

前 言

本标准修改采用 ISO 9694:1996《牙科磷酸盐铸造包埋材料》。

本标准与 ISO 9694:1996 的主要区别如下：

- 删除“2 规范性引用文件”一章，章号做相应改动。并在本标准中以“蒸馏水或去离子水”替代 ISO 3696:1987《分析实验室用水—规范和试验方法》对水的规定。
- 本标准对第 6 章进行了修改，改为“6 试验方法及检验规则”，增加了“6.5 检验规则逐批检验的项目、周期检验的项目和周期由生产厂根据质量管理体系规定。”
- 本标准对 6.4.1.2 进行了修改。原标准中“试样长(50±0.2) mm”保留，增加“或试样长度应符合所用线热膨胀仪测量精度范围”。
- “9 标志”中增加了“9.4 中文标识 中文标识应符合国家法律法规的规定。”

本标准的附录 A 为资料性附录。

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归口。

本标准由国家食品药品监督管理局北大医疗器械质量监督检验中心起草。

本标准主要起草人：林红、孙志辉、刘文一。

牙科磷酸盐铸造包埋材料

1 范围

本标准根据用途将牙科磷酸盐铸造包埋材料分为两型。本标准规定了包埋材料主要的物理性能要求及试验方法。本标准也对附于包装上的说明进行了规定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

牙科磷酸盐铸造包埋材料 dental phosphate-bonded casting investments

专为铸造牙科合金用的耐火填料与结合剂组成的粉状混合物。

注：耐火填料通常由耐火氧化物如二氧化硅组成。结合剂主要由酸性磷酸盐如磷酸二氢铵及碱性氧化物如氧化镁组成。当粉与合适的液体调和后，形成糊状，硬化成适合铸造牙科合金的包埋铸型。合适的液体为水（蒸馏水或去离子水）、专用液或专用液与水的混合物。

2.2

专用液 special liquid

由生产厂或供应商提供的用于调和包埋材料粉剂的液体。

注：专用液常为水及胶体二氧化硅颗粒形成的悬浮液。

3 分类

根据其用于合金凝固点高于 1 080℃ 的用途，将磷酸盐包埋材料分为两型：

I 型：用于包埋嵌体、冠及其他固定修复体。

II 型：用于包埋局部义齿及其他铸造活动修复体。

注：若生产厂推荐，这些包埋材料也可应用于低熔点合金。

4 要求

4.1 外观

肉眼观察，粉末均匀、无异物及结块。若需专用液（见 2.2），则液应无异常沉淀。若生产厂提供铸圈衬层，或生产厂推荐使用模具衬层[见 7d]，则衬层不应含石棉纤维。

4.2 流动性

按 6.1 测试，I 型包埋材料固化后，基底直径至少 90 mm，II 型至少 70 mm。

4.3 初凝时间

按 6.2 测试初凝时间，应与生产厂提供的初凝时间相差不大于 30%。若生产厂提供的为初凝时间范围，则所测试的初凝时间与该时间范围的中间值相差不大于 30%。

4.4 抗压强度

按 6.3 测试，I 型包埋材料抗压强度不低于 2.5 MPa，II 型不低于 3 MPa。

4.5 线热膨胀

按 6.4 测试，材料在 950℃ 的线热膨胀值，应与生产厂提供的数值相差不大于 15%。若生产厂提供的为线热膨胀范围，则测定值应与该范围的中间值相差不大于 15%。

5 取样、环境及调和

5.1 取样

用于测试的材料不应超过有效期[见 9.1g]。取同一批号足量零售包装材料至少 5 kg。应弃除包装不封闭的材料。若粉剂为大包装,则应充分混合并保存在防潮容器内。若生产厂推荐使用专用液[见 7b)],则生产厂应提供专用液。

5.2 环境

6.1、6.2 的测试应于(23±1)℃,相对湿度(50±10)%的环境下进行。包埋材料的所有其他试验应于(23±2)℃,相对湿度(50±10)%的环境下进行。所有试验应于无明显通风的环境下进行。

所有试验设备均应清洁、干燥。测试前,材料及测试设备均应放于试验环境中至少 16 h。

注:有些调和用具及测试设备应在各试验之间进行清洁,且于下次试验前放回规定的试验温度中。

5.3 调和

5.3.1 器具

5.3.1.1 洁净的真空机械搅拌器:由生产厂推荐,专用于磷酸盐包埋材料。

5.3.1.2 计时器:如秒表。

5.3.2 步骤

按生产厂说明书[见 7i)]要求的粉、液比例称取所需剂量的粉及液,精确至±1%。若生产厂规定的液为浓度或体积范围,则取浓度或体积范围的中间值。

将液倒入调和碗中,将包埋材料粉剂于 10 s 内洒入液中,尽量避免混入空气。

在粉、液开始接触时开始计时。用手调和 15 s,然后机械调和至生产厂规定的时间[见 7c)]。最后于 15 s 内将调和好的糊剂倒入试验模具中。

6 试验方法及检验规则

6.1 流动性

6.1.1 器具

6.1.1.1 环形柱状模具,洁净、干燥,高(50±1) mm,内径(35±1) mm。由耐腐蚀、不吸水材料制成。

6.1.1.2 方形平玻璃板,尺寸至少为 150 mm×150 mm。

6.1.1.3 牙科振荡器,电源频率 50 Hz 或 60 Hz。

6.1.1.4 刻度尺或尺子,精度为毫米,以测量坍塌后的调和物的最大及最小直径。

6.1.1.5 脱模剂,如硅油或硅脂。

6.1.2 步骤

将环形模具(6.1.1.1)内表面涂脱模剂(6.1.1.5),按 5.3 要求调和约 200 g 包埋材料粉剂。将模具底放于玻璃板上,之后将玻璃板放于牙科振荡器平台上。振动包埋材料调和物,使之进入模具内,直至微溢。振荡时间不应超过 20 s。刮平调和物使之与模具顶平齐。于调和开始后 135 s(见 5.3.2)以约 10 mm/s 速度将模具垂直从板上提起,让调和物坍塌到玻璃板上。待包埋材料凝固,测量固化的包埋材料底部最大直径及最小直径,计算其平均值。

使用新调和的包埋材料,重复试验一次。

6.1.3 评价

若按 6.1.2 测试的两次试验结果均符合 4.2 的要求,则该产品符合流动性要求。

若两次试验结果均不符合 4.2 的要求,则该产品不符合流动性要求。

若一个符合要求,另一个不符合要求,则应重新试验三次。

若三次试验结果均符合 4.2 的要求,则该产品符合流动性要求。若三次试验中有一次不符合要求,

则该产品不符合流动性要求。

6.2 初凝时间

6.2.1 器具

6.2.1.1 维氏针入度计:见图1,由下列部件组成:

- a) 维氏针(C):50 mm长,圆形截面,直径 (1 ± 0.05) mm。
- b) 杆(B):长约270 mm,直径10 mm。
- c) 杆及针(图1中A、B、C)的总质量为 (300 ± 1) g。
- d) 刻度尺(D):精度为毫米。
- e) 基板(H):100 mm×100 mm的玻璃板。

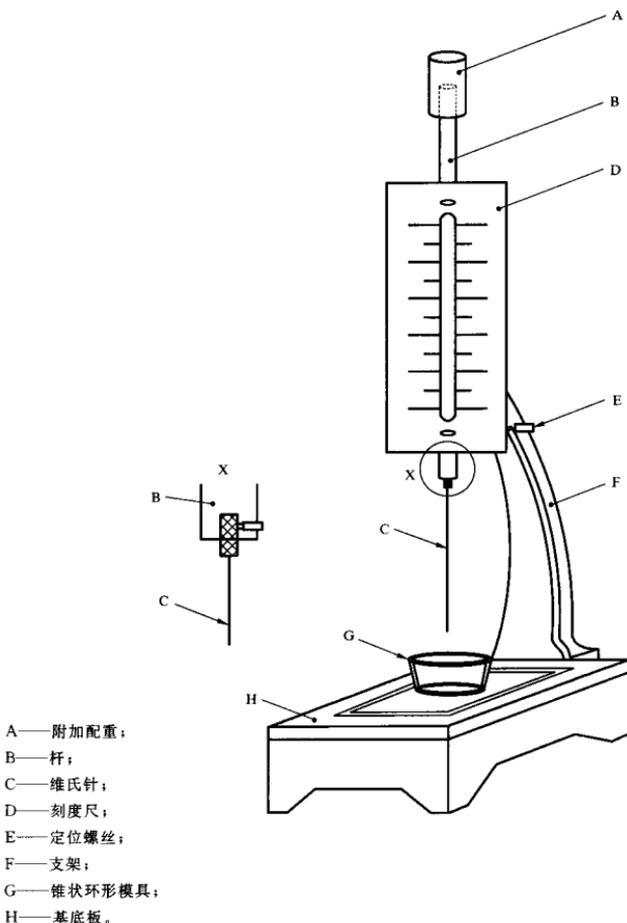


图1 典型的维氏针入仪(见6.2.1.1)

6.2.1.2 锥状环形模具, 洁净、干燥, 由耐腐蚀、不吸水材料制成。顶部内径 70 mm, 底部内径 60 mm, 高 40 mm。

6.2.1.3 脱模剂: 硅油或硅脂, 便于反复试验。

6.2.2 步骤

将环形模具内表面(6.2.1.2)涂脱模剂(6.2.1.3)后放于基板上。调整针入度计(6.2.1.1)的刻度尺, 使针接触基板时读数为 0。按 5.3 调和 400 g 包埋材料粉剂, 倒入模具中达模具顶表面, 直至微溢, 刮平表面。待调和物表面光泽完全消失时, 放下针, 直至接触调和物表面, 然后轻轻松开针, 让其在自重下针入混合物中。每隔 15 s 重复此操作, 每次针入后将针擦净, 并移动试样, 使各针入部位至少相距 5 mm, 以防同一部位针入两次, 针入部位与模具边缘也至少相距 5 mm。从调和开始(5.3.2)至针第一次不能针入模具底部 5 mm 以内的时间, 即为初凝时间。

用新调和的包埋材料重复试验一次。

6.2.3 评价

若按 6.2.2 试验的两次结果均符合 4.3 的要求, 则该产品符合初凝时间的要求。

若两次试验结果均不符合 4.3 的要求, 则该产品不符合初凝时间的要求。

若一个符合要求, 另一个不符合要求, 则应重新试验三次。

若三次试验结果均符合 4.3 的要求, 则该产品符合初凝时间的要求。若三次试验中任一个不符合要求, 则该产品不符合初凝时间的要求。

6.3 抗压强度

6.3.1 器具

6.3.1.1 一个或多个对开或分裂模具: 能制备内径(20±0.2) mm, 长(40±0.4) mm 的圆柱形试样, 模具由耐腐蚀材料制成。模具两端平行度在 0.05 mm 内。

6.3.1.2 玻璃板, 大小及数量能盖住所有模具两端。

6.3.1.3 牙科振荡器。

6.3.1.4 抗压试验机, 调整载荷速率为(5±2) kN/min。

注: 当抗压试验机采用恒定加荷率时, 应调整其速度, 使从开始加荷至样本断裂的平均加荷率为(5±2) kN/min。

做预试验, 以确定合适的加荷速度。

6.3.1.5 脱模剂, 如硅脂。

6.3.2 步骤

用脱模剂(6.3.1.5)涂于模具(6.3.1.1)内表面。将模具放于玻璃板(6.3.1.2)上。按 5.3 调和 300 g 包埋材料粉剂。在轻轻振动(6.3.1.3)下将调和物倒入模具中使之微溢。在调和物表面光泽完全丧失前, 在模具上放上第二块玻璃板, 并向下压, 直至玻璃接触模具。从调和开始(5.3.2)30 min 后, 从模具中取出试样, 放于(23±2)℃, 相对湿度(50±10)%的环境中。

从至少两次调和的包埋材料调和物中, 制备 5 个试样。测试前, 测量每一试样的直径。应于开始调和起(120±5) min 时, 测试每个试样的抗压强度。

将试样放于抗压试验机(6.3.1.4)载荷平台上, 使其承受轴向负荷。在试样与载荷平台之间不要放置任何隔离物。施加压力直至试样断裂。记录断裂时的压力(F), 单位为 N。

6.3.3 评价

用记录的最大力(F), 单位为 N, 按下式计算每一试样最大强度(S), 单位为 MPa。

$$S = F/314$$

若 5 个试样中, 至少有 4 个抗压强度符合 4.4 的要求, 则该产品符合抗压强度要求。

若仅 3 个试样符合要求, 则需重新测试 5 个试样, 且这 5 个试样必须全部符合要求, 即 10 个试样中有 8 个符合要求, 则该产品符合抗压强度要求。

6.4 线热膨胀

6.4.1 器具

6.4.1.1 各向同性二氧化硅膨胀仪,包括线性位移传感器或其他测量装置,产生的测试力不大于0.5 N。在23℃~950℃范围内以(5±1)℃/min的速度加热,然后保持试样于(950±10)℃的环境中,该仪器应能测量样本长度的变化,精确至0.01 mm。

6.4.1.2 模具,由耐腐蚀材料制成,可形成圆柱形或矩形具有均一横截面的试样。试样长(50±0.2) mm,或试样长度应符合所用线热膨胀仪的测量精度范围。

6.4.1.3 记录仪,如X—Y记录仪,能持续记录所得的线热膨胀曲线。

6.4.1.4 脱模剂,如硅油或硅脂。

6.4.2 步骤

在模具(6.4.1.2)内表面涂脱模剂(6.4.1.4),并将按5.3调和的包埋材料充填于模具中直至微溢。从调和开始(5.3.2)计时,在(58±2) min时,将包埋材料顶部刮平与模具齐平。从调和开始起第(60±1) min,从模具中取出试样,放于(23±2)℃,相对湿度(50±5)%的环境中。在(120±1) min时,将试样放于膨胀仪(6.4.1.1)中。

将膨胀仪温度由(23±2)℃升至950℃,升温速度为(5±1)℃/min,用记录仪(6.4.1.3)记录试样的热膨胀。于(950±10)℃保持15 min。测量试样长度的变化,精确至0.01 mm。计算线热膨胀率,以原长的百分比表示,精确至0.02%。

用重新调和的包埋材料重复试验一次。

6.4.3 评价

若按6.4.2测试的两个试验结果均符合4.5的要求,则该产品符合线热膨胀要求。

若两个试验结果均不符合要求,则该产品不符合线热膨胀要求。

若仅一个试验结果符合要求,另一个不符合要求,则应再重新试验三次。

若三次试验结果均符合4.5的要求,则该产品符合线热膨胀要求。

若三次试验中任一次结果不符合要求,则该产品不符合线热膨胀要求。

6.5 检验规则

出厂检验项目的确定,周期检验项目和周期的确定由生产厂根据自己的质量体系情况规定。

7 生产厂说明书

生产厂或供应商提供的随产品的说明书至少应有如下信息:

- a) 推荐的粉、液比以及液体的稀释方法,体积以毫升(mL)表示,质量以克(g)表示;
- b) 若提供专用液,则应有使用说明、贮存及稀释条件。若适用,应警示液体被冷冻后不应再使用,或声明液体在冷冻条件下是稳定的;
- c) 推荐的调和的方法。若适用,可包括调和器的类型、调和器旋转频率、调和时间;
- d) 若适用,应有铸圈衬层的使用说明;
- e) 推荐的包埋技术;
- f) 失蜡及铸造过程的说明;
- g) 推荐的试戴模型,若适用时;
- h) 警示包埋材料含游离二氧化硅,长期吸入可造成肺的损害。

应包括按本标准检测的下列物理性能信息:

- i) 测试这些性能所用的专用粉、液比及液体的稀释方法;
- j) 流动性;
- k) 初凝时间;
- l) 抗压强度;
- m) 950℃时的线热膨胀率,以原长的百分比表示,包括典型的线热膨胀曲线。

8 包装

8.1 粉剂应包装在防潮容器中。大包装容器开启后应能再被封闭。

8.2 专用液

大包装专用液应贮存在能被反复封闭的容器中。

9 标志

9.1 外包装

每一外包装至少应有如下信息：

- a) 生产厂和(或)供应商的名称或商标及地址；
- b) 铸造包埋材料的名称；
- c) 按第3章的分类,包埋材料的分类类型；
- d) 批号；
- e) 粉的净质量,以克或千克表示;专用液的净体积,以毫升或升表示；
- f) 推荐的贮存条件；
- g) “有效期”的日期(年及月),超过有效期,材料不能再被使用,而不需重新测试。

注：材料未贮存在推荐的条件下时,“有效期”的日期可能是无效的。

9.2 粉剂包装

每一粉剂包装至少应有如下信息：

- a) 生产厂和(或)供应商的名称或商标及地址；
- b) 铸造包埋材料的名称；
- c) 内容物的净重,以克或千克表示；
- d) 批号。

9.3 专用液容器

每一专用液容器均应标出如下信息：

- a) 生产厂和(或)供应商的名称或商标及地址；
- b) 该液体适用的铸造包埋材料的名称；
- c) 专用液的净体积,以毫升或升表示；
- d) 批号。

9.4 中文标识

中文标识应符合国家法律法规的规定。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 9694:1996 的技术性差异及其原因

本标准的章节编号	技术性差异	原 因
前言	删除 ISO 前言和 ISO 引言。	由前言代替。
2.1	删除“规范性引用文件”一章。并在本标准中以“蒸馏水或去离子水”替代 ISO 3696:1987《分析实验室用水——规范和实验方法》对水的规定。	蒸馏水或去离子水已能满足试验条件。
6	本标准对第 6 章进行了修改,改为“6 试验方法及检验规则” 增加“6.5 检验规则 逐批检验的项目、周期检验的项目和周期由生产厂根据质量管理体系规定。”	便于生产厂自行检验。
6.4.1.2	本标准对 6.4.1.2 进行了修改。原标准中“试样长(50±0.2) mm”保留,增加“或试样长度应符合所用线热膨胀仪测量精度范围。”	因不同设备的精度不同,试样长度(50±0.2) mm 有可能超出设备测量范围。故作此补充。
9	“9 标志”中增加了“9.4 中文标识应符合国家法律法规的规定。”	符合我国国情。