ICS 11.060.10
C 33

846

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0824—2011

牙科氢氧化钙盖髓、垫底材料

Dental calcium hydroxide pulp capping and lining materials

2011-12-31 发布　　2013-06-01 实施

国家食品药品监督管理局　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

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。

本标准主要起草单位:北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心。

本标准参加起草单位:上海二医张江生物材料有限公司。

本标准主要起草人:林红、张殿云、郑睿、江岚、陆渊智、徐大年。

引　言

进行深龋治疗时，在洞底近髓的牙本质上放一层材料，以隔绝外界刺激经牙本质小管影响牙髓的方法称护髓垫底，所用材料称护髓垫底材料或垫底材料。在极为近髓处的牙本质表面放一层护髓材料，起到保护牙髓、促进修复性牙本质形成的作用，称间接盖髓，所用材料称间接盖髓材料。随着材料的发展，护髓垫底材料和间接盖髓材料有合二为一的趋势。而将材料直接置于深龋露髓处，以保护牙髓的活力、并促进修复性牙本质形成的材料称为直接盖髓材料。

盖髓材料包括用于牙齿近髓窝洞的间接盖髓材料或露髓时的直接盖髓材料。以氢氧化钙为基质的盖髓材料的临床效果已得到公认。但并不是所有氢氧化钙材料都可以作为直接盖髓材料的，如光固化氢氧化钙目前主要用于间接盖髓或护髓垫底。

氢氧化钙材料的成分比较复杂，本标准中未规定统一的氢氧化钙含量的测定方法，只是给出了资料性附录供制造商参考选择。每种测定方法均有其局限性，制造商应根据其产品特点，选择或规定其产品氢氧化钙含量测定方法。

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

牙科氢氧化钙盖髓、垫底材料

1 范围

本标准规定了牙科氢氧化钙盖髓、护髓垫底材料的理化性能要求和试验方法。

本标准适用于产品说明书中声明具有直接盖髓或间接盖髓作用的氢氧化钙材料。

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

GB/T 9258.1—2000 涂附磨具用磨料 粒度分析 第1部分：粒度组成

GB/T 9937.2—2008 口腔词汇 第2部分：口腔材料

GB/T 23947.1—2009 无机化工产品中砷测定的通用方法 第1部分：二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

YY 0271.1—2009 牙科水基水门汀 第1部分：粉/液酸碱水门汀

YY 0271.2—2009 牙科水基水门汀 第2部分：光固化水门汀

YY 1042—2011 牙科学 聚合物基修复材料

3 术语和定义

GB/T 9937.2 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

氢氧化钙水门汀 calcium hydroxide cement

主要成分为氢氧化钙，能与有机螯合剂(如水杨酸酯)反应的衬层或盖髓材料。

注：引自 GB/T 9937.2—2008。

3.2

直接盖髓材料 direct pulp capping materials

将材料直接置于深龋露髓处，以保护牙髓的活力、并促进修复性牙本质形成的材料。

3.3

间接盖髓材料 indirect pulp capping materials

在极为近髓处的牙本质表面放置的一层隔绝外界刺激、保护牙髓的材料。

3.4

非固化氢氧化钙材料 non-setting calcium hydroxide materials

临床治疗操作过程中，在氢氧化钙材料上方使用其他衬层、垫底或充填材料时，尚不能固化的氢氧化钙材料。

4 分类

4.1 根据应用分为：

a) 氢氧化钙直接盖髓材料；
b) 氢氧化钙间接盖髓材料；
c) 氢氧化钙护髓垫底材料。

4.2 根据材料在使用过程中是否固化分为：

a) Ⅰ类：固化类；
根据固化机制又分为：
1) 1型：常温固化的材料(自凝材料)；
2) 2型：通过外部能源使其固化的材料(如光固化材料)。
b) Ⅱ类：非固化类。

5 要求

5.1 通用要求

5.1.1 外观

按6.1进行试验。
粉剂应清洁无杂质，着色的粉剂色素分布应均匀。
液剂应澄清，无外来杂质、无沉淀物。
糊剂质地均匀，无外来杂质。着色的糊剂色素分布应均匀。
若制造商对产品另有说明，产品外观应与制造商的产品说明一致。

5.1.2 酸溶砷和铅含量

按6.2进行试验。
砷≤2 mg/kg。铅≤100 mg/kg。

5.1.3 X射线阻射性(若制造商声称有X射线阻射性)

按6.3进行试验。
若制造商声称其产品具有X射线阻射性，则其X射线阻射性应至少相当于与材料同等厚度的铝板。
且不能比制造商规定的铝板厚度值低0.5 mm。

5.1.4 氢氧化钙含量

氢氧化钙的含量的检测值与其产品标称值允许有±5%的相对误差，即检测值应在“标称值×(1±0.05)”范围内。
由制造商指定的附录A或附录B的一种方法进行测试。若上述两种方法均不适用，则由制造商提供测试方法。

注：若制造商说明书中给出的是其中某一组分的氢氧化钙含量，则只需直接测试该组分，而不需要调和或固化材料。

5.1.5 pH

按6.4进行试验。
Ⅰ类1型材料的pH应≥9.0。
Ⅰ类2型材料的pH应≥8.0。
Ⅱ类材料的pH应≥9.0。

5.2 固化类(Ⅰ类)材料的物理机械性能

应符合表1的规定。

固化时间、抗压强度、挠曲强度、固化深度和环境光线敏感性分别按6.5、6.6、6.7、6.8和6.9进行试验。

表1 固化类(Ⅰ类)材料的性能要求

项目	Ⅰ类1型	Ⅰ类2型
固化时间	不大于制造商的标示值	—
抗压强度	≥5 MPa	
挠曲强度	—	≥10 MPa
固化深度	—	不小于1.0 mm。 若制造商声称其产品固化深度值较大，则测量值不应低于制造商声称值0.5 mm
环境光线敏感性	—	能保持物理均匀性

6 试验方法

所有试验均应在温度为(23±2)℃，相对湿度为(50±5)%的环境中进行。试验前，材料和器具应在上述环境中放置2 h以上。

若无特殊规定，本试验中使用的实验用水为蒸馏水或符合GB/T 6682的3级水。

6.1 外观

将试样置于载玻片上，在日光下以白色为背景，目测观察。

6.2 酸溶砷和铅含量

6.2.1 器具及试剂

6.2.1.1 分样筛，孔径75 μm。

6.2.1.2 电子天平，精度为0.001 g。

6.2.1.3 恒温箱，能保持温度在(37±1)℃。

6.2.1.4 浓盐酸，36%(质量分数)(ρ=1.18 g/mL)。

6.2.1.5 20%(体积分数)稀盐酸，由20 mL浓盐酸(6.2.1.4)注入80 mL水稀释而得。

6.2.2 试样制备

对固化类材料，按照制造商说明书制备试样。

对Ⅰ类1型材料，将调和好的材料放入一洁净塑料袋内，将塑料袋封口。用手指压袋中的材料，使其成一薄片。将该片放入37 ℃恒温箱(6.2.1.3)中24 h。24 h后，将固化后的材料片用玛瑙研钵研磨粉碎。称取能通过75 μm(200目)筛的2 g材料，置于150 mL的烧瓶中，加入50 mL稀盐酸(6.2.1.5)。盖上塞子，振荡烧瓶16 h。

对Ⅰ类2型材料，按照制造商说明书使材料固化成一薄片。用玛瑙研钵研磨粉碎。称取能通过75 μm(200目)筛的2 g材料，置于150 mL的烧瓶中，加入50 mL稀盐酸(6.2.1.5)。盖上塞子，振荡

烧瓶 16 h。

对非固化类材料，将按照制造商说明书调和的材料，称取 2 g 材料置于 150 mL 的烧瓶中，加入 50 mL 稀盐酸(6.2.1.5)，振荡烧瓶 16 h。

将上述制备好的溶液移至离心管中，离心 10 min。吸出上清液，放入一容器中，并盖紧容器盖。

6.2.3 砷含量测定方法

取适量的按 6.2.2 制备的溶液，按 GB/T 23947.1—2009 的规定测定砷的含量。

6.2.4 铅含量测定方法

取适量的按 6.2.2 制备的溶液，用原子吸收法或等效或更高敏感度的方法测定铅的含量。

6.2.5 结果判定

砷和铅含量应符合 5.1.2 的要求。

6.3 X 射线阻射性

按照 YY 0271.2—2009 中 7.6 测试并进行结果判定，应符合 5.1.3 的要求。

6.4 pH

6.4.1 仪器

6.4.1.1 pH 计，精度 0.01。

6.4.1.2 电子天平，精度为 0.01 g，或等效的器具。

6.4.2 试样制备

对固化类材料，将按照制造商说明书制备固化(24±1)h 的材料，粉碎，称取能通过 75 μm(200 目)筛的材料。

对非固化类材料，直接称取按照制造商说明书调和的材料。

用蒸馏水或符合 GB/T 6682—2008 的 3 级水以质量比为 1∶10(试样∶水)进行稀释，搅拌溶解 5 min，制成待测试样，备用。

6.4.3 校正

按仪器使用说明，选择合适的标准缓冲溶液在规定的温度或在温度补偿线条件下校正 pH 计(6.4.1.1)。

6.4.4 测定

将待测样品，洗涤用水和缓冲液调定至规定温度，同时调节温度校正仪器。

仪器校正后，先用符合 GB/T 6682—2008 的 3 级水洗涤电极，然后用滤纸吸干，将电极插入待测试样中，使电极浸没，待 pH 值读数稳定，记录。彻底清洗电极，待用。重新制样，按上述测试过程再次测试，记录两次测试结果的平均值。

6.4.5 结果判定

若两次测试结果的平均值达到 5.1.5 的要求，则符合要求。

6.5 固化时间

6.5.1 器具

6.5.1.1 恒温恒湿箱：温度为(37±1)℃，相对湿度不低于90%。

6.5.1.2 压头，质量为(400±5)g，端面为直径(1.0±0.1)mm的平面，长约为5 mm。

6.5.1.3 金属模具，如图1所示。

单位为毫米

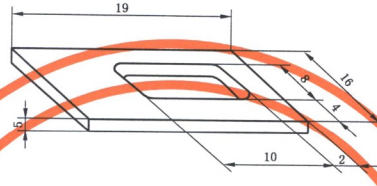

图1 固化时间试样模具

6.5.1.4 金属块，体积不小于8 mm×75 mm×100 mm。

6.5.1.5 铝箔片。

6.5.1.6 计时器，精确到±1 s。

6.5.2 试验步骤

将按制造商说明书调和好的材料充满置于铝箔片上的金属模具(6.5.1.3)中，刮平表面。在调和结束后60 s时，将上述金属模具及铝箔片移到恒温恒湿箱(6.5.1.1)内的金属块(6.5.1.4)上，并确保金属模具、铝箔片和金属块充分接触。

调和结束90 s后，小心地将压头(6.5.1.2)垂直下降至材料表面，并停留5 s。测定材料的近似固化时间，并在30 s内重复试验，大约在近似固化前30 s每隔10 s放下压头压一次，直到压头不能完全穿透2 mm材料时为止。必要时在两次试验之间清洁压头，重复上述过程，记录从调和结束至压头不能完全穿透2 mm材料的时间。

注：每次放下压头时，压头不应在材料的同一位置上。

6.5.3 结果判定

记录三次结果，每次结果都应符合表1的规定。

6.6 抗压强度

6.6.1 器具

6.6.1.1 恒温恒湿箱，温度为(37±1)℃，相对湿度不低于30%。

6.6.1.2 试验模具(见图2)：由对开模具、上下盖板和C形夹组成。模具由不锈钢或其他不受氢氧化钙腐蚀的材料制成。

对开模具[见图2a)]，内径为ϕ(4±0.1)mm，厚度为(6±0.1)mm。

对开模具和上下盖板[见图2b)]。

C形夹[见图2c)]，用以夹持对开模具和上下盖板组合。

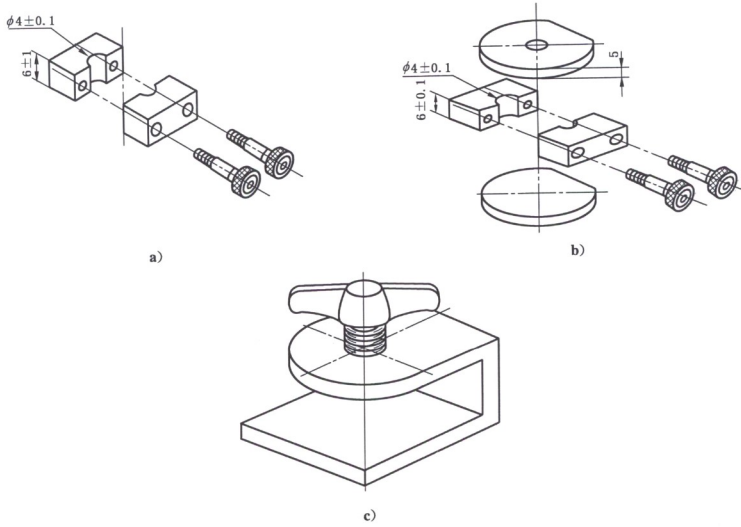

图 2　抗压强度试样模具及 C 形夹

6.6.1.3　力学试验机：加荷速度为(0.75±0.3)mm/min。

6.6.1.4　聚酯薄膜：厚度(50±30)μm。

6.6.1.5　符合 GB/T 9258.1—2000 的 P400 碳化硅水砂纸。

6.6.2　试样制备

在模具内壁均匀涂上一层硅脂。将按照制造商说明书调和的氢氧化钙材料，从调和开始计时，在 60 s 内充满放在下盖板上的对开模具(6.6.1.2)并稍超充，盖上一层聚酯薄膜，再盖上上盖板，用 C 形夹夹紧。

对于自凝固化类(Ⅰ类Ⅰ型)材料，从调和开始计时至 2 min 时，将整个试件组件移入恒温恒湿箱(6.6.1.1)中。从调和开始计时 1 h 后，去除上下盖板。用沾有水的 P400 砂纸将试样两端磨平，端面应与长轴垂直。然后取出试样并剔除有气泡、边缘破损和有缺陷的试样。

按上述步骤制备 5 个试样。每制备好一个试样应立即浸入蒸馏水中，并于(37±1)℃恒温恒湿箱(6.6.1.1)中放置(23±0.5)h。

6.6.3　抗压强度测试

取出试样，立即在相互垂直的方向上测其直径，取平均值，精确到 0.01 mm。并立即将试样放在试验机的加荷装置两板之间，沿试样长轴方向加荷。记录试样碎裂时所施加的最大负荷。

6.6.4　试验结果

按式(1)计算抗压强度：

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

式中：

P ——抗压强度，单位为兆帕(MPa)；

F ——最大负荷，单位为牛(N)；

d ——试样直径，单位为毫米(mm)。

6.6.5 结果判定

如果4个或5个试样的结果低于表1的规定，则认为材料抗压强度不符合表1的要求。

如果4个或5个试样的结果不低于表1的规定，则认为材料抗压强度符合表1的要求。

如果试验结果不同于以上情况，必须加做10个试样，两组试验的15个试样的结果至少有12个试样结果不低于表1的规定，则认为材料抗压强度符合表1的规定。

6.7 挠曲强度

按照YY 0271.2—2009中7.5测试，应符合表1挠曲强度的要求。

6.8 固化深度

按照YY 0271.2—2009中7.4测试，应符合表1固化深度的要求。

6.9 环境光线敏感性

按照YY 1042—2011中7.9测试，应符合表1环境光线敏感性的要求。

7 包装、标识和信息

7.1 概述

除至少符合7.3和7.4的规定外，制造商可以根据相关法规的要求提供更多的信息。

7.2 包装

各组分包装应密封，包装材料不与内容物反应或使内容物污染。

7.3 标识

每一外包装和/或内包装容器应清晰的标明以下信息：

a) 制造商的名称和地址；

b) 产品名称；

c) 产品批号，能追溯到制造商记录的编号；生产日期和/或有效期；

d) 粉剂或糊剂的质量(g)、液剂的体积(mL)；

e) 贮存条件。

7.4 产品说明书和信息

每一最小零售包装中都应附有制造商说明书和信息。除应符合国家一般规定外，说明书和信息至少包括：

a) 产品名称；

b) 使用说明和临床应用说明；

c) 调和方法及各组分的混合比例；

d) 指明氢氧化钙含量，材料是否含有任何治疗作用的成分，并在材料使用说明书中予以声明；

e) 推荐的贮存条件；

f) 给出关于材料的毒性、危害、可燃性或组织刺激性等专门说明或警示；

g) 如果产品有无菌声明，应有适当的标识和说明。

附 录 A
（资料性附录）
络合滴定法测定氢氧化钙含量

A.1 器具和溶液

A.1.1 电子天平：精度为 0.001 g。

A.1.2 磁力搅拌仪。

A.1.3 盐酸溶液：浓度约为 1.0 mol/L。

A.1.4 乙二胺四乙酸二钠标准溶液：浓度约为 0.1 mol/L。

A.1.5 水：符合 GB/T 6682—2008 的 3 级水。

A.1.6 甲基红指示液：浓度 0.1%。

A.1.7 氨试液：取浓氨溶液 40 mL，加水至 100 mL。

A.1.8 氨-氯化铵缓冲液(pH10.0)：取氯化铵 5.4 g，加水 20 mL 溶解后，加浓氨溶液 35 mL，再加水稀释至 10 mL。

A.1.9 稀硫酸镁溶液：取硫酸镁 2.3 g，加水溶解成 100 mL。

A.1.10 铬黑 T 指示剂：取铬黑 T 0.1 g，加氯化钠 10 g，研磨均匀。

A.2 步骤

称取样品约 1.0 g，置 150 mL 烧杯中，加浓度约为 1.0 mol/L 的适量盐酸溶液(A.1.3)用磁力搅拌仪(A.1.2)搅拌溶解 60 min，过滤后移入 100 mL 容量瓶中，清洗烧杯和滤渣 3 次，将清洗液移入容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

精密量取上述溶液 10 mL，置锥形瓶中，加甲基红指示液(A.1.6)1 滴，再加适量的氨试液(A.1.7)至溶液显微黄色。另取水 10 mL，加氨-氯化铵缓冲液 (A.1.8)10 mL、稀硫酸镁溶液(A.1.9)1 滴与铬黑 T 指示剂(A.1.10)少许，倾入上述锥形瓶中。用乙二胺四乙酸二钠标准液 (A.1.4)滴定至溶液由紫红色转变为纯蓝色。并将滴定的结果用空白试验校正。

秤取相同量的对照试剂制取空白溶液。对照试剂为由制造商提供的将产品中的氢氧化钙用二氧化硅或其他不含钙的材料代替所制成的材料。

根据式(A.1)计算氢氧化钙的含量：

$$x=\frac{(V_1-V_0)\times c\times 10^{-3}\times 74}{m}\times\frac{100}{10}\times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (A.1)$$

式中：

x ——氢氧化钙的含量，%；

V_1——滴定样品所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_0——空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——称量样品的质量，单位为克(g)。

注：试验原理：以铬黑 T 为指示剂，在 pH 10.0 缓冲液中，用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定，以消耗的乙二胺四乙酸二钠的量计算钙离子的量，通过钙离子的量推算氢氧化钙的量。

附 录 B
（资料性附录）
酸碱滴定法测定氢氧化钙含量（返滴定法）

B.1 器具和溶液

B.1.1 电子天平：精度为 0.001 g。

B.1.2 pH 计：精度 0.01。

B.1.3 磁力搅拌仪。

B.1.4 盐酸溶液：浓度约为 1.0 mol/L。

B.1.5 氢氧化钠标准溶液：浓度约为 1.0 mol/L。

B.2 试样制备

对固化类材料，将按照制造商说明书制备的材料固化后粉碎，称取通过 75 μm（200 目）筛的样品（1.0±0.1）g 于 150 mL 烧杯中；对非固化类材料，称取按照制造商说明书调和的样品（1.0±0.1）g 于 150 mL 烧杯中。加入浓度为 1.0 mol/L 盐酸溶液（B.1.4）35 mL，搅拌溶解 60 min，加入蒸馏水或符合 GB/T 6682—2008 的 3 级水 30 mL，搅拌均匀，制成供试液。

B.3 试验步骤

用氢氧化钠标准溶液（B.1.5），在磁力搅拌条件下对供试液进行缓慢滴定。用 pH 计（B.1.2）测试溶液的 pH 值，当 pH 计显示 pH 突越至 8 以上时，立即停止滴定，记录所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，记为 V_1。

同时秤取相同量的对照试剂制做空白试验，记录空白试验所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，记为 V_0。

对照试剂为由制造商提供的将产品中的氢氧化钙用二氧化硅或不含钙的材料代替所制成的材料。

根据式（B.1）计算氢氧化钙的含量：

$$x=\frac{(V_0-V_1)\times c\times 10^{-3}\times 74}{2m}\times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (B.1)$$

式中：

x ——氢氧化钙的含量，%；

V_0——空白试验所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1——滴定样品所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——称量样品的质量，单位为克（g）。

按上述方法测试两次，两次测试结果的平均值应符合 5.1.4 的要求。

注：试验原理：酸碱中和反应。先通过加入过量盐酸，使材料中的碱全部被中和，再用氢氧化钠溶液滴定剩余的盐酸。计算与材料发生反应的盐酸的量确定材料中碱的量，将此碱视为氢氧化钙，通过氢氧根的量计算氢氧化钙的含量。该方法比正酸碱滴定法能缩短碱全部被酸中和的时间，反应终点较正滴定法容易判定。

参 考 文 献

[1] 王嘉德.牙体牙髓病学.第1版.北京:北京大学出版社,2006:361-362
[2] GB/T 13531.1—2008 化妆品通用检测方法 pH值的测定
[3] GB 6852—1986 pH基准试剂 氢氧化钙
[4] YY 0272—2009 牙科学 氧化锌/丁香酚水门汀和不含丁香酚的氧化锌水门汀
[5] GB/T 14636—2007 工业循环冷却水中钙、镁含量的测定 原子吸收光谱法
[6] GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则
[7] WS-10001-(HD-0623)—2002 氢氧化钙糊剂
[8] 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

中华人民共和国医药
行业标准
牙科氢氧化钙盖髓、垫底材料
YY/T 0824—2011
*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
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 1 字数 22 千字
2013年1月第一版 2013年1月第一次印刷
*
书号:155066·2-24271 定价 24.00 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 0824-2011