

ICS 11.060.10

C 33

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0518—2009

牙科修复体用聚合物基粘接剂

Dental polymer based adhesives for restoratives

2009-12-30 发布

2011-06-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

前 言

本标准由国家食品药品监督管理局提出。

本标准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。

本标准起草单位:北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心。

本标准参与起草单位:贺利氏古莎齿科有限公司。

本标准主要起草人:郑睿、林红、郑刚、张殿云、孙志辉、刘晓亮、李莹。

引 言

本标准推荐了具有流动性的牙科修复体用聚合物基粘接剂的检测方法。其中,粘接强度的检测方法包括拉伸方法和剪切方法,依据产品用途,可选择其中一种方法或两种方法进行检测。

若一种粘接剂既可与牙釉质粘接又可与牙本质粘接,则应分别进行牙釉质和牙本质粘接试验。

若说明书规定粘接剂与多种修复材料之间有粘接作用,则应按照说明书规定的修复材料的种类(树脂、陶瓷、金属),进行牙齿(牙本质和/或牙釉质)和修复材料(如:树脂、陶瓷、金属),或修复材料之间(如:树脂-树脂、陶瓷-金属等)的剪切或拉伸粘接强度试验。

本标准不包含对可能发生的生物学危害的定性和定量要求,但推荐在评价可能发生的生物学危害时,请参见 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》。

牙科修复体用聚合物基粘接剂

1 范围

本标准规定了具有流动性(呈液状)的牙科修复体用聚合物基粘接剂的分类、要求及检测方法。

本标准适用于修复体或修复材料与牙齿粘接、修复材料之间粘接使用的、具有流动性的聚合物基粘接剂。

本标准不包含 YY 1042《牙科学 树脂基充填、修复和粘固材料》中的聚合物基粘固材料(luting materials)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准。然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法

YY 1042 牙科学 聚合物基充填、修复和粘固材料

3 分类

3.1 按照固化方式分为以下三类:

I类:通过引发剂和催化剂,室温条件下固化的材料(自凝材料)。

II类:通过外部能源如光,使其固化的材料(外部能源激活材料)。

III类:通过外部能源可使其固化,同时又具有自凝机制的材料(双重固化材料)。

4 要求

4.1 外观

按照 6.1 试验,粘接剂应为质地均匀,无可见杂质的易流动液状物。

4.2 薄膜厚度

按 6.2 试验,薄膜厚度应不大于 25 μ m。

4.3 粘接强度

本标准推荐使用剪切或拉伸的方法检测粘接强度,生产厂可根据产品特点任意选择其中之一。

4.3.1 剪切粘接强度

按 6.3.4 试验,材料(金属、树脂、陶瓷等)与人或牛牙齿(牙釉质、牙本质)之间、修复材料(树脂与树脂、金属与陶瓷等)之间的剪切粘接强度应不小于生产厂的规定值。

4.3.2 拉伸粘接强度

按 6.3.5 试验,材料(金属、树脂、陶瓷等)与人或牛牙齿(牙釉质、牙本质)之间、修复材料(树脂与树脂、金属与陶瓷等)之间的拉伸粘接强度应不小于生产厂的规定值。

4.4 II类、III类粘接剂对环境光线的敏感性

按 6.4 试验,材料应保持物理均匀性。

4.5 I类、III类材料的工作时间

按 6.5 试验,工作时间最短不能少于 60s。

4.6 I类、III类材料的固化时间

按 6.6 试验,I类、III类材料的固化时间最长不应超过 10min。

4.7 生物相容性

参见 YY/T 0268。

5 取样

从同一批产品中抽取足量的试样用于完成所有试验及必要的重复试验。

6 试验方法

除有特殊说明外,所有试验均应在温度(23±2)℃,相对湿度(50±5)%的条件下进行。若为冷藏保存的材料,应至少提前 24 小时放到试验环境中。

试验所用水均为 3 级水(GB 6682)。

6.1 外观

用吸液管或包装瓶的滴液口,滴一滴样品于载玻片上。目测观察,液滴能够流动铺开,且材料质地均匀,无可见杂质。则符合 4.1 的要求。

6.2 薄膜厚度

按 YY 1042—2003 中 7.5 测定,应符合 4.2 的要求。

6.3 粘接强度

6.3.1 设备和器具

6.3.1.1 可提供十字头运行速度为(0.75±0.30)mm/min 的力学试验机。

6.3.1.2 低速锯;

6.3.1.3 抛光机;

6.3.1.4 聚酯薄膜;

6.3.1.5 载玻片;

6.3.1.6 卡尺,精度 0.01mm;

6.3.1.7 带有配重的加荷装置,配重质量 1kg。

6.3.2 牙齿预备和贮存

选择无龋坏、未经根管治疗的成人前牙或磨牙,或者 5 龄以下牛下颌切牙 10 颗。流水清洗,除去软组织,用低速锯在水冷却条件下切除牙根,备用。

注:备用人牙或牛牙的存放期在 4℃水中为六个月,存放期间需定期换水,防止牙齿变质;在低于-5℃冰箱中为半

年。超过存放期的牙齿不能使用。

6.3.3 试样的制备

将牙冠用超硬石膏或自凝树脂包埋在直径 20mm,高 14mm 的牙齿固定装置(牙杯)中(图 1)。暴露出牙冠的颊(唇)面,并略高于金属杯的边缘。包埋中应一直保持牙面湿润。将牙杯置于抛光模具(图 2)的孔中,与抛光机工作表面保持垂直,抛光机工作面铺设水砂纸。牙面依次经 P300、P500 水砂纸研磨,最后经 P600 水砂纸抛光,得到一直径大于 3mm 的牙釉质或牙本质平面。所得平面在 2 倍放大镜下观察应平坦、光滑。

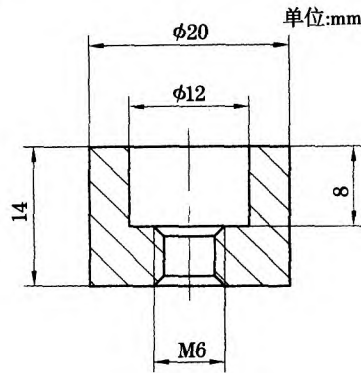


图 1 牙齿固定装置(牙杯)

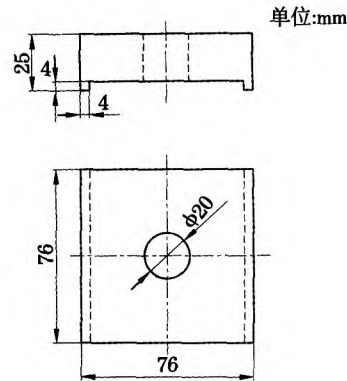


图 2 抛光模具

6.3.4 剪切粘接强度

6.3.4.1 粘接步骤

将牙杯中的牙齿表面在流动的水下冲洗 10s,并用无油气体轻吹,直到除去表面可见水。按说明书要求对牙齿表面进行处理干燥达到说明书规定的程度。将一带有直径 3mm 圆孔的单面胶带贴于处理过的牙齿表面,按说明书要求向孔中依次涂布预处理剂、粘接剂并固化。将牙杯置于粘接试样制备装置中(图 3),向上旋螺旋杆 5,并使单面胶带的圆孔对准对开模具 2 的中心孔(图 4),在牙平面与对开模具紧密接触后,旋紧螺旋杆固定螺丝 4。再将复合树脂填于对开模具的中心孔内与牙面粘接。若为光固化复合树脂,每次充填 2mm,按说明书规定的光能量、光照时间进行照射。复合树脂固化后,松开螺丝 1,通过旋转螺杆向上顶出牙杯及对开模具。打开对开模具,按照说明书要求的时间放置试样(如果需要)。用卡尺测量复合树脂柱的直径,然后置试样于(37±2)℃的水中贮存(24±1)h。试件从水中取出后,应立即进行检测。

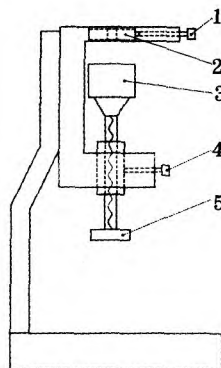


图 3 粘接试样制备装置

1——对开模具固定螺丝;2——对开模具;
3——牙杯;4——螺旋杆固定螺丝;5——螺旋杆

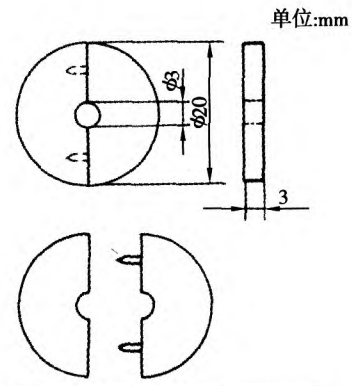


图 4 对开模具

6.3.4.2 剪切强度检测

6.3.4.2.1 器具

采用水平切刃的剪切刀,切刃的宽度为 1mm(图 6)。

6.3.4.2.2 粘接试样的固定

固定粘接试样时,应使选定的受力方向与剪切刀的运动方向一致,并保证剪切刀的直边尽量贴近粘接面,又不会在试验时接触到复合树脂小柱以外的物体。

6.3.4.3 检测

剪切强度检测在万能力学试验机上进行,将剪切试验器具放置在试验机的两平行台面之间,上台面使剪切刀向下运动,对试样施加剪切作用。上台面与剪切刀接触时,应保证对试样无冲击作用。剪切速度为 $(0.75 \pm 0.30) \text{mm/min}$ 。

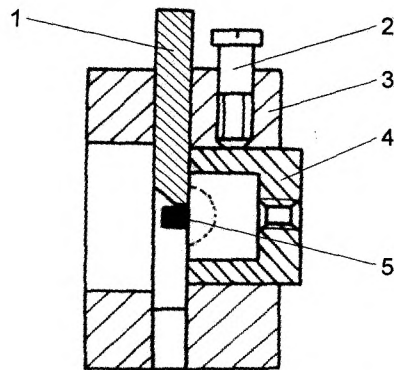


图 5 剪切加载装置组合示意图

1——剪切刀;2——固定螺丝;3——基座;4——牙杯;
5——复合树脂小柱

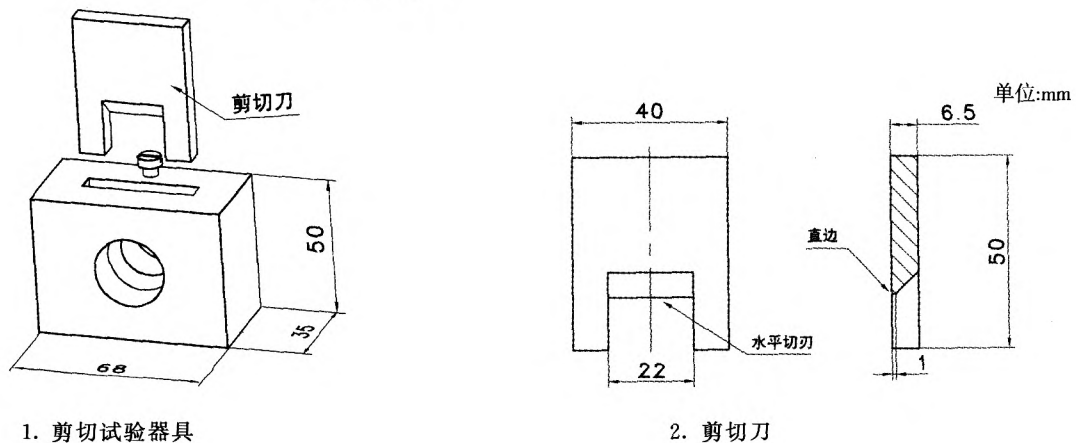


图 6 剪切加载装置分解示意图

根据下式计算剪切粘接强度:

$$F = \frac{4P}{\pi d^2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

F ——剪切粘接强度, MPa;

P ——施加的最大载荷, N;

d ——粘接直径, mm。

6.3.4.3 结果判定:

- a) 10个试样中,8个或8个以上粘接强度测定值大于或等于4.3.1的规定,则符合标准要求;
- b) 10个试样中,6个以上粘接强度测定值小于4.3.1的规定,则不符合标准要求;
- c) 若不同于上述情况,则必须重复试验。重复试验中12个试样有10个或10个以上粘接强度测定值大于或等于4.3.1的要求,则符合标准要求,否则认为不符合标准要求。

6.3.5 拉伸粘接强度

6.3.5.1 粘接柱(金属、陶瓷、树脂)的预备

粘接柱采用生产厂提供的与被检产品成分相同的预成柱。粘接柱的直径为3mm或4mm(精确到0.01mm),一端钻孔,另一端为粘接面,按照生产厂的要求对各种类型柱的粘接面进行处理(如喷砂、酸蚀、硅烷处理等)。流水冲洗,保证粘接面清洁无杂质。

6.3.5.2 瓷块的预备

采用生产厂提供的与被检产品成分相同的瓷块(10mm×10mm×3mm),按照生产厂的要求对瓷块粘接面进行处理(如酸蚀、硅烷处理等)。流水冲洗,保证粘接面清洁无杂质。

6.3.5.3 粘接步骤

将6.3.3制备的牙齿试样(或6.3.5.2预备的瓷块)在流动的水下冲洗10s,并用无油气体吹去表面可见水。按说明书要求对牙齿表面进行处理,流水冲洗,无油气体轻吹,达到说明书规定的干燥程度。将一带有直径为3mm~4mm圆孔的单面胶带贴于处理过的牙齿(或瓷块)表面,按说明书要求向孔中依次涂预处理剂、粘接剂。取6.3.5.1预备的粘接柱对准圆孔,放于牙齿(或瓷块)上,两粘接面贴紧。保持粘接柱长轴与牙齿(或瓷块)表面成90°,在粘接柱上施加1kg质量配重,保持10s。Ⅱ、Ⅲ型材料固化时,用光源紧靠粘接面从不同角度照射。固化后,按照说明书要求时间放置试样。然后置试样于(37±2)℃的水中贮存(24±1)h;或在37℃水中20h~24h后,转入5℃和55℃水浴中循环500圈,在每一温度中至少停留20s,两水浴之间的转移时间应不超过3s。试件从水中取出后应立即进行检测。

6.3.5.4 拉伸强度检测

粘接组件放入试验机拉伸夹具中,利用穿过粘接柱孔中的金属线施加拉伸载荷,加载速度为(0.75±0.30)mm/min。

按以下公式计算拉伸强度:

$$F = \frac{4P}{\pi d^2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

F ——拉伸强度,MPa;

P ——施加的最大载荷,N;

d ——粘接直径,mm。

6.3.5.5 结果判定:

- a) 10个试样中,8个或8个以上粘接强度测定值大于或等于4.3.2的规定,则符合标准要求;
- b) 10个试样中,6个以上粘接强度测定值小于4.3.2的规定,则不符合标准要求;
- c) 若不同于上述情况,则必须重复试验。重复试验中12个试样中有10个或10个以上粘接强度测定值大于或等于4.3.2的要求,则符合标准要求,否则认为不符合标准要求。

6.4 Ⅱ类、Ⅲ类粘接剂对环境光线的敏感性

按照YY 1042—2003中7.9的方法试验,结果应符合4.4的要求。

6.5 I类、Ⅲ类材料的工作时间

按照 YY 1042—2003 中 7.7 的方法试验,结果应符合 4.5 的要求。

6.6 I类、Ⅲ类材料的固化时间

按照 YY 1042—2003 中 7.8 的方法试验,结果应符合 4.6 的要求。

7 生产厂提供的包装、标识和信息

7.1 包装

材料应包装在容器或胶囊中,与材料直接接触的容器或胶囊应对材料有保护作用且对其性能无不良影响。

为了保护容器和胶囊可采用外包装。

7.1.1 外包装

每一个外包装应清晰地标明下列信息:

- a) 产品名称和/或商品名;
- b) 生产厂名称和地址;
- c) 固化方式;
- d) 推荐的贮存条件;
- e) 净质量(g)或净体积(mL);
- f) 产日期或批号;
- g) 有效期;

7.1.2 内包装

所有的内包装应清晰地标明下列信息:

- a) 产品名称和/或商品名;
- b) 生产日期或批号;
- c) 净质量(g)或净体积(mL);

7.2 产品使用说明书

产品使用说明书中应至少附有下列信息:

- a) 聚合物基质中的主要有机成分;
- b) 若无机填料,注明所占体积百分比;
- c) 临床使用说明;
- d) 操作步骤及注意事项;
- e) Ⅱ类和Ⅲ类材料推荐使用的光源和照射时间;
- f) I类和Ⅲ类材料各组分的调和比例、调和时间和固化时间(需要时);
- g) I类和Ⅲ类材料工作时间;
- h) 剪切/拉伸粘接强度值;
- i) 推荐的贮存条件;
- j) 若材料中含有药理活性成分,应予以声明;
- k) 必要时,给出关于材料的毒性、危险性、或组织刺激性等说明或警示。

7.3 中文标识应符合国家法律法规的规定。

参 考 文 献

- [1] GB/T 9258.3—2000 涂附磨具用磨料 粒度分析 第3部分:微粉 P240~P2500 粒度组成的测定
 - [2] ISO/TS 11405 牙科材料 牙齿结构的粘接测试
 - [3] YY/T 0268—2008 牙科学 口腔医疗器械生物学评价 第1单元:评价与试验
-

中华人民共和国医药
行业标准
牙科修复体用聚合物基粘接剂
YY/T 0518—2009

*

中国医药科技出版社出版发行
北京市海淀区文慧园北路甲 22 号
邮政编码:100082

网址 www.cmstp.com

电话:发行:010—62227427 邮购:010—62236938

三河市腾飞印务有限公司印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 20 千字

2011 年 5 月第一版 2011 年 5 月第一次印刷

*

书号:145067·60 定价 15.00 元

如有印装差错 由本社发行部调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)62214756