



中华人民共和国医药行业标准

YY 1026—1999
eqv ISO 1559:1995

齿科材料 银合金粉

Dental materials—Alloys for dental amalgam

1999-06-07 发布

1999-10-01 实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

本标准是根据国际标准 ISO 1559:1995《齿科材料——银合金粉》对 GB 9935—1988《银合金粉》进行修订的。在技术内容和编写方法上与 ISO 1559:1995 等效。

依据 ISO 1559:1995 对 GB 9935—1988 进行修订时,增加了检验规则一章内容。

本标准对 GB 9935—1988 作了下列修改:

- 对化学成分的要求作了修改;
- 蠕变值、尺寸变化、质量损失不按平均值来判定合格;
- 增加了生物相容性的要求;
- 对尺寸变化范围作了修订;
- 增加了对合金杂质的要求;
- 取消了快凝型、慢凝型银汞合金的抗压强度要求;
- 有关含锌合金的注意事项也作了修订。

本标准实施之日起,代替 GB 9935—1988。

本标准由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会提出。

本标准由国家医药管理局北医医疗器械标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:上海齿科材料厂。

本标准主要承办人:董建中。

ISO 前言

国际标准化组织(ISO)是各国标准化机构(ISO 的成员团体)的世界性联合会。通常,ISO 的各个技术委员会负责起草国际标准。每个成员团体,如对某一确定的课题感兴趣,就有权参加相应的技术委员会。与 ISO 有联系的国际组织,不管是政府性的还是非政府的,也可参加其工作。ISO 在所有有关电工标准化内容方面与国际电工委员会(IEC)紧密合作。

技术委员会拟定的国际标准草案先颁发给各成员团体征求意见,国际标准的正式颁布至少需获得 75% 投票成员团体的同意。

ISO 1559 国际标准是由 ISO/TC 106 牙科学分会 SC1 充填材料和修复材料拟定。

本国际标准第三版取消并代替第二版(ISO 1559:1986)。

主要修改内容如下:

- 化学成分的技术要求作了修订;
- 汞齐反应的工艺过程作了更详细的说明;
- 已将合格率(非平均值)合并入试验方法章;
- 补充了包装标记要求;
- 对尺寸变化的要求作了修订;
- 增加了合金中对杂质限制要求;
- 有关含锌合金的注意事项也作了修订。

计划尽早增补银合金粉的腐蚀试验要求。

中华人民共和国医药行业标准

齿科材料 银合金粉

YY 1026—1999
eqv ISO 1559:1995

Dental materials—Alloys for dental amalgam

1 范围

本标准规定了齿科材料 银合金粉的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于牙科龋齿窝洞充填用的银合金粉(可呈粉状,也可制成片剂,或者用隔膜胶囊封装预先称量好的合金和汞两部分)。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB 913—1985 汞

GB/T 2828—1987 逐批检查计数抽样程序及抽样表(适用于连续批的检查)

GB/T 2829—1987 周期检查计数抽样程序及抽样表(适用于生产过程稳定性的检查)

YY 0268—1995 口腔材料生物学评价 第1单元:口腔材料生物性能评价导则

YY/T 0273—1995 齿科银汞调合器

3 要求

3.1 化学成分

3.1.1 通性

银合金粉的主要化学成分应符合表1规定,其他杂质元素的总含量不应超过0.1%(m/m)。

表1 化学成分

金属元素	银	锡	铜	钢	钨	铂	锌	汞
含量,%(m/m)	≥40	≤32	≤30	≤5	≤1	≤1	≤2	≤3

3.1.2 化学成分的偏差

允许添加表1未规定的其他金属元素,但银元素的含量不得少于40%(m/m)。

3.2 生物相容性

按YY 0268规定。

3.3 性能

3.3.1 银汞合金的蠕变值应不超过3.0%。

3.3.2 银汞合金在24 h后的尺寸变化范围应为-0.15%~+0.20%。

3.3.3 银汞合金在1 h后的抗压强度应不小于50 MPa,24 h后的抗压强度应不小于300 MPa。

3.4 质量

国家药品监督管理局 1999-06-07 批准

1999-10-01 实施

片剂银合金粉的质量偏差系数和胶囊包装中的合金及汞的质量偏差系数都不得大于1.5%。按5.5试验,片剂合金和胶囊包装中的合金和汞质量的算术平均值偏差应在制造厂所示量的 $\pm 2\%(m/m)$ 以内。

3.5 汞的质量损失

由制造厂用隔膜胶囊封装预先称量好的合金和汞的胶囊应符合:

——胶囊中的汞应符合 GB 913 规定;

——每只胶囊在汞齐化过程中的质量损失不得超过 0.5 mg。

3.6 杂质

按 5.7 试验时,银合金粉中所含杂质不应多于 5 颗粒子。

4 抽样

从同一批包装中至少抽取银合金粉样品 50 g。

5 试验方法

5.1 试样制备

5.1.1 温度

全部试样应在 $23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的温度下制备。

5.1.2 汞齐化

5.1.2.1 粉状合金、片剂合金所调合的合金质量、汞质量、胶囊(需要时)、研杆(需要时)及调合工具应按制造厂使用说明书的规定。

5.1.2.2 胶囊包装的银合金粉的汞齐化或数只胶囊同时汞齐化时,应按制造厂使用说明书规定的符合 YY/T 0273 的调合器来调合金粉。

5.1.2.3 按 5.1.2.1 或 5.1.2.2 规定使足够制成一个直径为 4 mm(见图 1),高为 $8\text{ mm} \pm 1\text{ mm}$ 圆柱体的合金汞齐化。

5.1.3 蠕变、尺寸变化和抗压强度试样的制备

试样的制备使用如图 1 所示的机械装置。模具座、垫片和顶盖不需经硬化处理,但应由冷轧钢或不锈钢材料制成。孔模和塞杆应由硬质工具钢或不锈钢制成。孔模和塞杆的工作面是磨光面,表面粗糙度 R_a 不大于 $6.3\text{ }\mu\text{m}$ 。孔模和塞杆的配合应为 F7/h7。

按图 1 所示装配模具座,1 号和 2 号垫片,孔模及 2 号塞杆。在制做尺寸变化的试样时,将如图 1 所示的顶盖装在 2 号塞杆的上面,顶盖平面朝下。

5.1.4 充填

除掉代型腔内顶端粘附的银汞合金,立即用直径略小于 4 mm 的银汞合金充填器分几次将银汞合金填入模具中,在充填过程中不得将汞挤出。在制备尺寸变化试样时,塞入如图 1 所示的顶盖,并使其平面朝上塞入 1 号塞杆,然后按照表 2 的操作程序进行操作。

试样取出后,不要整修,直接移到保持在 $37^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的恒温环境中。

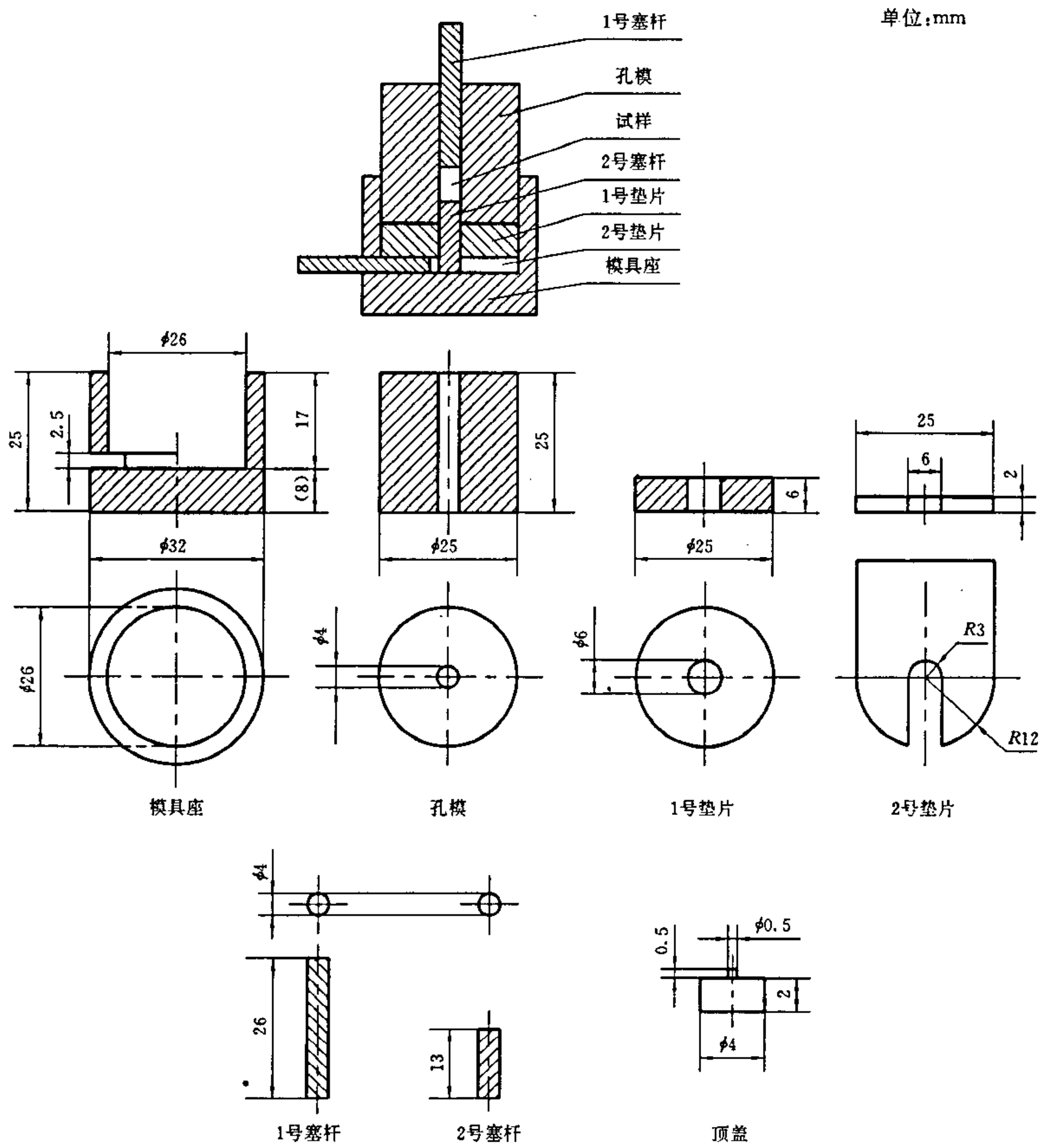


图 1 银汞合金试样制备模具装置
表 2 试样制备操作程序

程 序	时间,s
汞齐化结束	0
将汞齐化合金充填入模具中,施加 14 MPa±1 MPa 压力	30
卸去载荷,移去 2 号垫片	45
重新加上载荷 14 MPa±1 MPa 压力	50
卸去载荷	90
小心去除挤出的汞,取出试样	120

5.2 蠕变值的测定

5.2.1 试样制备

用1号和2号塞杆,按5.1规定制备3个试样,将试样在 $37^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 的环境中保存7 d。试验前,用湿的600号碳化硅水砂纸将试样两个端面与轴线垂直磨平,测定记录其长度值,精度为 $10\text{ }\mu\text{m}$ 作为试样原长。

5.2.2 步骤

在 $37^{\circ}\text{C}\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 的温度下,沿试样轴向持续地施加 $36\text{ MPa}\pm 0.2\text{ MPa}$ 的压力4 h,续记1 h和4 h之间长度变化值。

5.2.3 结果

应用式(1)计算蠕变值:

$$c = \frac{l_1 - l_2}{l_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——蠕变值, %;

l_0 ——试样原长, mm;

l_1 ——加压1 h后长度, mm;

l_2 ——加压4 h后长度, mm。

计算结果精确到0.1%,如果3个试样的蠕变值不超过3.0%,则认为符合3.3.1规定。

如果3个试样中有1个试样的蠕变值超过3.0%,应再测定2个试样,如果5个试样中有4个试样的蠕变值不超过3.0%,则认为符合3.3.1规定,否则不符合3.3.1规定。

5.3 硬固期间的尺寸变化测定

5.3.1 试样制备

按5.1规定制备5个试样。

5.3.2 步骤

将试样放在测试仪上,测定时,试样应保持在 $37^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ 温度中,并不得受到大于0.02 N的约束力。在调合开始后5 min时测量一次,在24 h再测一次,精确到 $0.5\text{ }\mu\text{m}$,将长度(高度)的变化量除以24 h时的长度(高度),记下每个试样的长度(高度)变化率,精确到0.01%。

5.3.3 结果

五只试样中至少有4个试样的尺寸变化在 $-0.15\%\sim +0.20\%$ 的范围,即认为符合3.3.2规定。

5.4 抗压强度测定

5.4.1 试样制备

按5.1规定制备10个试样。

5.4.2 步骤

用一可轴向施加压力,十字头速度为 $0.5\text{ mm/min}\pm 0.01\text{ mm/min}$ 的合适试验机,沿试样中心轴平行方向施加压力,测定5个试样在汞齐化后 $60\text{ min}\pm 2\text{ min}$ 的抗压强度;另5个试样在汞齐化后 $24\text{ h}\pm 1\text{ h}$ 的抗压强度,记录每只试样的抗压强度,精确到1 MPa。

5.4.3 结果

五个试样中至少有4个试样的抗压强度应符合3.3.3规定,即认为符合3.3.3规定。

5.5 质量测定

称出25个片剂的质量,如果是银汞胶囊,则需将25个胶囊中的合金和汞分别称出质量,精确到1 mg。

称量胶囊中的合金和汞,应先取出汞称其质量,然后称出无汞胶囊的质量,用毛刷或真空吸尘器取出合金后,再称出净胶囊的质量,两次胶囊质量差为合金质量。

应用式(2)计算偏差系数:

$$V = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：V——偏差系数，%；
S——标准偏差；
X——算术平均值。

结果应符合 3.4 规定。

5.6 胶囊在汞齐化过程中质量损失的测定

洁净 5 个装有合金和汞的胶囊表面，分别称出质量，精确到 0.1 mg。按 5.1.2 规定汞齐化后，将每个胶囊冷却至室温 1 h，再分别称其质量。每个胶囊汞齐化前和汞齐化后的质量差为质量损失，应符合 3.5 规定。

如果 5 个胶囊中有 1 个胶囊的质量损失不符合 3.5 规定，则再测定 10 个胶囊，每个胶囊质量损失均应符合 3.5 规定。

5.7 杂质

本试验应使用粉状化合金。片剂合金应将两片片剂合金放进一个胶囊中，然后将胶囊的片剂合金，按照制造厂使用说明书规定机械调合器所规定的一半频率和时间磨成粉状。将 10 g 粉状合金粉放置在直径为 76 mm，筛孔为 150 μm 的标准分样筛装置上，然后用手轻轻拍打筛装置以每分钟振动 100 次的频率筛析 120 s。用 10 倍放大镜观察留在筛网上的剩余物应符合 3.6 规定。

5.8 化学成分

用标准分析方法或原子吸收光谱分析方法，应符合 3.1 规定。

5.9 生物相容性

按 YY 0268 规定试验，应符合 3.2 规定。

6 检验规则

6.1 银合金粉应由制造厂技术检验部门进行检查，合格后方可提交验收。

6.2 银合金粉必须成批提交检查，检查分为逐批检查(出厂检验)和周期检查(型式检验或例行检验)。

6.3 逐批检查

6.3.1 逐批检查按 GB/T 2828 规定进行。

6.3.2 抽样方案采用一次抽样。抽样方案从正常检查抽样方案开始，其不合格分类、检查项目、检查水平和 AQL(合格质量水平)按表 3 规定。

表 3 逐批检查

不合格分类	B 类	C 类
不合格分类组	I	I
检查项目	3.3.2	3.4
	3.3.3	3.5
		3.6
检查水平	S-2	S-4
AQL	2.5	4.0

6.4 周期检查

6.4.1 有下列情况之一时，应进行周期检查：

- 新产品投产前(包括老产品转产)；
- 间隔一年以上再投产时；
- 连续生产中六个月不少于一次；

- 在设计、工艺或材料有重大改变时；
- 质量监督部门对产品质量进行监督抽查时。

6.4.2 周期检查按 GB/T 2829 规定进行。

6.4.3 周期检查采用一次抽样方案,其不合格分类、检查项目、判别水平、抽样方案和 RQL(不合格质量水平)按表 4 规定。

不合格分类	B 类			C 类
试验组	I	II	III	IV
检查项目	3.3.2 3.3.3	3.1 3.3.1	3.2	3.4 3.5 3.6
判别水平	I			I
RQL	40	65	有下列情况之一时： ——新产品投产前(包括老产品转产)； ——在设计、工艺或材料有重大改变时,按 YY 0268 规定	80
抽样方案	2[0,1]	3[1,2]		4[1,2]

6.4.4 周期检查合格,必须是本周期所有检验项目都合格,否则就认为周期检查不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

- 7.1 银合金粉必须用能防止合金和汞(如使用胶囊)泄漏和污染的容器包装。
- 7.2 小包装上应有下列标志：
- 制造厂名称、地址和商标；
 - 产品名称；
 - 产品颗粒形状；
 - 质量或数量；
 - 化学成分(含量大于 0.1%所有元素)；
 - 批号；
 - 采用标准。
- 7.3 外包装上应有下列标志：
- 制造厂名称、地址和商标；
 - 产品名称；
 - 产品颗粒形状；
 - 数量；
 - 毛重；
 - 体积；
 - 出厂日期；
 - 产品注册号；
 - “小心轻放”、“怕湿”等字样或标志,标志应符合 GB 191 和 GB 913 的规定。
- 7.4 每一包装上应附有检验合格证。
- 合格证上应有下列内容：
- 制造厂名称；
 - 产品名称；
 - 检验日期；
 - 检验员代号。

7.5 每一包装均须附有制造厂使用说明书。

说明书上应有下列内容：

- 合金与汞的质量比；
- 指明使用符合 YY/T 0273 银汞调合器的型号、频率、时间；
- 指明调合辅助用具(如胶囊、调合器、研杆等)；
- 如果银合金粉中含锌量超过 0.01%，则必须以黑体字标以下述字样：
本合金含有锌，如果在调合与成型时吸潮，制得的汞齐会过度膨胀。

7.6 包装后的银合金粉应贮存在相对湿度不超过 80%，无腐蚀性气体和通风良好的室内。

中华人民共和国医药
行业标准
牙科材料 银合金粉
YY 1026—1999

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 14 千字
2000年11月第一版 2000年11月第一次印刷
印数 1—1 000

*

*

标目 424—53