

1579

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0823—2020
代替 YY/T 0823—2011

牙科学 氟化物防龋材料

Fluoride compounds used for dental carious prevention

(ISO 17730:2014, Dentistry—Fluoride varnishes, NEQ)

2020-02-26 发布

2021-03-01 实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 YY/T 0823—2011《牙科氟化物防龋材料》，与 YY/T 0823—2011 相比，主要技术内容变化如下：

- 增加了术语和定义；
- 增加了总氟含量的技术要求；
- 增加了总氟含量的检测方法内容；
- 增加了可溶出氟含量的适用产品类型；
- 删除了 6.2.2.2 的内容；
- 更改微生物限度技术要求和检测方法（按照《中华人民共和国药典》2015 年版）；
- 对其他内容进行了编辑性修改；
- 全文条款号进行了调整。

本标准使用重新起草法参考 ISO 17730:2014《牙科学 氟漆》编制，与 ISO 17730:2014 的一致性程度为非等效。

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应承担识别这些专利的责任。

本标准由国家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、北京天一恒康医疗器械有限公司。

本标准主要起草人：张殿云、林红、张微、王永福。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- YY/T 0823—2011。

引 言

本标准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》。

本标准不包含氟化物防龋材料之外的其他含氟材料(如树脂、窝沟封闭剂)的性能要求及检测方法,这些要求及方法应遵循相应的产品标准,但在测定氟含量时可以参照本标准。

牙科学 氟化物防龋材料

1 范围

本标准规定了牙科学氟化物防龋材料的性能要求及检验方法。
本标准适用于以氟化物为有效成分,用于预防龋齿的牙科材料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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

YY 0623—2008 牙科材料可溶出氟的测定方法

ISO 11609:2010 牙科学 牙膏 设备试验方法及包装(Dentistry-Dentifrices-Requirements, test methods and marking)

ISO 17730:2014 牙科学 氟漆(Fluoride varnishes)

中华人民共和国药典(2015年版)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可溶出氟 soluble fluoride

水溶型氟化物防龋材料在水中可溶出的氟。

3.2

氟漆 fluoride varnish

含有氟化物的可涂覆的液体状口腔材料,局部应用在牙齿和填充物的外表面,主要用于预防牙齿龋坏或减少牙本质过敏。

注:参考 ISO 17730:2014(E)。

3.3

总氟 total fluoride

氟化物防龋材料树脂型产品中氟的质量分数。

注:参考 ISO 17730:2014(E)。

4 分类

按剂型分为水溶型和树脂型:

——水溶型产品(如凝胶、液剂、泡沫、糊剂),直接涂于牙面或借助牙托和牙面接触,用后可用水漱洗干净。

——树脂型产品(如氟漆),涂抹在牙齿表面上,用后在牙面形成薄膜。

5 要求

5.1 pH

按 7.2 试验,试样的 pH 应在 3~10.5 范围内,除非制造商另有规定和说明。

5.2 可溶出氟含量(适用于水溶型产品)

按 7.3 试验,试样可溶出氟含量的偏差值应不大于制造商规定值的±10%。除非制造商另有规定。

5.3 总氟含量(适用于树脂型产品)

按照 7.4 规定方法或其他等效方法测试,总氟含量与包装标称值的偏差不应超过包装标称值的±20%。

5.4 重金属总含量(以 Pb 计)

按照 7.5 的方法进行试验,样品的重金属总含量(以 Pb 计)应小于 20 mg/kg。

5.5 砷含量

按照 7.6 的方法进行试验,样品的砷含量应小于 5 mg/kg。

5.6 微生物限度(适用于水溶型产品)

5.6.1 需氧菌总数:不大于 10^2 CFU/g 或不大于 10^2 CFU/mL。

5.6.2 霉菌与酵母菌总数:不大于 10^1 CFU/g 或不大于 10^1 CFU/mL。

5.6.3 铜绿假单胞菌:不得检出。

5.6.4 金黄色葡萄球菌:不得检出。

5.6.5 大肠埃希菌:不得检出。

注: 10^1 CFU:表示可接受的最大菌数为 20。

10^2 CFU:表示可接受的最大菌数为 200。

6 取样

被试样品应取自同一批号的零售包装或多个包装的材料,且数量能满足规定的测试和必要的重复试验。

7 试验方法

7.1 总则

所有试验除特殊说明外,均应在温度 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ 、湿度 $(50 \pm 5)\%$ 的条件下进行。若为冷藏保存的材料,应至少提前 4 h 放到试验环境中。

试验所用水及去离子水均应符合 GB/T 6682—2008 二级水。

7.2 pH

7.2.1 器具

7.2.1.1 酸度计和 pH 电极,准确度: pH 0.02。

7.2.1.2 塑料片,尺寸为 60 mm×20 mm 的聚乙烯或聚四氟乙烯片,厚度不低于 0.30 mm。

7.2.2 试验步骤

试验步骤如下:

- 用酸度计和 pH 电极(7.2.1.1)测定样品的 pH,每次测定后充分冲洗电极,直到所显示数字接近空白溶液,再进行下一个样品的测试。
- 凝胶、液剂、糊剂等水溶性样品:将试样浸没 pH 电极的测试端头,待酸度计显示值至少稳定 1 min,读取数值。
- 对稠度很大的样品,宜按照 ISO 11609:2010 中 5.2.1 的方法,取一份样品加三份水(重量比),混匀,待酸度计显示值稳定 1 min 时,读取该数值。
- 泡沫型:打开装样品的容器,倒出容器底部的液体部分于 20 mL 的烧杯中,使液体浸没 pH 电极的测试端头,待酸度计显示值稳定 1 min 时,读取该数值。
- 树脂型:取一片清洁的塑料片(7.2.1.2),塑料片一端 20 mm 处画一横线,从另一端到横线处,在塑料片两面一次性涂一层样品,按照说明书规定的方法处理或固化。如果说明书中未规定涂覆后处理方法,则在涂覆完成后,在(37±2)℃下悬挂放置 5 min。将带有样品的面全部悬挂浸入装有 25 mL 水和磁力搅拌的塑料烧杯中,以 300 r/min 转速搅拌 5 min。将 pH 电极的测试端头浸没在上述溶液中,待酸度计显示值稳定 1 min 时,读取该数值。

7.2.3 结果判定

结果判定如下:

- 每种产品取两次样,两次结果均符合 5.1 的规定,则符合标准要求。
- 两次结果中若有一次不符合 5.1 的规定,则重新取三次样,再次试验,三次结果均符合 5.1 的规定。该项目符合本标准要求,否则为不符合本标准要求。

7.3 可溶出氟含量

7.3.1 校准工作曲线

7.3.1.1 总离子强度调节缓冲液(TISAB II)。

7.3.1.2 氟标准原液:100 μg/mL。

7.3.1.3 标准溶液:0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL。

7.3.1.4 根据 YY 0623—2008 要求的设备和试验方法,配制标准溶液(7.3.1.3)并绘制校准工作曲线。

被测试样溶液的氟浓度应在标准溶液浓度范围内,若超出最大标准溶液浓度,应对被测试样溶液稀释。

7.3.2 检测方法

按照 YY 0623—2008 中 2.4.4.1(方法一)和 2.5 检测氟的含量。

7.3.3 结果判定

结果判定符合以下要求:

- 每种样品取两次样,按上述方法分别进行试验,两次结果均应符合 5.2 的规定。
- 若两次结果中有一次不符合 5.2 的规定,则再重新取三次样再次试验,三次结果均应符合 5.2 的规定,则该项目符合本标准要求,否则为不符合本标准要求。

7.4 总氟含量

7.4.1 试剂和溶液

7.4.1.1 总离子强度调整缓冲液(TISAB)。

注：TISAB II：氯化钠 5.8% (质量分数)，乙酸 5.7% (质量分数)，CDTA 0.4% (质量分数)，用浓度为 5 mol/L 的氢氧化钠调整 pH 到 5.0~5.5。例如 TISAB II (Orion Reserch)。

7.4.1.2 50% 稀释的 TISAB 溶液，用去离子水按 1:1 体积比稀释 TISAB。

7.4.1.3 氟化钠标准溶液原液，0.10 mol/L 标准氟化钠溶液。

7.4.1.4 三氯甲烷，分析纯。

7.4.1.5 氢氧化钾，1 mol/L。

7.4.2 仪器

7.4.2.1 带盖的耐三氯甲烷容器，容积为 25 mL 或大于 25 mL。

7.4.2.2 天平，精度 0.000 1 g。

7.4.2.3 磁力转子。

7.4.2.4 磁力搅拌仪。

7.4.2.5 移液管，能够移取 1 mL 溶液，精确至 0.01 mL。

7.4.2.6 氟离子电极(F-ISE)，配备参比电极，或者 F-ISE/参比电极的复合电极。

7.4.2.7 塑料容器，塑料瓶、烧杯或小容器，容积至少 25 mL。

7.4.2.8 pH/mV 电位计(酸度计)，灵敏度±0.1 mV。

7.4.3 试验步骤

7.4.3.1 环境条件

在(23±2)℃条件下测试。

7.4.3.2 标准溶液的准备

连续稀释氟化钠标准溶液原液(7.4.1.3)，配制氟化钠浓度为 10^{-2} mol/L、 10^{-3} mol/L、 10^{-4} mol/L、 10^{-5} mol/L 的标准溶液。

7.4.3.3 绘制校准曲线

按照以下步骤绘制校准曲线：

- 移取 5.0 mL 每一个浓度的标准溶液(7.4.3.2)分别置于塑料容器(7.4.2.7)中。
- 加 5.0 mL TISAB 溶液至各自的容器中，加入磁力转子(7.4.2.3)，彻底搅拌均匀。
- 将氟电极和参比电极(7.4.2.6)插入盛有第一个标准溶液的塑料容器的液体中。
- 在电位稳定时读取以毫伏为单位的电位值，精确至 0.1 mV。
- 至少测量两次电位，直至两次的读数差异小于 0.2 mV。
- 按照 c)~e) 的步骤测量其他标准溶液。
- 绘制毫伏电位与标准溶液(7.4.3.2)氟离子浓度对数的校准曲线。

注：校准曲线应该是直线，并且曲线的斜率应不小于 55 mV 每梯度($-\log_{10}[F]$)，决定系数(r^2)应大于 0.98。

7.4.3.4 样品准备

按照以下步骤制备样品溶液：

- a) 打开带盖的耐三氯甲烷的瓶子(7.4.2.1)的盖子,例如称量瓶,放到天平上回零。
 - b) 称量约 0.05 g~0.15 g 树脂型产品到容器(7.4.2.1)的底部。
 - c) 称量并记录树脂型产品的质量,精确至 0.000 1 g。
 - d) 如果树脂型产品中含有氟化硅,在盛有树脂型产品的容器中加入 1 mol/L 的 KOH(7.4.1.5),并且混合 5 min,如果氟漆中不含氟化硅跳过该步骤。
 - e) 在容器中加入(4±0.5) mL 三氯甲烷(7.4.1.4)并搅拌。
 - f) 在三氯甲烷+样品中加入(10.0±0.1) mL TISAB 缓冲液。
 - g) 盖上盖子充分晃动混合物,将树脂型产品溶解到三氯甲烷中,所有的氟溶解到 TISAB 中,松动瓶盖将瓶内的压力短暂释放后重新盖紧。
 - h) 加入磁力转子(7.4.2.3)。
 - i) 在室温下搅拌至少 1.5 h。
- 注:在某些情况下,TISAB/三氯甲烷/树脂型产品在磁力搅拌下溶解不是很充分,必要时将旋转器放入样品瓶中,或振荡样品瓶,以便更好地混合。
- j) 关闭磁力搅拌器至少 2 h(保证三氯甲烷和 TISAB 分离)。
 - k) 如果上层(水相)不均匀,在进一步取样稀释前,应将这一层轻轻混匀。

7.4.3.5 样品分析

按照以下步骤进行样品分析:

- a) 移取水层(TISAB)1.0 mL(避免含有底层的三氯甲烷部分)加入到 25 mL 容器(7.4.2.7)中。
- b) 移取 1.0 mL 去离子水加入同一容器。
- c) 该容器内加入 18.0 mL 50% 稀释的 TISAB 溶液并搅拌。
- d) 将氟离子选择电极和参比电极(7.4.2.6)插入瓶(7.4.2.7)中的样品液中。在稳定的电位差时,记录 mV 为单位的电位值,精确至 0.1 mV。
- e) 应用标准溶液(7.4.3.2)绘制的校准曲线(7.4.3.3)确定样品溶液中的氟离子浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

7.4.4 计算

按照以下步骤进行计算:

- a) 通过校准曲线(7.4.3.3)确定稀释的样品溶液中表观的氟离子浓度 $[F_{\text{dil}} \text{ mol/L}]$ 。
- b) 产品中的氟浓度(mmol/g)等于 $[F_{\text{dil}}]$ 乘以 100 再除以树脂型产品质量。

注:当计算 7.4.3.3 b) 中的氟浓度时,由于标准溶液和样品溶液得到相同的稀释,通常忽略由于添加 TISAB 产生的 50% 稀释的体积因素,若校准曲线计算式应用的是实际的氟浓度时(含有 50% 的 TISAB 稀释因素),那么在计算样品溶液中的氟离子浓度时,该因素应用到 7.4.4 b) 中的计算中,在 100 的地方换成 200。

- c) $[\text{mgF/g}] = [F] \text{ mmol/g} \times 19\ 000$ 。
- d) $[\text{mgNaF/g}] = [F] \text{ mmol/g} \times 41\ 990$ 。
- e) 氟质量分数 = $[\text{mgF/g}] / 10\ 000$ 。
- f) 氟化钠质量分数 = $[\text{mgNaF/g}] / 10\ 000$ 。

7.5 重金属总含量

按照《中华人民共和国药典》(2015 年版)四部 0821,重金属检查法的方法进行,应符合 5.4 的规定。

7.6 砷含量

按照《中华人民共和国药典》(2015 年版)四部 0822,砷盐检查法或等效的方法进行,应符合 5.5 的

规定。

7.7 微生物含量

按照《中华人民共和国药典》(2015年版)四部 1105~1107 非无菌产品微生物限度检查规定进行,应符合 5.6 的规定。

8 包装标识、说明书及标签的要求

8.1 外包装

产品应至少包括以下信息:

- a) 产品名称、型号、规格;
- b) 制造商名称;
- c) 制造商地址和联系方式;
- d) 生产日期;
- e) 有效期;
- f) 推荐的贮存条件;
- g) 包装内产品的数量及净重;
- h) 有效成分的化学名称及浓度;
- i) 必要的警示或提示。

8.2 内包装

所有的内包装应清晰地标明下列信息:

- a) 产品名称;
- b) 生产日期;
- c) 有效期;
- d) 推荐的贮存条件;
- e) 被包装物的净重;
- f) 氟的含量。

8.3 产品使用说明书

产品使用说明书中应附有下列信息:

- a) 产品名称、型号、规格;
- b) 制造商名称、商标;
- c) 制造商地址和联系方式;
- d) 推荐的贮存条件,以及在此条件下的有效期;
- e) 每个包装内产品的净重;
- f) 产品的有效化学成分(氟化物)的名称及氟的含量;
- g) 临床使用方法;
- h) 推荐的辅助器材及使用这些器材的方法;
- i) 必要的警示或提示。

参 考 文 献

- [1] 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(ISO/FDIS 7405:2008,NEQ)
-

中华人民共和国医药
行业 标准
牙科学 氟化物防龋材料
YY/T 0823—2020

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

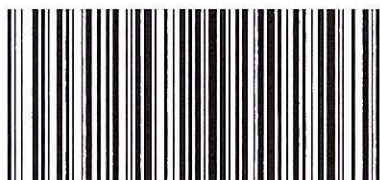
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2020 年 3 月第一版 2020 年 3 月第一次印刷

*

书号: 155066·2-34774 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



YY/T 0823-2020