

ICS 11.060.10

C 33

备案号:

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0710—XXXX

代替YY 0710-2009

牙科学 聚合物基牙冠和贴面材料

(Dentistry-Polymer-based crown and veneering materials)

(ISO 10477:2020, MOD)

(征求意见稿)

(本稿完成日期: 2023. 8. 17)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家药品监督管理局 发布

目 次

前 言	II
1 范围	4
2 规范性引用文件	4
3 术语和定义	4
4 分类	5
5 要求	5
5.1 概述	5
5.3 表面抛光性	6
5.4 挠曲强度	6
5.5 粘接强度	6
5.6 吸水值	6
5.7 溶解值	6
5.8 色泽一致性	6
5.9 色稳定性	6
6 取样	6
6.1 对所有试验	6
6.2 色泽一致性试验	6
6.3 色稳定性试验	7
7 测量和试验方法	7
7.1 一般要求	7
7.2 目视检查	7
7.4 表面抛光性	8
7.5 挠曲强度	8
7.6 粘接强度	10
7.8 色泽一致性和色稳定性	16
8 包装和标签	17
参考文献	19

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 0710-2009 《牙科学 聚合物基冠桥材料》，与 YY 0710-2009 版相比，除了编辑修改外，主要技术变化如下：

——删除“本文件不适用于直接牙体修复中所用的冠、贴面或修补的聚合物基材料”（见 1，2009 版 1）；

——删除对环境光线敏感性的要求以及相对应试验（见 2009 版 5.2 和 7.3）；

——在 2 型 1 类材料中增加预先固化的聚合物基牙冠和贴面材料（见第 4 章）；

——7.8（色泽一致性和颜色稳定性）中试样的要求有所变化（见 7.8.4；2009 版 7.9.4）；

——删除 5.1 生物相容性，将其移到引言。因该条款内容是参见引言（见 2019 版 5.1）；

本文件修改采用 ISO 10477:2020 《牙科学 聚合物基牙冠和贴面材料》，本文件与 ISO 10477:2020 的技术差异如下：

——删除 ISO 中 5.10 生物相容性，将其移到引言。因该条款内容是参见引言（见引言，2009 版 5.1）；

——在 2 型 1 类材料中增加预先固化的聚合物基牙冠和贴面材料（见第 4 章）；

——增加“但不得低于 5 MPa”（见 5.5.2，2019 版 5.6.2）；

——增加粘接强度试验方法 2 和图 4（见 7.6.2，2019 版 7.7.2 和图 5）；

——参考文献中将部分国际标准改为相应的国内标准。

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。

本文件由国家食品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。

本文件历次版本情况：

——YY 0170-2009

引 言

本文件中未包括证明无不可接受生物危害的具体定性和定量测试方法,但建议在评估可能的生物学危害时,参考 GB/T 16886.1 和 YY/T 0268。

牙科学 聚合物基牙冠和贴面材料

1 范围

本文件规定了聚合物基牙冠和贴面材料的分类和要求。同时也规定了用于确定是否符合这些要求的试验方法。

本文件适用于在技工室制作永久贴面或牙冠的聚合物基牙冠和贴面材料。也适用于制造商声称不需要借助宏观机械固位例如珠子或丝线即可与基底结构粘接的聚合物基牙冠和贴面材料。

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 4340.1 金属维氏硬度试验 第1部分：试验方法(GB/T 4340.1-2009, ISO 6507-1:2005, MOD)

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

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

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

GB 17168 牙科学 固定和活动修复用金属材料(GB 17168-2013, ISO 22674:2006, IDT)

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

3 术语和定义

ISO 1942 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 在以下地址用于维护标准化的术语数据库：

-ISO 在线浏览平台：<http://www.ISO.org/obp>

-IEC Electropedia:<http://www.Electropedia.org/>

3.1

聚合物基牙冠和贴面材料 polymer-based crown and veneering material

由可能含有单体、无机填料和/或聚合物填料的粉末和液体或糊状成份组成，聚合后适于制作永久牙贴面或牙冠。

注1：（材料）聚合是通过混合引发剂和催化剂（“自固化”材料）和/或通过外部能量激活[通过加热（“热固化”材料）、光激活材料、可见光（“光固化”材料）和/或通过紫外（UV）辐射]进行。

注2：用于技工室制造永久性贴面或牙冠的聚合物基牙冠和贴面材料可能会或可能不会附着于基底结构。

3.2

牙本质树脂 dentine resin

着色的并轻微半透明的聚合物基牙冠和贴面材料（3.1），用于模拟牙本质自然外观。

3.3

牙釉质树脂 enamel resin

半透明、轻微着色的聚合物基牙冠和贴面材料（3.1），覆盖于牙本质树脂外，模拟牙釉质自然外观。

3.4

牙颈部树脂 cervical resin

着色较深且轻微半透明的聚合物基牙冠和贴面材料（3.1），用于模拟牙齿颈部区域牙本质的自然外观。

3.5

遮色树脂 opaque resin（不透明树脂）

着色较深的聚合物基牙冠和贴面材料（3.1），薄层涂于下方材料上，目的是完全掩盖下方材料并与其粘接。

注 1：遮色树脂仅需满足 5.5 的要求。

4 分类

本文件将聚合物基牙冠和贴面材料按聚合活化体系分为以下几种类型：

——**1 型**：通过引发剂和促进剂的混合而固化的聚合物基牙冠和贴面材料（“自固化”材料）；

——**2 型**：通过外部能源的能量活化而固化的聚合物基牙冠和贴面材料（“外部能量激活”材料），例如加热和/或辐射（可见光或紫外线范围）；

——**1 类**：不含光聚合引发剂的聚合物基牙冠和贴面材料；包括预先固化的聚合物基牙冠和贴面材料；

——**2 类**：含有光聚合引发剂的聚合物基牙冠和贴面材料；

——**3 型**：通过混合引发剂和促进剂同时通过外部能源的能量引发聚合的聚合物基牙冠和贴面材料（“双固化”材料）

5 要求

5.1 概述

牙冠和贴面材料所需的测试取决于其分类中的型和类。

是否需要进行 5.2 至 5.9 所述具体试验见表 1。

表 1 试验项目

条款	性能	1 型	2 型		3 型
			1 类	2 类	
5.2	固化深度	—	—	+ ^a	—
5.3	表面抛光性	+ ^a	+ ^a	+ ^a	+ ^a
5.4	挠曲强度	+ ^a	+ ^a	+ ^a	+ ^a
5.5	粘接强度	+	+	+	+
5.6~5.9	吸水值，溶解值， 色泽一致性，色稳定性	+ ^a	+ ^a	+ ^a	+ ^a
“+”：需要测试； “—”：不需要测试； “ ^a ”：如果是遮色树脂，则不需要测试。					

5.2 固化深度

5.2.1 概述

应按照 7.3 进行试验。

5.2.2 2 型 2 类材料的固化深度

对于 2 型 2 类聚合物基牙冠和贴面材料，底面（下表面）的硬度应不小于顶面（上表面）硬度的 70%（见表 2）。

对于 1 型、2 型 1 类和 3 型材料，未规定要求。此要求对遮色树脂不适用。

5.3 表面抛光性

按照 7.4 抛光的试样，表面应光滑有光泽。

应按照 7.4 进行试验。此要求对遮色树脂不适用。

5.4 挠曲强度

挠曲强度应至少为 50MPa（见表 2）。此要求对遮色树脂不适用。

应按照 7.5 进行试验。

表 2 物理和化学性能要求

条款	性能	要求
5.2	固化深度	底面硬度 $\geq$ 顶面硬度的 70%
5.4	挠曲强度	$\geq 50\text{MPa}$
5.5.1	粘接强度	$\geq 5\text{MPa}$
5.5.2		$\geq$ 标示值的 80%
5.6	吸水值	$\leq 40\mu\text{g}/\text{mm}^3$
5.7	溶解值	$\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$

5.5 粘接强度

5.5.1 无宏观机械固位的特殊粘接系统

如果制造商建议使用无宏观机械固位的特殊粘接系统，则与基底材料的粘接强度应不小于 5MPa（见表 1 和表 2）。

应按照 7.6 进行试验。

5.5.2（粘接）强度高于 5 MPa

如果制造商声称粘接强度值高于 5MPa，则测得的粘接强度应不低于所声称值的 80%，但不得低于 5 MPa。

应按照 7.6 进行试验。

5.6 吸水值

固化的聚合物基牙冠和贴面材料的吸水值应不大于 $40\mu\text{g}/\text{mm}^3$ （见表 2）。

应按照 7.7 进行试验。此要求对遮色树脂不适用。

5.7 溶解值

固化的聚合物基牙冠和贴面材料在水中的溶解值应不大于 $7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ （见表 2）。

应按照 7.7 进行试验。此要求对遮色树脂不适用。

5.8 色泽一致性

不同批次(根据 6.1 和 6.2)固化后的聚合物基牙冠和贴面材料的颜色，与制造商指定的颜色应仅允许有轻微的差异。

应按照 7.8 和 YY/T 0631-2008 进行试验。此要求对遮色树脂不适用。

5.9 色稳定性

聚合物基牙冠和贴面材料的色泽只允许有轻微的变化。

应按照 7.8 和 YY/T 0631-2008 试验。此要求对遮色树脂不适用。

6 取样

6.1 对所有试验

根据试验目的，被试样品应从同批次的一个或多个包装中抽取一种选定颜色的足量（约 20ml）材料，以完成规定的试验，同时还应包括允许的、任何必要的重复试验的数量。

6.2 色泽一致性试验

用于色泽一致性试验（5.8 和 7.8）的样品的颜色应与 6.1 相同（约 1ml），但来自不同批次。

6.3 色稳定性试验

用于色稳定性试验（5.9 和 7.8）的样品应再另外选取两种颜色的材料。树脂试样的颜色应包含 3 种不同的颜色，每种颜色分别对应于牙釉质树脂、牙本质树脂和牙颈部树脂中的一种代表性颜色（每种约 1ml）。如果使用了不同的着色成分，则在颜色选择时应考虑其着色成分。

7 测量和试验方法

7.1 一般要求

7.1.1 试验环境

试样制备及检测均应在 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ ，相对湿度不低于 30% 的环境下进行。

7.1.2 水

除非另有说明，试验用水应符合 GB/T 6682-2008，3 级水的要求。

7.1.3 试样制备

对于 2 型和 3 型聚合物基牙冠和贴面材料试样的制备，应选择使用说明书[见第 9 章 p) 和 q)] 中规定的适用于被试样品的外部能源或多种能源。应注意确保能源处于功能状态。

按使用说明书调和或用其他方法制备聚合物基牙冠和贴面材料试样，试验环境符合 7.1.1。

只需满足能制备一个相应试样的量即可。

若试验（7.4~7.8）需要完全固化的试样，确保试样从模具中取出后是均匀的非常重要。无需放大目视检查，试样应无缺口、裂缝或混入气泡。

为便于取出试样，可使用不干扰固化反应的分离剂（例如：3%聚乙烯醚蜡己烷溶液）。

7.2 目视检查

目视检查，确定试样是否符合第 8 章和第 9 章的要求。7.8 中颜色的比对应根据 YY/T 0631-2008 进行。

7.3 固化深度

7.3.1 器具

7.3.1.1 开口环形模具，如图 1 所示，直径为 (15 ± 1) mm，高度为 (1 ± 0.1) mm。

7.3.1.2 两块板（例如抛光的金属或玻璃），尺寸约为 $20\text{mm} \times 20\text{mm} \times 5\text{mm}$ 。

7.3.1.3 照射光源，按照使用说明中推荐的。

7.3.1.4 硬度计，可测量 HV 0.5。

7.3.1.5 烘箱，设置在 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

7.3.1.6 薄细面布抛光轮，未缝合，18~36 层，直径为 70 mm~95 mm。

7.3.2 材料

7.3.2.1 白色滤纸

7.3.2.2 薄膜，无色、透明， (50 ± 30) μm 厚。

7.3.2.3 抛光剂，沉淀碳酸钙（ CaCO_3 ）。

7.3.3 步骤

在一块板（7.3.1.2）上覆盖一张白色滤纸（7.3.2.1），再盖一张薄膜（7.3.2.2），然后放上开口环形模具（7.3.1.1）。按使用说明书制备聚合物基牙冠和贴面材料，稍超填入开口环形模具中。用另一张薄膜和第二块板（7.3.1.2）覆盖聚合物基牙冠和贴面材料以及开口环形模具，并挤出多余的材料。移除上板，透过薄膜按使用说明书照射开口环模具中的试样。从开口环形模具中取出试样。根据使用说明打磨（湿磨）试样的两面并抛光。如果未指定程序，则使用平纹布轮（7.3.1.6）沾着抛光剂（7.3.2.3）以 (650 ± 350) m/min 的线速度（圆周速度）抛光，抛光时间不超过 1min。布轮外缘与缝合线或其他加强件之间至少保持 10 mm 距离。

用水冲洗，彻底清洁试样，吸干，目视检查表面是否符合 5.3 的要求。

注：直径为 70 mm 的抛光轮以 1500 r/min 转速旋转，其线速度为 330 m/min；直径为 100 mm 的抛

光轮以 3500 r/min 转速旋转，其线速度为 1100 m/min。

制备 3 个试样，将其保存在 (37±1) °C 的水中储存 (24±2) h。按 GB/T 4340.1-2009 对试样的上表面和下表面各进行 3 次硬度测试。

7.3.4 结果表达

每个试样每个表面的 3 个硬度值取平均值，作为该表面的硬度。

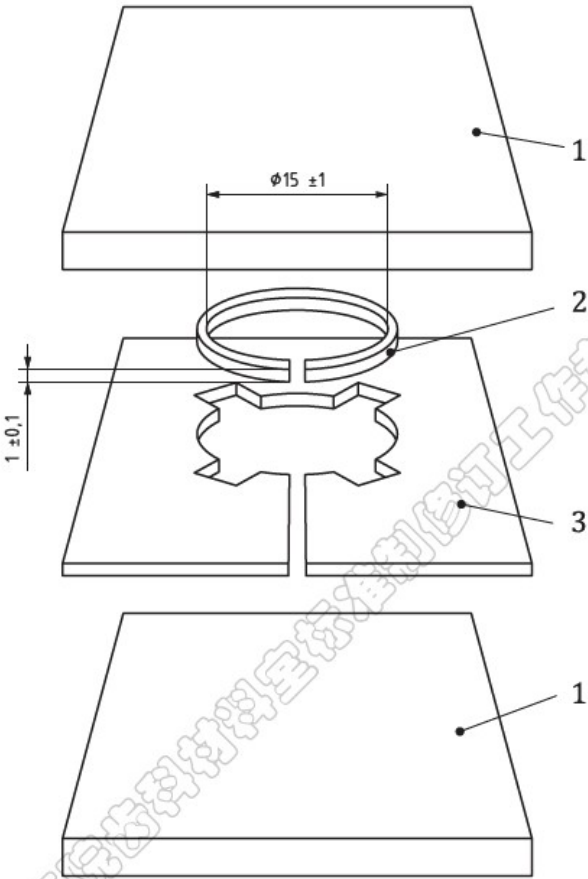
3 个试样的结果均应符合 5.2 的规定。否则聚合物基牙冠和贴面材料不符合 5.2 的要求。

7.4 表面抛光性

按 7.3.3 制备 1 个试样。对按照使用说明制备的试样进行抛光。如果未给出具体程序，则按照 7.3.3 中的说明进行抛光。

用水冲洗，彻底清洁试样，吸干，目视检查表面是否符合 5.3 的要求。

单位为毫米



标引序号说明：

- 1—— 玻璃或金属板；
- 2—— 开口环形模具；
- 3—— 固位板或成型夹。

图 1 用于制备固化深度、表面抛光、吸水值、溶解值、色泽一致性和色稳定性试样的模具

7.5 挠曲强度

7.5.1 器具

7.5.1.1 对开不锈钢模具，涂上分离剂（如 3% 聚乙烯醚蜡己烷溶液），如图 2 所示，置于合适的夹具上。

7.5.1.2 二块玻璃或金属板，约 30mm×30mm×2mm。

7.5.1.3 小螺旋夹。

7.5.1.4 聚合装置，按照使用说明书的推荐。

7.5.1.5 烤箱，设置在 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。

7.5.1.6 挠曲强度试验装置，经过适当校准，以提供 $(1.0 \pm 0.3) \text{ mm/min}$ 的恒定十字头速度。该装置包含 2 个直径 2mm、中心相距 20mm 的平行杆和 1 个位于两杆正中间的第三杆（直径 2 mm），三者平行。此 3 个杆的组合能向试样施加三点载荷。也可使用恒定加载速率为 $(50 \pm 16) \text{ N/min}$ 的其他设备。

7.5.1.7 千分尺（螺旋测微计），精度为 0.01mm。

7.5.1.8 计时器，精确到 $\pm 1\text{s}$ 。

7.5.2 材料

7.5.2.1 白色滤纸，同 7.3.2.1。

7.5.2.2 薄膜，同 7.3.2.2。

7.5.2.3 水砂纸，符合 GB/T 9258.1-2000 的 P220~P320（125um~ 45um 孔径）。

7.5.2.4 金属板或玻璃板，1 块石英板，用于紫外光激活材料，不小于 30 mm×10 mm×2 mm。

7.5.2.5 水，符合 GB 6682-2008 的 2 级水。

单位为毫米

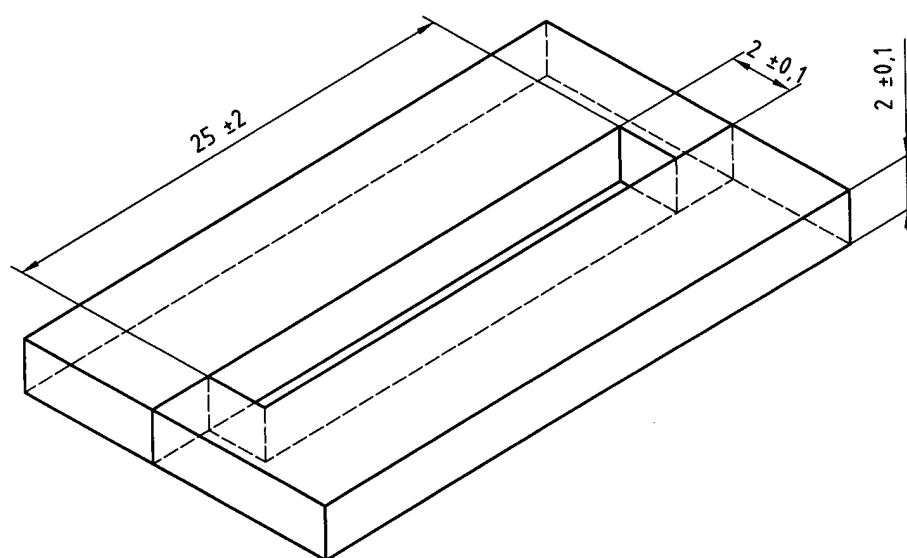


图 2 挠曲强度试样制样用对开模具

7.5.3 试样制备

7.5.3.1 1型和2型1类材料

用薄膜（7.5.2.2）覆盖其中一块金属板或玻璃板（7.5.1.2），并将模具（7.5.1.1）放在其上。根据使用说明准备聚合物基牙冠和贴面材料，并立即将其稍超填入模具中。将第二片薄膜放在模具中的聚合物基牙冠和贴面材料上，再用第二块金属或玻璃板覆盖。通过螺旋夹（7.5.1.3）施加压力以排出多余材料。

按照使用说明书对聚合物基牙冠和贴面材料进行聚合。聚合后 15min 从模具中取出试样，并用砂纸（7.5.2.3）轻轻研磨，小心去除任何飞边，避免接触任何其他表面。将试样储存在 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ （7.5.1.5）的水（7.5.2.5）中，直到试验开始（7.5.4）。

挠曲试验的试样应是平面平行的。

制备 5 个试样。

7.5.3.2 2型2类和3型材料

a) 对于采用波长(385nm~515nm)的光聚合引发(剂)的,使用玻璃板作为底板和顶板。

b) 对于紫外(低于385nm)光聚合引发(剂)的,使用玻璃板作为底板,石英板作为顶板。

用白色滤纸(7.5.2.1)覆盖底板,然后覆盖薄膜(7.5.2.2),再在其上放上模具(7.5.1.1)。按照使用说明准备聚合物基牙冠和贴面材料,并按照7.5.3.1所述将聚合物基牙冠和贴面材料稍超填于模具中。将第二张薄膜覆盖在模具中的聚合物基牙冠与贴面材料上。对于光聚合引发剂材料,用玻璃板覆盖;对于紫外光聚合引发剂材料,用石英板覆盖。通过小螺旋夹(7.5.1.3)施加压力以排出多余材料。

按照使用说明使聚合物基牙冠和贴面材料聚合。通过顶部玻璃板照射试样,取下上下玻璃板和白色滤纸。再从另一面照射试样。聚合后15min,取出试样,并用砂纸(7.5.2.3)轻轻研磨,小心去除任何飞边。将试样储存在(37±1)℃(7.5.1.5)的水(7.5.2.5)中,直到试验开始(7.5.4)。

挠曲试验的试样应是平面平行的。

制备5个样本。

7.5.4 步骤

在开始制备试样后的(24±2)h,测量试样的宽度和高度,精确到至0.01mm。以(1±0.3)mm/min的十字头速度或(50±16)N/min的加载速率施加荷载(7.5.1.6),直到试样断裂。对于2型2类和3型材料,试样受力面应为材料的首次照射面。

7.5.5 结果表达

7.5.5.1 计算

根据公式(1)计算挠曲强度 σ ,单位为MPa:

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

式中:

F——施加的最大力,单位为牛(N);

L——支点距离,单位为毫米(mm),如20mm;

b——试样的宽度,单位为毫米(mm);

h——试样的厚度,单位为毫米(mm)。

7.5.5.2 结果判定

若至少有4个试样结果不低于表2中规定的最低值(≥50MPa),则聚合物基牙冠和贴面材料符合5.4的要求。

若少于3个试样的结果不低于表2中规定的最低值(≥50MPa),则聚合物基牙冠和贴面材料不符合5.4要求。

若有3个试样的结果不低于表2中规定的最低值(≥50MPa),则应重复整个试验。若第二次试验的全部结果均不低于表2中规定的最低值(≥50MPa),则聚合物基冠和贴面材料符合5.4的要求。

结果判定总结见表3。

表3 结果判定(7.5.5.2, 7.6.5.2, 7.7.5.2)

通过的试样数量(个)	与要求的符合性
首次试验	
4~5	符合
3	重复试验
0~2	不符合
第二次试验(重复)	
5	符合
0~4	不符合

7.6 粘接强度

从下列两种试验方法中选择一种进行试验。

7.6.1 方法1

7.6.1.1 器具

7.6.1.1.1 模具，由不锈钢材料制作；内为截锥形型腔，一端直径稍大（ 5 ± 0.1 ）mm，另一端直径较小（ 4.9 ± 0.1 ）mm，高度为（ 2.5 ± 0.05 ）mm；边缘锐利。模具内可涂分离剂，例如 3%聚乙烯醚蜡己烷溶液。

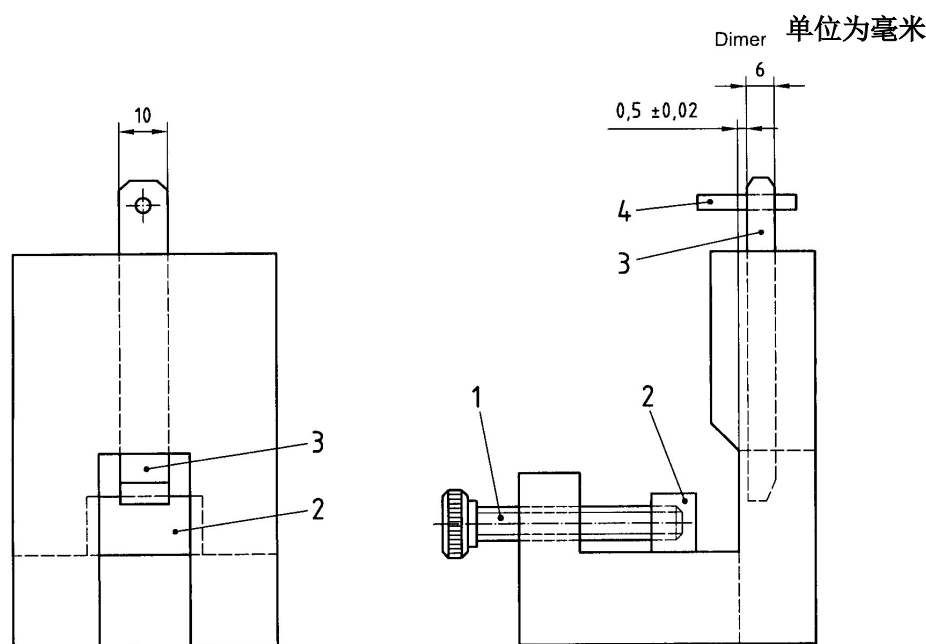
7.6.1.1.2 5 块板，用适合制作牙冠和贴面结构的支架材料，采用传统牙科技工室技术或切削技术制成。板的尺寸为 9 mm（最小值）× 9 mm（最小值）×（ 2.0 ± 0.5 ）mm。测试表面应为平面，并按照使用说明书的建议进行抛光。如果未推荐特定品牌，则所使用的合金或金属，应符合 GB 17168-2013 有关合金或产品的相关规定。

7.6.1.1.3 聚合设备，按照使用说明书的建议，同 7.5.1.4。

7.6.1.1.4 冷热循环装置，能自动将试样循环浸泡在（ 5 ± 1 ）℃的水中 30s~35s 和（ 55 ± 1 ）℃的水中 30s~35s，循环 5000 次。

7.6.1.1.5 剪切粘接强度试验装置（如图 3 所示），能在距板（7.6.1.1.2）表面（ 0.5 ± 0.02 ）mm 处施力。

7.6.1.1.6 万能力学试验机，同 7.5.1.6，恒定十字头速度为（ 1 ± 0.3 ）mm/min，系统能记录力值的精度为 $\pm 2\%$ 。也可以使用具有恒定加载速率为（ 50 ± 16 ）N/min 的其他设备。



标引序号说明：

- 1——固定螺丝；
- 2——固定板；
- 3——剪切压头；
- 4——定位销。

图 3 剪切粘接强度试验装置示例

7.6.1.1.7 计时器，精确到 ± 1 s。

7.6.1.1.8 千分尺，精度为 0.01 mm。

7.6.1.2 材料

7.6.1.2.1 薄膜，同 7.3.2.2。

7.6.1.3 试样制备

按照粘结系统制造商的建议处理板（7.6.1.1.2）。如果制造商建议使用遮色树脂，则按照聚合物基牙冠和贴面材料制造商的建议，将遮色树脂涂覆于粘接区域并使其固化（7.6.1.1.3）。如有推荐，将模具（7.6.1.1.1）较宽开口部位正对遮色层放置。将聚合物基牙冠和贴面材料压入模具中，并用薄膜（7.6.1.2.1）覆盖。根据使用说明书固化聚合物基牙冠和贴面材料。

制备 5 个试样。

建议在夹具的帮助下将模具（7.6.1.1.1）固定在板上，这样当将聚合物基牙冠和贴面材料压入模具时，模具不会移动。

7.6.1.4 步骤

聚合物基牙冠和贴面材料固化后，小心移除模具，将试样在（23±2）℃下干燥保存（24±2）h。然后将试样交替浸入（5±1）℃的水中 30s~35s 和（55±1）℃的水中 30s~35s，循环 5000 次（7.6.1.1.4）。

从水（7.6.1.1.4）中取出试样，以互成直角的方式测量粘接的聚合物基冠和贴面材料试样的两个直径。用平均直径计算粘接表面积 A。

在不干燥的情况下在装置（图 3）中调整试样，以便进行剪切试验（7.6.1.1.5）。注意让板与装置的固定板相接触。然后将装置放入万能力学试验机（7.6.1.1.6）中，以（1±0.3）mm/min 恒定十字头速度或（50±16）N/min 的加载速率对试样施力，直至断裂，记录试样断裂时的力值 F。

7.6.1.5 结果表达

7.6.1.5.1 计算

用公式（2）计算粘接强度 B，单位为兆帕（MPa）：

$$B = \frac{F}{A} \quad (2)$$

其中：

F——试样断裂时的力值，单位为牛（N）；

A——粘接面积，单位为平方毫米（mm²）。

7.6.1.5.2 结果判定

报告所有粘接强度的数值，单位为兆帕（MPa），同时报告试验中所用材料的类型和商品名称。

若至少有 4 个试样的结果≥5MPa，则聚合物基牙冠和贴面材料符合 5.5.1 的要求。

若少于 3 个试样的结果≥5MPa，则聚合物基牙冠和贴面材料不符合 5.5.1 的要求。

若只有 3 个试样的结果≥5MPa，则应重新进行全部试验。只有第二次试验的全部结果均≥5MPa，则聚合物基牙冠和贴面材料符合 5.5.1 的要求。

结果判定总结见表 3。

如果制造商声称的粘接强度值大于 5 MPa，则 5 个试样中至少有 4 个试样或第二次试验的 10 个试样中至少有 8 个试样的结果不小于制造商规定值的 80%，则符合 5.5.2 的要求。

7.6.2 方法 2

7.6.2.1 器具

7.6.2.1.1 聚四氟乙烯对开模具，内为圆柱形型腔，直径为（5±0.1）mm，高度为（2.5±0.05）mm；边缘锐利。

模具内可涂分离剂，如 3%聚乙烯醚蜡己烷溶液。

7.6.2.1.2 5 块金属板，是采用牙科技工室技术，使用适于制作冠桥的合金制作的。

金属板的尺寸为：（10±1）mm×（10±1）mm×（2±0.5）mm。

测试表面应当平坦，按照制造商推荐的方法抛光。如果制造商没有推荐特殊的品牌，则所使用的合金或金属，应符合 ISO 22674 有关合金或产品的相关规定。

7.6.2.1.3 不锈钢对开包埋模具，具有直径为 20⁰_{-0.5}mm、高至少为 20mm 的圆柱形型腔，用于包埋金属

板。

7.6.2.1.4 聚合设备，同 7.6.1.1.3。

7.6.2.1.5 冷热循环仪，同 7.6.1.1.4。

7.6.2.1.6 剪切粘接强度试验装置（如图 4 所示），能在距金属板（7.6.2.1.2）表面 (0.5 ± 0.02) mm 处施力。

7.6.2.1.7 万能力学试验机，同 7.6.1.1.6。

7.6.2.2 材料

7.6.2.2.1 薄膜，同 7.6.1.2.1。

7.6.2.3 试样制备

将金属板置于不锈钢对开包埋模具（7.6.2.1.3）型腔底，然后充填自凝树脂。待自凝树脂固化后，从模具中取出。

按照粘结系统制造商的建议处理金属板（7.6.2.1.2）。如果制造商建议使用遮色树脂，则按照聚合物基牙冠和贴面材料制造商的建议，将遮色树脂涂覆于粘接区域并使其固化（7.6.2.1.4）。将一带有直径为 5mm 圆孔的胶布带贴于遮色树脂上，以互成直角的方式测量胶布带圆孔的直径，精确到 0.1mm，用平均直径计算粘接表面积 A。将聚四氟乙烯模具（7.6.2.1.1）对准胶布带圆孔放于胶布带上。将聚合物基牙冠和贴面材料压入模具中，用薄膜（7.6.2.2.1）覆盖。根据制造商的说明书固化聚合物基牙冠和贴面材料。

制备 5 个试样。

为了使在向模具中压入牙冠和贴面材料时，模具不会被移动，建议用夹子将聚四氟乙烯模具（7.6.2.1.1）固定在金属板上。

7.6.2.4 步骤

聚合物基牙冠和贴面材料固化后，小心去除模具，将试样放入 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的条件下干燥 (24 ± 2) h。然后将试样交替浸入 $(5 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的水中 30s~35s 和 $(55 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的水中 30s~35s，循环 5000 次（7.6.2.1.5）。把试样从水（7.6.2.1.5）中取出。

将未干燥的试样放入剪切粘接强度试验装置（图 4）的导向槽孔中，使圆柱形聚合物基牙冠和贴面材料试样紧贴滑块，然后旋紧固定螺丝 A，再将其放入试验用的加荷装置两板之间。将整套装置放入万能力学试验机（7.6.2.1.7）中，以恒定十字头速度 (1 ± 0.3) mm/min 或 (50 ± 16) N/min 的加载速率沿滑块方向对试样施力，直至断裂，记录试样断裂时的力值 F。

7.6.2.5 结果表达，同 7.6.1.5。

单位为毫米

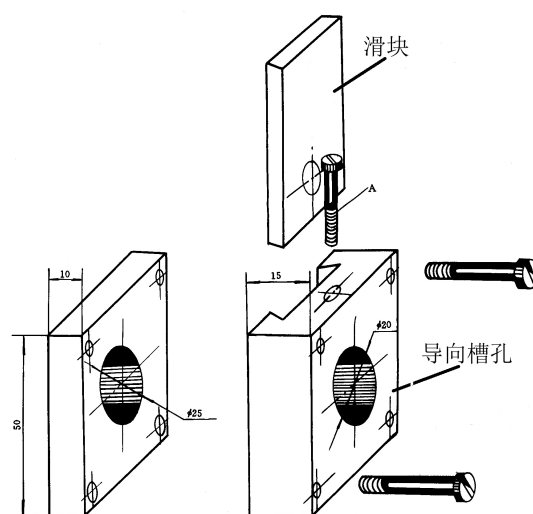


图4 剪切粘接强度试验装置

7.7 吸水值和溶解值

7.7.1 器具

7.7.1.1 开口环形模具，如图1所示，同7.3.1.1。

7.7.1.2 玻璃板或金属板，同7.3.1.2。

7.7.1.3 小螺旋夹，同7.5.1.3。

7.7.1.4 聚合设备，按使用说明书建议，同7.5.1.4。

7.7.1.5 塑料镊子。

7.7.1.6 烘箱，维持在 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ ，同7.5.1.5。

7.7.1.7 两个保干器，装有硅胶（7.7.2.3）。

7.7.1.8 分析天平，精度为0.05mg。

7.7.1.9 计时器，精度 $\pm 1\text{ s}$ 。

7.7.1.10 千分尺，精度为0.01 mm。

7.7.2 材料

7.7.2.1 白色滤纸，同7.3.2.1。

7.7.2.2 薄膜，同7.3.2.2。

7.7.2.3 硅胶，在 130°C 或更高温度下新鲜干燥至少3h。

7.7.2.4 氧化铝研磨粉，粒度约为 $0.3\mu\text{m}$ 。

7.7.2.5 水，符合GB 6682-2008的2级水。

7.7.2.6 毛毡。

7.7.2.7 吸液纸。

7.7.3 试样制备

用白色滤纸（7.7.2.1）覆盖其中一块玻璃板或金属板（7.7.1.2）[适用于2型2类和3型材料（若是光激活双重固化）的聚合物基牙冠和贴面材料]，再放一张薄膜（7.7.2.2），之后在其上放上开口环形模具（7.7.1.1）。按照使用说明书准备聚合物基牙冠和贴面材料，并立即稍超填于开口环形模具中，避免混入空气。将第二张薄膜（7.7.2.2）盖在模具中的聚合物基牙冠和贴面材料上，再放上第二块玻璃板（7.7.1.2）。用螺旋夹（7.7.1.3）夹紧，小心挤出多余的材料。卸掉螺旋夹，然后根据使用说明书使聚合物基冠和贴面材料聚合。对于2型2类和3型聚合物基牙冠和贴面材料，首先通过顶部玻璃板照射试样，然后移除两片玻璃板和白色滤纸，再从试样的另一面照射材料。

将试样从开口环形模具中取出，对试样两面进行湿磨，并用毛毡（7.7.2.6）及氧化铝的水悬浊液（7.7.2.4）进行抛光，使试样厚度为 $(1.0 \pm 0.2)\text{ mm}$ 。为了避免弄脏试样，每次打磨后都要用塑料镊子

(7.7.1.5) 操作。以互成直角的方式, 测量试样的两个直径, 精确到 0.01mm, 取直径的平均值。测量试样圆心处的厚度以及圆周上四个等距点的厚度, 精确到 0.01mm。根据平均直径计算面积(单位: mm²), 并用平均厚度计算体积 V (单位: mm³)。

制备 5 个试样。

7.7.4 步骤

将抛光的试样置于温度为 (37±1) °C 烘箱 (7.7.1.6) 中的一个保干器 (7.7.1.7) 内。在 (22±2) h 后再将试样置于温度为 (23±2) °C 的另一个保干器 (7.7.1.7) 内 (120±10) min。每次取出一个试样称重, 精确至 0.1mg (7.7.1.8)。重复上述干燥步骤, 直到每个试样在每个 (24±2) h 内的质量损失小于 0.1 mg, 并将最终质量 (恒定质量) 记录为 m₁。试样在 (37±1) °C 烘箱 (7.7.1.6) 中的 20ml 水 (7.7.2.5) 内浸泡 7d (±4h)。分别取出试样, 用水 (7.7.2.5) 冲洗, 然后用吸水纸 (7.7.2.7) 轻轻擦拭, 直到没有可见水分。每个试样在空气中晃动 15s, 试样从水中取出 1min 后称重 (m₂)。称重后, 按上述描述的步骤, 将试样重新放回保干器继续调节至恒定质量, 直至每个试样在每个 (24±2) h 周期内的质量损失小于 0.1mg, 将最后的质量 (恒定质量) 记为 m₃。

每次称量后, 用新鲜干燥的硅胶替换原来的硅胶 (7.7.2.3)。

注: 试样达到恒定质量约需 2 周~3 周时间。

7.7.5 结果表达

7.7.5.1 吸水值计算

按式 (3) 分别计算 5 个试样的吸水值 ρ_w, 单位为 μg/mm³, 精确至 0.1μg/mm³:

$$\rho_w = \frac{m_2 - m_3}{V} \quad (3)$$

式中:

m₂——试样浸水 7d 后的质量, 单位为微克 (μg) (见 7.7.4);

m₃——试样浸水 7d 后的恒定质量, 单位为微克 (μg) (见 7.7.4);

V——试样体积, 单位为立方毫米 (mm³) (见 7.7.3)。

7.7.5.2 吸水值结果判定

若至少有 4 个试样的结果 ≤40μg/mm³, 则聚合物基牙冠和贴面材料符合 5.6 的要求。

若少于 3 个试样的结果 ≤40μg/mm³, 则聚合物基牙冠和贴面材料不符合 5.6 的要求。

若仅 3 个试样的结果 ≤40μg/mm³, 则应重新试验。只有当第二次试验的 5 个结果均 ≤40μg/mm³, 则聚合物基牙冠和贴面材料符合 5.6 的要求, 否则不符合。

表 3 对结果判定进行了总结。

7.7.5.3 溶解值计算

按式(4)分别计算 5 个试样的溶解值 ρ_s, 单位为 μg/mm³, 精确至 0.1μg/mm³:

$$\rho_s = \frac{m_1 - m_3}{V} \quad (4)$$

式中:

m₁——试样浸水前恒定质量, 单位为微克 (μg) (见 7.7.4);

m₃——试样浸水 7d 后的恒定质量, 单位为微克 (μg) (见 7.7.4);

V——试样体积, 单位为立方毫米 (mm³) (见 7.7.3)。

7.7.5.4 溶解值结果判定

若至少有 4 个试样的结果 ≤7.5μg/mm³, 则聚合物基牙冠和贴面材料符合 5.7 的要求。

若少于 3 个试样的结果 ≤7.5μg/mm³, 则聚合物基牙冠和贴面材料不符合 5.7 的要求。

若仅 3 个试样的结果 $\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ，则应重新试验。若第二次试验中至少 4 个试样的结果 $\leq 7.5\mu\text{g}/\text{mm}^3$ ，则聚合物基牙冠和贴面材料符合 5.7 的要求，否则不符合。

结果判定总结见表 4。

注：溶解性试验是一个对操作技术敏感的试验。因此，对重复试验的要求低于本文件中的其它试验。溶解性是评价聚合物基牙冠和贴面材料质量的重要指标。

表 4 溶解值的结果判定 (7.7.5.4)

符合要求的试样数量 (个)	结果与要求的符合性
首次试验	
4~5	符合
3	重复试验
0~2	不符合
第二次试验 (重复)	
4~5	符合
0~3	不符合

以下需与旧版 YY 比

7.8 色泽一致性和色稳定性

7.8.1 概述

本试验目的是评价不同批次聚合物基牙冠和贴面材料间的色泽差异 (5.8)，以及同一批次材料的色稳定性 (5.9)。色稳定性是通过比较浸水后经氙灯照射和未照射的聚合物基牙冠和贴面材料、以及浸水和不浸水试样的颜色变化。按照 YY/T 0631-2008 进行此项试验。

7.8.2 器具

7.8.2.1 开口环形模具，如图 1，见 7.3.1.1。

7.8.2.2 玻璃或金属板，见 7.3.1.2。

7.8.2.3 小螺旋夹，见 7.5.1.3。

7.8.2.4 聚合装置，按使用说明书的推荐，见 7.5.1.4。

7.8.2.5 烘箱，能保持在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ ，见 7.5.1.5。

7.8.2.6 照射装置，根据 YY/T 0631-2008。

7.8.3 材料

7.8.3.1 白色滤纸，见 7.3.2.1。

7.8.3.2 薄膜，见 7.3.2.2。

7.8.3.3 氧化铝研磨粉，粒度约为 $0.3\mu\text{m}$ ，见 7.7.2.4。

7.8.3.4 毛毡。

7.8.3.5 吸液纸。

7.8.3.6 铝箔或锡箔。

7.8.4 试样制备

制备 12 个试样，每个色号 3 个试样；(6.2: 1 个色号并与 6.1 相同; 6.3: 2 个其它色号)，按照 7.7.3 步骤制备试样，用聚合装置 (7.8.2.4) 使聚合物基牙冠和贴面材料聚合。从开口环形模具中分离试样，并用毛毡 (7.8.3.4) 及氧化铝研磨粉水悬浊液 (7.8.3.3) 对试样两面进行湿磨抛光至高光泽，使试样厚度为 $(1.0\pm 0.2)\text{mm}$ 。

7.8.5 步骤

7.8.5.1 试样组1: 从每批次试样中取1个试样放于黑暗干燥环境中于室温 $(23\pm 2)^\circ\text{C}$ 下保存 7 d ($\pm 4\text{h}$)。这些试样为参照试样。

7.8.5.2 试样组2: 从每批次试样中取1个试样，将试样浸入蒸馏水中，在黑暗环境下在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 的烘箱 (7.8.2.5) 中保存 7 d ($\pm 4\text{h}$)。这些试样用来显示仅单纯吸水而导致的任何颜色变化。

7.8.5.3 试样组3: 从每批次试样中取1个试样, 将试样放于 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 烘箱 (7.8.2.5) 内, 在黑暗干燥环境下保存 (24 ± 2) h。再从烘箱中取出, 用铝箔或锡箔遮住试样的一半。将这些试样浸在照射装置 (7.8.2.6) 内的 $(37 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的水下 (10 ± 3) mm, 并对其照射 (24 ± 2) h。照射后, 去除金属箔, 再将试样放回 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的烘箱中, 在黑暗干燥的环境中保存 5 d (± 4 h)。这些试样用来显示由于吸水和氙灯照射而导致的任何颜色变化。

7.8.6 颜色比对

从烘箱中取出试样, 用吸水纸 (7.8.3.5) 擦拭, 直到湿试样干燥。

色泽一致性比较: 使用按照 6.1 和 6.2 取样的 2 个批次的试样。按照 (ISO 7491) YY/T 0631-2008 比较同等处理的 2 个试样之间的颜色以及 **试样3** 两半圆的颜色是否有任何变化。

色稳定性比较: 使用按照 6.1、6.2 和 6.3 取样的 4 个不同批次的试样。按照 (ISO 7491) YY/T 0631-2008 比较每个 **试样3** 的两半圆之间的颜色和每一批次的所有 3 个试样间的颜色, 以确定颜色的任何变化。

7.8.7 色泽一致性的结果判定

如果同等处理的 3 对试样之间和 **试样 3** 两半圆之间的颜色仅有轻微的变化, 则聚合物基牙冠和贴面材料符合 5.8 的要求。

7.8.8 色稳定性的结果判定

如果 **试样 3** 的两个半圆之间以及同批次的 3 个试样之间颜色仅有轻微的变化, 则聚合物基冠和贴面材料符合 5.8 的要求。

8 包装和标签

8.1 包装

聚合物基牙冠和贴面材料的所有组分应包装在能对内容物起有效保护作用的包装内。在包装和容器上标示的失效期之前, 聚合物基牙冠和贴面材料的质量不受影响[见 8.2.2g) 和 8.2.3 g)]。

内包装是聚合物基冠和贴面材料的直接包装。外包装也可以包装多个内包装或一套内包装, 作为一个包装件。

8.2 标签

8.2.1 一般要求

如果不能将所有信息列在内包装的标签上, 除了商品名、色号或色泽描述以及失效期以外, 其他相关信息应附在外包装或使用说明书上。

8.2.2 外包装标签

每一个外包装标签上至少应有下列信息:

- a) 制造商和/或分销商的名称及地址;
- b) 聚合物基牙冠和贴面材料的产品名称和/或商品名;
- c) 根据第 4 章对聚合物基牙冠和贴面材料的分型和分类, 和/或用清晰的语言对材料进行描述;
- d) 与制造商的比色板或制造商推荐的比色板一致的色标或描述;
- e) 内容物的净重, 以克 (g) 或毫升 (ml) 表示;
- f) 推荐的储存条件;
- g) 按照 GB/T 7408-2005, 产品在推荐的贮存条件下, 用年和月表示的失效期;
- h) 批次 (批次编号)。

8.2.3 内包装标签

每个容器的标签至少含有如下信息:

- a) 制造商和/或分销商的名称及地址;
- b) 聚合物基牙冠和贴面材料的产品名称和/或商品名;
- c) 根据第 4 章对聚合物基牙冠和贴面材料的分型和分类和/或用清晰的语言对材料进行描述;
- d) 与制造商的比色板或制造商推荐的比色板一致的色标或描述;

- e) 内容物的净重，以克（g）或毫升（ml）表示；
- f) 推荐的储存条件；
- g) 按照 GB/T 7408-2005，产品在推荐的贮存条件下，用年和月表示的失效期；
- h) 批次（批次编号）。

无法在容器上贴标签的信息可在外包装上提供（8.2.2）。

9 使用说明书

制造商应向用户提供使用说明书及产品的描述，每一套或每一个包装的聚合物基牙冠和贴面材料至少附有如下信息：

- a) 制造商和/或分销商的名称及地址；
- b) 聚合物基牙冠和贴面材料的产品名称和/或商品名；
- c) 聚合方法，如压力、热、自固化、可见光和/或紫外光固化；
- d) 应用范围；
- e) 后牙受力区域的应用说明（如适用）；
- f) 成份的说明，包括主要的有机成份及填料的一般类型(如：钡玻璃)；
- g) 无机填料颗粒的尺寸范围和总无机填料的质量百分比；
- h) 固位方式和/或表面的处理方法；
- i) 如果制造商声称聚合物基牙冠和贴面材料与基底结构之间可以不借助宏观机械固位而粘接，则应给出使用方法和对基底结构的处理方法；
- j) 若适用，给出包埋程序；
- k) 各组分的预备方法和比例，依据制造商的比色板或制造商推荐的比色板选择颜色以及调和步骤，能够对聚合物基牙冠和贴面材料产生不利影响的温度、湿度及环境光照条件以及应采取的所有预防措施；
- l) 如果适用，应给出有关聚合物基牙冠和贴面材料在操作方面的任何特殊注意事项，包括（如适用）可在不损害物理性能的情况下使用的着色剂和混合剂的最大比例（包括上述操作的环境条件）；
- m) 使用聚合物基牙冠和贴面材料的操作步骤；
- n) 工作时间，若适用；
- o) 1 型聚合物基牙冠和贴面材料的固化时间；
- p) 2 型聚合物基牙冠和贴面材料，推荐的外部能源或多种能源、以及聚合时间；
- q) 3 型聚合物基牙冠和贴面材料，固化时间、推荐的外界能源或多种能源以及聚合时间；
- r) 推荐的打磨和抛光步骤以及使用的研磨剂；
- s) 应用的限制范围和副作用的信息；
- t) 提供或推荐合适的比色板；
- u) 推荐的各成份保存条件（如冷藏）；
- v) 使用说明书的发布日期。

参考文献

- [1] 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
 - [2] 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
-