

ICS 11.060.10

C33

备案号:

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0271.2—××××/ISO 9917-2:2017

替代YY 0271.2-2016

牙科学 水基水门汀 第2部分：树脂改性水门汀

Dentistry—Water-based cements—

Part2: Resin-modified cements

(ISO 9917-2: 2017, IDT)

(征求意见稿)

(本稿完成日期：2023年5月)

请注意本部分的某些内容可能涉及专利。本部分的发布机构不承担识别这些专利的责任。

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家药品监督管理局

发布

目 录

前 言	II
引 言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 分类和应用	2
4.1 分类	2
4.2 应用	2
5 要求	2
5.1 材料	2
5.2 工作时间	2
5.3 固化时间——仅适用于 1 类和 3 类水门汀	2
5.4 薄膜厚度——仅适用于粘固水门汀（见 4.2）	2
5.5 挠曲强度	2
5.6 X 射线阻射性	2
5.7 色泽和色稳定性——仅适用于修复水门汀	3
6 取样	错误！未定义书签。
7 试验条件和试样制备	3
7.1 试验条件	3
7.2 调和和方法	3
7.3 外观要求	3
8 包装、标识以及生产厂提供的信息	3
8.1 包装	3
8.2 标识和使用说明书	3
附录 A（规范性附录）工作时间和固化时间的测试	7
附录 B（规范性附录）薄膜厚度的测试——仅适用于粘固水门汀	9
附录 C（规范性附录）挠曲强度的测试	11
附录 D（规范性附录）X 射线阻射性的测试	15
附录 E（规范性附录）色泽和色稳定性的测试——仅适用于修复和粘固水门汀	17
参考文献	18

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》的规定起草。

《牙科学 水基水门汀》由两部分组成：

——第1部分：粉/液酸碱水门汀；

——第2部分：树脂改性水门汀。

本文件是 YY 0271 的第2部分。

本文件替代 YY 0271.2-2016《牙科水基水门汀 第2部分：光固化水门汀》，

与 YY 0271.2-2016 相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

——更改了“范围”，增加了牙齿桩核重建水门汀（见第1章，2016年版第1章）；

——更改了“规范性引用文件”，增加了 GB/T92581 和 YY/T 1646-2019（见第2章，2016年版第2章）；

——更改了“应用”，增加了牙齿桩核重建（见4.2，2016年版4.2）；

——更改了“材料”，增加了“注”，对凝胶化进行了解释说明（见5.1，2016年版5.1）；

——更改了“薄膜厚度”的要求（见5.4，2016年版5.4）；

——更改了“X射线阻射性”的要求，引用了 YY/T 1646-2019《牙科学 测定材料的X射线阻射性试验方法》（见5.6，2016年版5.6）；

本文件等同采用 ISO 9917-2:2017《牙科学 水基水门汀 第2部分：树脂改性水门汀》，文件类型有 ISO 的技术规范调整为我国的行业标准。

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。

本文件所替代标准的历次版本发布情况为：

——YY 0271.2-2009

——YY 0271.2-2016

引 言

YY 0271标准的本文件，规定了树脂改性水门汀的要求和试验方法。这些水门汀的固化是由酸碱反应和聚合反应共同完成。发生反应的聚合物基成分可由不同组分混合而激活，或通过外部能量而激活。YY 0271标准的本文件所使用的试验方法应尽量与ISO 4049（YY 1042-20XX/ISO 4049:2019, MOD）和ISO 9917-1（YY 0271.1-2016/ISO 9917-1:2007, MOD）标准一致。

本文件未包含对可能的生物危害的定性和定量的要求，但推荐在评估可能的生物或毒理学危害时，参见GB/T 16886.1和YY/T 0268。

牙科学 水基水门汀

第2部分：树脂改性水门汀

1 范围

YY 0271的本文件规定了用于粘固、垫底或衬层、修复和牙齿桩核重建的牙科水门汀的要求和试验方法。这些水门汀为水基材料，通过多重联合反应包括酸碱反应和聚合反应达到固化。

例如，传统的聚链烯酸盐玻璃离子水门汀通常是由可释放离子的铝硅酸盐玻璃与聚链烯酸在有水环境中反应生成。YY 0271 的本文件涉及的水门汀通常是能够通过这种水基酸碱反应而固化，但另外也能经聚合反应而固化。

注：生产厂和检验机构应关注紧密联系的国际标准 ISO 4049（YY 1042-20XX/ISO 4049:2019, MOD）和 ISO 9917-1（YY 0271.1-2016/ISO 9917-1: 2007, MOD）。在评价任何特定产品时应考虑采用最合适的上述国际标准。

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 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）

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 色稳定性的测定（ISO 7491:2000, IDT）

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

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 7408-2005 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

GB/T 9937 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

调和时间 mixing time

各组分达到充分混合所需的这部分工作时间。

注：包含在 YY 0271 的本文件范围之内水门汀，包括需要调和的和不需要调和的单一组分水门汀。

3.2

工作时间 working time

从调和（若需要）开始计时的一段时间，在此期间能够操作水门汀，且对其性能不产生不良影响。

注：对于需要光激活的2类和3类水门汀（见条款4），其工作时间的测定是在没有光激活的条件下进行的。

3.3

固化时间 setting time

当材料需要混合固化时，通过水门汀承受固定载荷压头的能力定义的从调和开始至固化完成所需要的时间。

3.4

外包装 outer pack

将若干单剂量容器或胶囊装在一起的包装形式。

3.5

最外层包装 outermost packaging

将水门汀和附件装在一起的包装形式，附件包括使用说明书和任何随同水门汀一起提供的量具或调和器具。

4 分类和应用

4.1 分类

YY 0271 的本文件中，水门汀按照其固化特性，分类如下：

——1 类：水门汀中可聚合成分的固化反应是通过各组分混合后的化学反应而激活。

——2 类：水门汀中可聚合成分的固化反应是通过光激活。

——3 类：水门汀中可聚合成分的固化反应是既通过各组分混合后的化学反应而激活，也可通过光激活。

4.2 应用

YY 0271 的本文件中，水门汀在临床有以下应用：

- a) 粘固；
- b) 垫底或衬层；
- c) 修复，包括牙齿桩核重建。

5 要求

5.1 材料

在试验过程中，各组分均应无可见异物，单独提供的液剂不应有凝胶现象。

注：凝胶化是材料从可流动的稠度过渡到具有粘性或弹性的状态。参见 ISO 14356:2003, 3.9。

5.2 工作时间

按附录 A 测试，工作时间应符合表 1 的要求，且不小于生产厂给出的数值（见表 2，22 项）。

5.3 固化时间——仅适用于 1 类和 3 类水门汀

按附录 A 测试，1 类和 3 类水门汀的固化时间应符合表 1 的要求，且不大于生产厂给出的数值（见表 2，23 项）。

5.4 薄膜厚度——仅适用于粘固水门汀（见 4.2）

按附录 B 测试，粘固水门汀的薄膜厚度应不比厂家声称值大 $5\mu\text{m}$ （这是第一个要求），且应符合表 1 的要求（这是第二个要求）。

5.5 挠曲强度

按附录 C 测试，挠曲强度应符合表 1 的要求。

5.6 X 射线阻射性

如果生产厂声称水门汀具有 X 射线阻射性（见表 2，14 项），按附录 D 和 YY/T 1646-2019 的 7.3 或 7.4 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。如果声称水门汀具有更强的 X 射线阻射性，则应不低于生产厂声称值（见表 2，15 项）。

5.7 色泽和色稳定性——仅适用于修复水门汀

按附录 E 测试，固化后水门汀的色泽应与生产厂提供的比色板一致。

按附录 E 和 YY/T 0631 测试时，7 天后的颜色只能有轻微的变化。

表 1 牙科水门汀的要求

应用	薄膜厚度 ^a μm 最大	工作时间 ^b min 最小	固化时间 ^c min 最大	挠曲强度 MPa 最小
粘固	25	1.5	8	10
垫底或衬层	—	1.5	6	10
修复	—	1.5	6	25
^a 测试值应不比厂家声称值大 5 μm。 ^b 2 类和 3 类水门汀的测试是在没有光激活的条件下进行的。 ^c 仅适用于 1 类和 3 类水门汀。3 类水门汀的测试是在没有光激活的条件下进行的。				

6 取样

从零售包装中抽取同一批次的试样，样品量应足够以满足完成所有试验及必要的重复试验。

7 试验条件和试样制备

7.1 试验条件

所有试样制备和试验的环境都应保持在温度 (23±2) °C，相对湿度一直控制在 (50±20) %下。若水门汀冷藏储存，试验前使水门汀达到温度 (23±2) °C。试验设备应维持在各试验规定的环境下。

对于 2 类和 3 类水门汀，工作时间的测试是在没有光激活的条件下进行的。

所有试验用水应使用不低于 GB/T 6682 规定的 2 级水。

对于 2 类和 3 类水门汀，应参考生产厂说明书（见表 2，24 项）所规定的外部能量源，应注意确保外部能量源处于满足实验条件的工作状态。

7.2 调和方法

水门汀应按照生产厂说明书制备。调和足量的水门汀，以保证每个试样都取自同一次调和物。一次调和物只能制备一个试样。

注：胶囊型水门汀，有些试样需要同时调和多个胶囊。同样地，以单剂量包装提供的水门汀，每个试样可能需要多个包装。

7.3 外观要求

应目测检查是否符合 5.1 和第 8 条款的要求。

8 包装、标识以及生产厂提供的信息

8.1 包装

水门汀的各组分应当包装在合适的密封容器中，容器能对水门汀提供充分的保护，并对产品质量不能产生不良影响。

多个容器也可使用一个外包装，使其成为一个单独包装件。一个外包装也可以用于单剂量胶囊、注射器或瓶子的包装。

注：单糊剂和粉液胶囊型产品，可作为包含多个单位剂量水门汀的一个包装销售。

8.2 标识和使用说明书

若适用，表 2 中所列信息应清楚地标识在最外层包装或容器上（多剂量包装或胶囊）。

水门汀的每个包装均应附说明书。说明书应包括所适用的水门汀（第 4 章）在表 2 中给出的信息，“M”表示强制性的，“OPT”表示可选择的，“NA”表示不适用。

除表 2 所规定的信息外，生产厂还可提供其他信息。法规还可能要求提供更多信息。

注：表 2 包含了一些可选择的参考，作为生产厂的指南和可能对牙科医生有用的信息。

表 2 标识和使用说明书的要求

要 求		最外层 包装 见 3.5	胶囊型的 外包装 见 3.4	胶囊型（单 剂量），注 射器装或 瓶装	生产厂使 用说明书 插页
1	产品名称	M	M	NA	M
2	生产厂的标志或名称	M	M	OPT	M
3	生产厂或负责销售的代理的地址	M	OPT	NA	M
4	网址	OPT	OPT	NA	OPT
5	推荐的贮存条件	M	OPT	NA	M
6	生产厂给出的批号	M	M	OPT	NA
7	当水门汀贮存在生产厂推荐的条件下时，按照 ISO 8601 要求标示的失效期	M	M	OPT	NA
8	水门汀的分类（见 4.1）	M	OPT	OPT	M
9	临床应用（见 4.2）	OPT	OPT	NA	M
10	胶囊或套筒型水门汀的容器/胶囊数量	M	M	NA	NA
11	每个容器/胶囊的净重	OPT	M	OPT	OPT
12	根据生产厂指定的比色板的水门汀色泽和/或颜色（仅适用于多色水门汀）	OPT	M	OPT	OPT
13	声称遮色用的水门汀，应明确指出其效果 ^a 。	M	OPT	OPT	M
14	声称具有 X 射线阻射性（见 5.6）的水门汀，应明确指出其效果。	OPT	OPT	OPT	M
15	如果水门汀的 X 射线阻射性有特殊说明，应标示 1mm 厚水门汀的等效铝板厚度（见 5.6）。 例如：铝相当于牙本质的阻射性，因此，1mm 厚材料具有的 X 射线阻射性相当于 1mm 厚铝的 X 射线阻射性，材料就具有与牙本质相当的 X 射线阻射性。	OPT	OPT	NA	M
16	推荐的各组分比例（例如：粉液比）和称量器具（例如：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）。	OPT	OPT	NA	M
17	粉加入到液中的速度（仅适用于手调型水门汀）。	OPT	OPT	NA	M
18	若需要调和，调和时间（见 3.1）。	OPT	OPT	NA	M
19	调和条件（若适用，调和板、调刀的条件和类型），仅适用于手调型水门汀。	OPT	OPT	NA	M
20	若需要，使胶囊型水门汀各组分物理接触的方法。	OPT	OPT	NA	M

表 2（续）

要 求		最外层包装 见 3.5	胶囊型的 外包装 见 3.4	胶囊型（单 剂量），注 射器装或 瓶装	生产厂使 用说明书 插页
21	若需要，机械调和的方法、时间和类型。	OPT	OPT	NA	M
22	工作时间（见 3.2）	OPT	OPT	NA	M
23	固化时间（仅适用于 1 类和 3 类水门汀，见 3.3）	OPT	OPT	NA	M
24	推荐的外部能量源，光照时间和设备的任何特殊说明（仅适用于 2 类和 3 类水门汀）。	OPT	OPT	NA	M
25	聚合物层的最大厚度（仅适用于临床应用于 c) 的 2 类和 3 类水门汀）	OPT	OPT	NA	M
26	推荐的开始研磨和抛光的最短时间（仅适用于修复水门汀，见 4.2）	OPT	OPT	NA	M
27	推荐的研磨方法（仅适用于修复水门汀，见 4.2）	OPT	OPT	NA	OPT
28	在材料研磨的表面上，需要上光的必要性。	OPT	OPT	NA	OPT
29	避免过早固化所需的措施（仅适用于 2 类和 3 类水门汀）	OPT	OPT	NA	M
30	若需要，对于患者和操作者而言的，有关毒性、危险性、易燃性或组织刺激性等特性的特殊说明或警示。	OPT	OPT	OPT	M
“M” 表示此项为强制。 “OPT” 表示此项为可选。 “NA” 表示此项为不适用。 ^a 在色泽中可包括遮色水门汀。					

附录 A

(规范性)

工作时间和固化时间的测试

A.1 器具

A.1.1 试验环境, 能够保持温度 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 和相对湿度不小于 50%。

A.1.2 压头

A1.2.1 一般要求

具有一定质量、一定直径的平端面。压头的尖端应为圆柱形, 直径约为 5mm。压头末端应为平面并与针头长轴垂直。

A.1.2.2 工作时间的压头, 质量 (28.00 ± 0.25) g, 直径 (2.0 ± 0.1) mm。

A.1.2.3 固化时间的压头, 质量 (400 ± 5) g, 直径 (1.0 ± 0.1) mm。

A.1.3 金属模具, 厚度 (5 ± 2) mm, 带有直径 (10 ± 2) mm 的圆孔或边长 (10 ± 2) mm 方孔, 面积至少 16cm^2 的金属片。

注: 方孔的内角应倒圆角。

A.1.4 金属块, 厚度至少 8mm, 体积至少 60cm^3 。

A.1.5 铝箔。

A.1.6 计时器, 精度 1 秒。

A.1.7 放大镜, 能放大 2 倍。

A.2 工作时间的测试

A.2.1 步骤

2 类和 3 类水门汀应在无 400nm 至 500nm 波长光的条件下进行操作, 如在暗室和/或滤光的条件下。试验应在 7.1 描述的条件下进行。

将调定到 $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的模具 (A.1.3) 放于同样调定到 $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的覆盖铝箔 (A.1.5) 的金属块 (A.1.4) 上, 然后将调和好的水门汀填入模具成一平面。

在生产厂声称的工作时间 (见表 2, 22 项) 或表 1 给出的最小值 (取大值) 结束前 10s, 小心地将压头 (A.1.2.2) 垂直降低至水门汀表面, 保持 5s。注意压头是否在水门汀表面形成完整的圆形压痕。

用两次分别调和的水门汀重复试验。

A.2.2 结果判定

在水门汀表面形成完整的圆形压痕, 则符合要求。所有三个压痕均应在生产厂声称的工作时间 (见表 2, 22 项) 和表 1 给出的最小工作时间前 10s 形成。

A.3 固化时间的测试——仅适用于 1 类和 3 类水门汀

A.3.1 一般要求

注: 试验目的是为了确认 1 类和 3 类水门汀在没有光激活的条件下也能固化。

A.3.2 步骤

将调定温度到 $(23 \pm 1)^\circ\text{C}$ 的模具 (A.1.3) 放在铝箔 (A.1.5) 上, 从调和或压出水门汀开始计时 (A.1.6), 将调和好的水门汀填入模具成一平面。

调和结束后 60s, 将模具、铝箔和水门汀试样的组件放在金属块 (A.1.4) 上, 置于试验环境 (A.1.1) 中。确保模具、铝箔和金属块之间密切接触。

3 类水门汀应在没有光激活的条件下试验。

生产厂声称的固化时间 (见表 2, 23 项) 或表 1 给出的限值 (取小值) 结束后 10s, 小心地将压头 (A.1.2.3) 垂直降低至水门汀表面, 保持 5s。从表面抬起压头, 借助 2 倍放大镜 (A.1.7) 观察压头是否在水门汀表面不能形成完整的圆形压痕。

再重复试验两次。

A.3.3 结果判定

三个试样均未在水门汀表面形成完整的圆形压痕，则符合要求。

附录 B

(规范性)

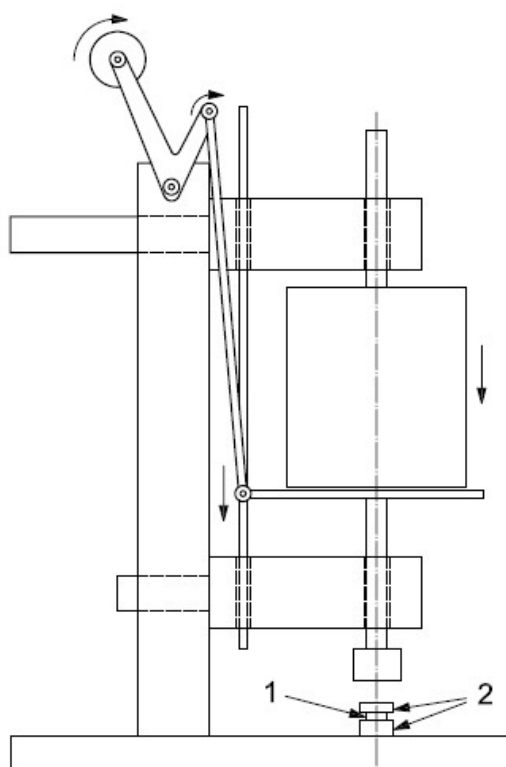
薄膜厚度的测试——仅适用于粘固水门汀

B.1 器具

B.1.1 两片玻璃板，表面具有光学平整度，方形或圆形，透明的，接触面积 $(200 \pm 25) \text{ mm}^2$ ，每片玻璃板应具有至少 5mm 的均匀厚度。

B.1.2 加荷装置，如图 B.1 所示或能够通过上玻璃板在试样上垂直施加 $(150 \pm 2) \text{ N}$ 的载荷的等效方法。

与载荷杆的底端连接的压头应是水平的，平行于基底座。加荷装置应将载荷平稳而无旋转地施加在试样上。



说明：

- 1 —— 试样
2 —— 玻璃板

图 B.1 薄膜厚度试验的加载装置

B.1.3 千分表或等效测量仪器，测量精度为 $1 \mu\text{m}$ 或更精确。

B.1.4 计时器，精度 1 秒。

B.2 步骤

测量并记录叠放在一起的两块光学平玻璃板 (B.1.1) 的厚度，精确到 $1 \mu\text{m}$ ，该尺寸记为 A。移除上玻璃板，将 $(0.10 \pm 0.05) \text{ ml}$ 或等价质量的调和好的水门汀放置在下玻璃板的中心，然后将下玻璃板置于加载装置 (B.1.2) 下的中心位置。将第二块玻璃板沿与初始测量相同的方向对中放置在水门汀上。

在生产厂声称的工作时间（见表 2，22 项）结束前 10s 时，通过上玻璃板，对试样中心垂直施加 (150 ± 2) N 的力。确保水门汀完全充满在两玻璃板之间。在开始施力至少 10min 后，将两玻璃板从加载装置上移出，测量同一位置下两片玻璃和水门汀薄膜的厚度，该尺寸记为 B。

记录带有水门汀和不带水门汀时两玻璃板的厚度差 $(B-A)$ 作为薄膜厚度，再重复试验四次。

B.3 结果判定

记录 5 个试样的薄膜厚度并做如下报告：

- a) 如果至少有 4 个结果不大于 $25 \mu\text{m}$ ，则水门汀符合表 1 的要求。
- b) 如果 3 个或更多的试验结果大于 $25 \mu\text{m}$ ，则水门汀不符合要求。
- c) 若 3 个试验结果不大于 $25 \mu\text{m}$ ，则应重复整套试验。如果第二组中有 1 个或更多的试验结果大于 $25 \mu\text{m}$ ，则水门汀不符合要求。
- d) 如果薄膜厚度为厂家声称值，则 5 个试验结果中应至少有 4 个结果不比厂家声称值大 $5 \mu\text{m}$ （与 5.4 的第一个要求一致）。

附录 C
(规范性)
挠曲强度的测试

C.1 器具

C.1.1 试样制备的模具

C1.1.1 一般要求

模具的确切种类没有要求,但应能够按照生产厂说明书去制备试样。C.1.1.1 和 C.1.1.2 列举了两种适宜的模具。

C.1.1.2 模具,用于制备 $(25 \pm 2) \text{ mm} \times (2.0 \pm 0.1) \text{ mm} \times (2.0 \pm 0.1) \text{ mm}$ 的试样。图 C.1 给出了一种适合的模具。模具可以由不锈钢,PMMA[聚(甲基丙烯酸甲酯)] 铸塑板或其他适合的与水门汀不发生反应的模型材料制成。脱模剂可帮助取出试样。如果使用脱模剂,脱模剂应不影响水门汀的固化。

注:例如含 3% 石蜡的正己烷溶液是一种适合的脱模剂。

单位: 毫米

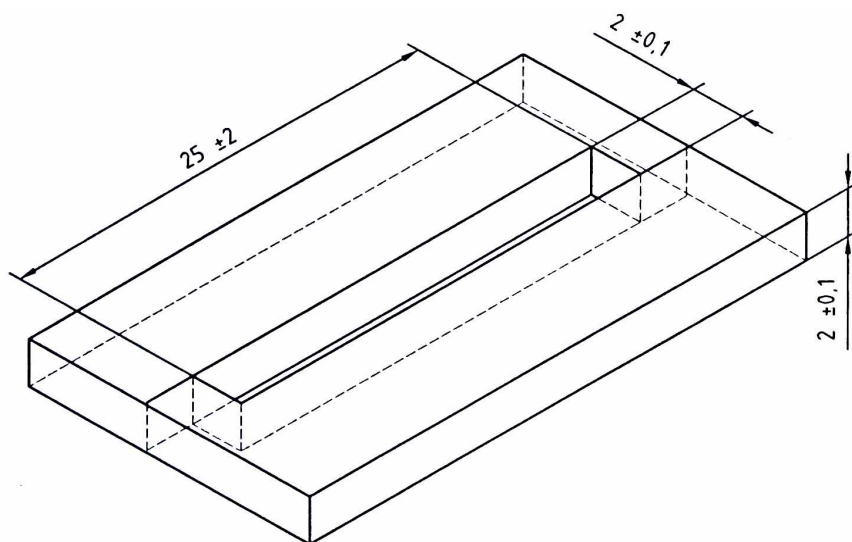


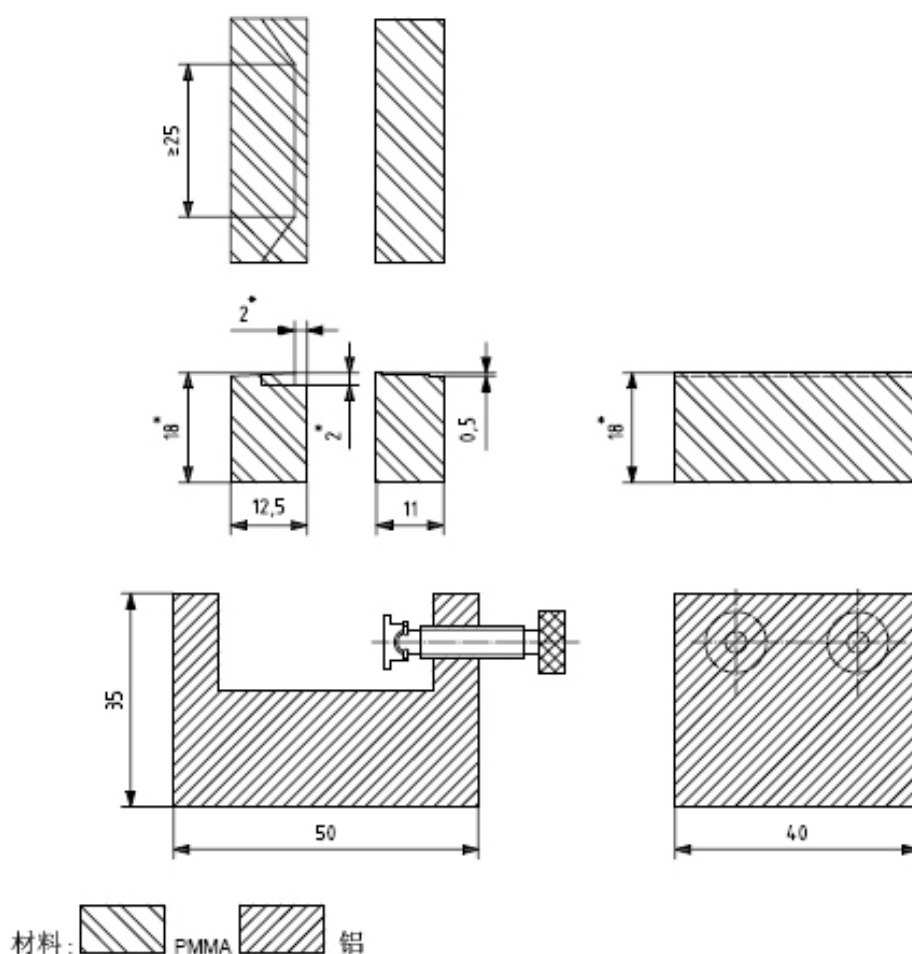
图 C.1 挠曲强度试样模具

C.1.1.3 替代模具,如图 C.2 所示的另一种试样制备模具。模具块应由避免粘着的 PMMA 板制作。定期检查模具块,当模具块损坏或磨损时应被替换。脱模剂可帮助取出试样。如果使用脱模剂,脱模剂应不影响水门汀的固化。

注:例如含 3% 石蜡的正己烷溶液是一种适合的脱模剂。

施加水平力的模具可由任何刚性材料(如图 C.2 所用的铝)制作。通过模具给水门汀加压,使水门汀固定在模具块里,同时,保持试样上下表面处于水平装配。

单位：毫米



注：除了模具剖面图中包括的指定块（标*）的高度，其他尺寸精度不严格要求。

图 C.2 另一种制备挠曲强度试样的模具设计和装配图

C.1.2 挠曲强度性能试验设备和夹具

C.1.2.1 试验设备，已校准，可提供恒定的 (0.75 ± 0.25) mm/min 的十字头速度或 (50 ± 16) N/min 的加载速率。

C.1.2.2 试验夹具，主要由两个中心距为 20mm、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，三个圆柱能构成对试样的三点加载。

C.1.2.3 刚性板，每一张有足够的面积覆盖模具（C.1.1.1 或 C.1.1.2）。

C.1.2.4 聚酯薄膜，例如牙科成型片。

C.1.2.5 水浴，温度能保持在 (37 ± 2) °C。

C.1.2.6 千分尺或等效器具，精度 0.01mm 或更精确。

C.1.2.7 小螺旋模具夹，适宜在水浴（C.1.2.5）条件中，固定组装好的试样模具。

C.1.2.8 外部能量源，由生产厂推荐（见表 2，24 项）可用于被测试水门汀。

C.1.2.9 砂纸，P150 或 P320，应符合 ISO 6344-1。

C.1.2.10 计时器，精度 1 秒。

C.2 试样制备

C.2.1 试样制备——1 类水门汀

确保模具表面清洁,若适用,可涂适合的脱模剂。按照生产厂说明书调和水门汀,立即压入模具的中央,使得水门汀向外流,水门汀稍有溢出,不要尝试形成一平面。以上步骤在水门汀的工作时间(见表2,22项)内完成。

立即将一张聚酯薄膜(C.1.2.4)和刚性板(C.1.2.3)盖在暴露的水门汀表面上,将上述组件施加一水平压力,挤出多余的水门汀。用小螺旋模具夹(C.1.2.7)夹住组件,放于水浴(C.1.2.5)中固化1h。

固化后,从模具中取出试样。用P150或P320的砂纸打磨试样以去除任何毛刺,注意不要损坏试样,然后将试样贮存在 $(37\pm2)^{\circ}\text{C}$ 的水中 $(24\pm1)\text{h}$,直至测试。

制备5个试样。

C.2.2 试样制备——2类和3类水门汀

在水门汀的工作时间(见表2,22项)内,将水门汀充填入模具,模具上下各盖一张聚酯薄膜(C.1.2.4)和刚性板(C.1.2.3)。将上述组件施加一水平压力,挤出多余的水门汀,上述步骤在水门汀的工作时间(见表2,22项)内完成,然后去掉刚性板。

将外部能量源(C.1.2.8)的输出窗口对准试样中心并抵在聚酯薄膜上,按照厂家推荐的照射时间或单位为 mW/cm^2 的辐射照度光照试样的该部分。移动输出窗口至中心位置旁边部位并交叠前面照射部位,按照上述推荐的照射时间光照试样。

注:交叠程度应覆盖不大于一半前面输出窗口照射的部位,见图C.3。

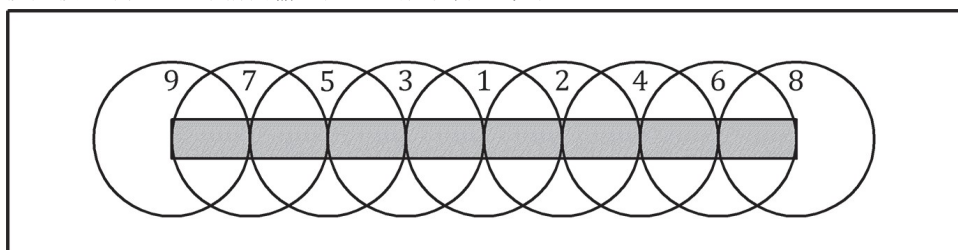


图 C.3 挠曲强度制样时的交叠照射区域示意图

注:在这个示例中,外部能量源的照射窗口直径为7mm。

用同样的方法照射试样中心部位的另一侧。不断重复上述过程直至试样全长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。

用小螺旋模具夹(C.1.2.7)夹住组件,放于 $(37\pm2)^{\circ}\text{C}$ 的水浴(C.1.2.5)中15min。然后,从模具中取出试样,标记试样的一端,以标明其为第一次固化的表面。用P150或P320的砂纸去除所有毛刺,不要打磨试样上、下表面。将试样贮存在 $(37\pm2)^{\circ}\text{C}$ 的水中 $(24\pm1)\text{h}$,直至测试。

制备5个试样。

C.3 步骤

小心地从水浴中取出每一试样,用千分尺(C.1.2.6)测量试样中央的尺寸,精确到0.01mm。不借助放大镜,肉眼检查每一试样,舍弃表面有缺陷或有气孔的试样,如需要,按照C.2制备补充的试样。

将每一个完好的试样放于 $(37\pm2)^{\circ}\text{C}$ 的水浴中,直至测试。

将试样转移到挠曲强度试验设备(C.1.2.1)上。确保试样首次固化的表面(在模具中制备时)在试验中保持在下表面(例如拉伸面)。试样应被放置在试验夹具(C.1.2.2)的中心,与三个圆柱相互垂直。将试样从水浴中取出10s内,以 $(0.75\pm0.25)\text{mm}/\text{min}$ 的十字头速度或 $(50\pm16)\text{N}/\text{min}$ 的加载速率对试样加载,直至试样断裂。

记录施加在试样上的最大载荷。

对其它 4 个试样重复上述试验。

C.4 计算和结果表达

按照下列公式计算挠曲强度， σ ，单位：MPa：

$$\sigma = \frac{3FL}{2bh^2}$$

式中

F ——施加于试样上的最大载荷，单位为 N；

L ——两支点间的距离，单位为 mm，精确到 0.01mm；

b ——测试前测量的试样中间的宽度，单位为 mm；

h ——测试前测量的试样中间的高度，单位为 mm。

C.5 结果判定

与表 1 中给出的挠曲强度限定值进行比较，若 4 个或 5 个试验结果不小于最小值，则水门汀通过试验。若 2 个或更少的试验结果满足限定值要求，则水门汀不通过试验。若 3 个试样满足限定值的要求，则再制备并测试 5 个试样。第二组所有 5 个试验结果应符合表 1 中给出的限定值。

附录 D

(规范性)

X 射线阻射性的测试

D.1 一般要求

按照 YY/T 1646-2019 和本附录测试 X 射线阻射性。

D.2 试样制备

D.2.1 试样制备器具

D.2.1.1 **试样模具**，用于制备直径 (15 ± 1) mm，厚度 (1.0 ± 0.1) mm 的试样片（例如金属垫片）。

D.2.1.2 **薄膜**，透明的，厚度 (50 ± 30) μ m，例如不与试验水门汀粘着的无网格的聚酯薄膜。

D.2.1.3 **刚性板**，对于 2 类和 3 类水门汀，应为能够透过照射光源的材质制成的板；对于 1 类水门汀，任何材质制成的板。刚性板应有足够的面积以覆盖模具（D.2.1.1）。

D.2.1.4 **恒温恒湿箱**，能够保持温度 (37 ± 2) $^{\circ}$ C 和至少 50% 的相对湿度。

D.2.1.5 **螺旋测微仪或等效器具**，精确到 0.01mm。

D.2.1.6 **单个的螺旋夹，夹子或等效器具**，用于水门汀固化中固定试样模具。

D.2.1.7 **砂纸**，P2000 或 P2500，符合 GB/T 9258.1。

D.2.1.8 **铅板**，至少 2.0mm 厚。

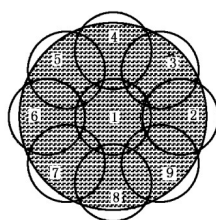
D.2.1.9 **外部能源**，生产厂推荐（见表 2，24 项）可使光固化水门汀发生聚合反应。

D.2.1.10 **计时器**，精度 1 秒。

D2.2 试样制备过程

将一片薄膜（D.2.1.2）放在一块板（D.2.1.3）上，再将模具（D.2.1.1）放在薄膜上。将水门汀填入模具至微溢，然后在水门汀上放上一张薄膜，再盖上第二块板，按压多余水门汀。将上述组件固定在螺旋夹（D.2.1.6）上，确保制备出正确厚度的试样。对于光固化水门汀，用合适的外部能源（D.2.1.9）固化，重叠照射厂家推荐的时间，或按照厂家推荐的单位为 mW/cm^2 的辐射照度光照，以获得适当的固化。采用重叠照射以确保水门汀完全固化。如图 D.1 所示。

重复上述步骤两次，制备 3 个固化的试样。



注：在这个示例中，外部能量源的照射窗口直径为 7mm。

图 D.1 X 射线阻射性制样时的交叠照射区域示意图

将上述组件放入恒温恒湿箱（D.2.1.4）中 30min。

从模具中取出试样，用螺旋测微仪（D.2.1.5）测量试验片近中心位置的厚度。厚度 (1.0 ± 0.1) mm 的试样可用。如果试样过厚，可以用砂纸（D.2.1.7）打磨至厚度达到规定的范围内。

在试验前，将试样贮存在 (23 ± 2) $^{\circ}$ C 符合 GB/T 6682 的 3 级水中不超过 7 天。为了避免试样脱水，从水中取出试样后 30min 内测试 X 射线阻射性。

检查试样的图像，当测量光密度时，避开肉眼可见的孔隙。如果孔隙不可避免，则这个试样应被替换，并重复 D.2.2 步骤制备一个新试样。

D.3 X射线阻射性试验步骤

按照 YY/T 1646-2019 的 7.3 或 7.4 测试 D.2 制备的试样。

D.4 结果处理/结果解释

按照 YY/T 1646-2019 的条款 8 处理结果。

D.5 结果评价

a) 按照 D.3 试验, 如果 1.0mm 厚的三个试样获得的 9 个 X 射线阻射性 (等效铝板) 值 $\geq 1\text{mm}$, 则水门汀被认为符合 5.6 的第 1 条要求 (见 8.2 和表 2, 14 项)。

b) 若生产厂对水门汀的 X 射线阻射值有特殊声明 (见 8.2 和表 2, 15 项), 则水门汀应符合 5.6 的第 2 条要求; 如果声称水门汀具有较强的 X 射线阻射性, 按照 D.3 和 D.4 试验, 如果三个试样获得的 9 个 X 射线阻射性 (等效铝板) 应不低于生产厂声称值。

附录 E (规范性)

色泽和色稳定性的测试——仅适用于修复（牙齿桩核重建材料除外）和粘固水门汀

E.1 一般要求

试验目的：通过比较浸水照射的试样和未浸水照射的试样，以期证明疝灯照射吸水后，水门汀的色泽稳定性。

按照 YY/T 0631 试验。

E.2 器具

E.2.1 恒温箱，带有水容器或水浴，能保持在 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

E.2.2 光源，水浴和其它器具，见 YY/T 0631。

E.2.3 薄膜，厚 $(50 \pm 30) \mu\text{m}$ ，能透过照射光，如聚酯薄膜。

E.3 试样制备

按 D.2 所述制备 2 片试样，厚度 $(1.0 \pm 0.1) \text{mm}$ ，试样边缘不必精磨。

E.4 步骤

E.4.1 结果处理

—试样 1：从模具中取出试样，将其放入黑暗的 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的水中贮存 7 天作为参照试样。

—试样 2：从模具中取出试样，将其以与第一个试样同样的方式，先贮存 $(24 \pm 2) \text{h}$ ，然后用铝或锡箔盖住第二个试样的一半。将试样转入光照室内，浸入 $(37 \pm 5)^\circ\text{C}$ 的水中，光照 $(24 \pm 2) \text{h}$ 。保证水面高于试样 $(10 \pm 5) \text{mm}$ 。光照后，去掉金属箔。然后，将试样转移到 $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒温箱中，黑暗处贮存 5 天。

E.4.2 色泽比较

7 天后，将湿润的试样 1 从恒温箱中取出，用吸水纸擦干，将其与生产厂指定的比色板（见表 2，12 项）进行色泽比较。

按 5.7 和 YY/T 0631 进行色泽比较。

E.4.3 色稳定性的颜色比较

7 天后，将试样 2 从恒温箱中取出，比较试样 2 的两个半边的颜色

按 5.7 和 YY/T 0631 进行颜色比较。

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] YY 0271.1-2016 牙科学 水基水门汀 第1部分：粉/液酸碱水门汀
 - [4] YY/T 0527-2009 牙科学 复制材料
 - [5] YY 1042-2011 牙科学 聚合物基修复材料
 - [6] ISO 3665:2011 摄影——口腔内牙科射线照相胶片和胶片包——制造商规格 (Photography — Intra -oral dental radiographic film packets — Manufacturer specification)
-