	材料所使用的粘接剂和黏合剂的以及二者相容性的信息。	NA	NA	NA	M
容器/标识/说明的组合： M-强制； Ma-当标识通过外包装清晰可辨时，此要求是可选的； Mb-当标识描述在胶囊、注射器或瓶子上，并且通过外包装可以清楚地识别时，此要求是可选的； OPT-资料性，可选； NA-不适用					

表 4-标识和和使用说明的要求（3-3）

标识和使用说明项目		最外层包装, 见 3.4	胶囊外包装, 见 3.3	胶囊（一次剂量）、注射器或瓶	制造商使用说明
28	若声称 X 射线阻射，则应按照 7.14 和说明书中规定的值来测定。如果在其他射线阻射的色调中某些色调是射线不阻射的，则应予以说明。如果另一种或多种色调的射线阻射性值大于“通用”色调值的两倍，则应予以说明，并且制造商应定量或定性地说明此差异。 应包括对 X 射线阻射性值的解释，例如：铝具有与牙本质相当的射线阻射性。因此，1mm 的材料具有与 1 mm 铝板相当的射线阻射性，其射线阻射性与牙本质相当，而 2 mm 铝板与牙釉质相当。	NA	NA	NA	M
29	聚合收缩值可由制造商自行决定。若包含，则可使用 ISO 17304 或 YY/T 1646 确定。	NA	NA	NA	OPT
30	使用说明书公布日期	NA	NA	NA	M
容器/标识/说明的组合： M-强制； Ma-当标识通过外包装清晰可辨时，此要求是可选的； Mb-当标识描述在胶囊、注射器或瓶子上，并且通过外包装可以清楚地识别时，此要求是可选的； OPT-资料性，可选； NA-不适用					

### 8.3 组分声明

制造商应在使用说明中或通过安全数据表提供材料的组成，以及组成中 $\geq 1\%$ 质量分数（不考虑潜在危害）的成分，以及材料中存在的任何 $\geq 0.1\%$ （质量分数）被归类为致癌物、致突变剂或生殖毒性（CMR）的物质。

此清单应包括化学名称或其常用缩写，若适用的话，（例如 BisGMA ,HEMA, TEGDMA）。可以使用化学文摘社注册号（CAS 号）。

应提供每个列出的组分的质量百分比范围或按质量从最高浓度到最低浓度顺序的列表。

注：CMR 已在权威列表中被界定，例如由国际癌症研究机构（IARC）、国家毒理学计划（NTP）、美国政府工业卫生学家会议（ACGIH）、EC Annex VI CMR to Regulation (EC)1272/2008。

制造商可以自行决定是否包含其他信息。

## 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 0055.1 牙科—光固化机 第 1 部分：石英钨卤素灯
  - [3] YY 0055.2 牙科—光固化机 第 2 部分：发光二极管（LED）灯
  - [4] 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
  - [5] YY 0622 牙科树脂基窝沟封闭剂（YY 0622-2008，IDT ISO 6874：1988）
  - [6] YY 0710 牙科学 聚合物基冠桥材料（YY0710-2009，MOD ISO 10477:2004）
  - [7] ISO/TS 16506:2017 Dentistry — polymer-based luting materials containing adhesive components
-