



中华人民共和国医药行业标准

YY 0623—2008

牙科材料可溶出氟的测定方法

Test method of soluble fluoride of dental materials

2008-04-25 发布

2009-12-01 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：郑睿、杨林、贺铭鸣。

引 言

口腔含氟材料的特点是能在口腔中释放氟,游离的氟与牙齿结构中的羟基磷灰石结合,达到防龋的目的。本标准采用氟离子选择电极法测定材料中溶出的氟离子含量,并推荐了对口腔含氟材料的三种处理方法,以提取其中的氟离子。

方法一:测定直接溶解在水里材料释放的氟离子。由于各种口腔含氟材料在口腔的环境下,释放氟的量和释放时间有很大关系,经历了释放高潮到逐渐衰减至释放结束这样一个过程。因此,在释放期的不同时间,所测的氟的浓度有很大差异。此方法可以模拟在口腔温度条件下,经过一定的时间后,测定释放出的氟离子,具有防龋应用的现实意义。选择该方法时,厂家应根据产品的特性选择产品在水中放置的时间。

方法二:将溶于水的氟化物经过酸处理,转化为离子型氟,测其含量。

方法三:将溶于水的氟化物与碳酸钠灼烧处理后,生成氟化钠,转化为离子型氟,测其含量。

牙科材料可溶出氟的测定方法

1 范围

本标准规定了口腔材料中可溶出氟的测定方法。本标准中所指的可溶出氟,包括了材料直接溶于水释放的氟和经过不同方法处理后,溶于水中的氟。

本标准适用于口腔修复、粘接、预防保健材料中可溶出氟含量的测定。

2 方法

2.1 设备

- 2.1.1 酸度计(电位仪)。
- 2.1.2 复合氟电极。
- 2.1.3 电子天平(0.000 1 g)。

2.2 试剂

- 2.2.1 氟化钠(优级纯或分析纯)。
- 2.2.2 环己二胺四乙酸,CDTA(分析纯)。
- 2.2.3 氯化钠(分析纯)。
- 2.2.4 冰乙酸(分析纯)。
- 2.2.5 6 mol/L 氢氧化钠。
- 2.2.6 5 mol/L 盐酸。
- 2.2.7 10%碳酸钠。
- 2.2.8 水:试验用水应符合 GB 6682 中三级水的规格。

2.3 检测环境

检测环境为 23 °C ± 2 °C。

2.4 配制溶液

2.4.1 总离子强度调节缓冲液(TISAB II)

取 1 000 mL 烧杯,加入约 600 mL 去离子水,4.0 g 环己二胺四乙酸(CDTA),57 mL 冰乙酸和 58 g 氯化钠,经磁力搅拌溶解后,置烧杯于冷水浴中,慢慢搅拌加入 6 mol/L NaOH,调节 pH 为 5.0~5.5,转入 1 000 mL 容量瓶中,加去离子水稀释至刻度。

2.4.2 配制 100 μg/mL 氟标准原液

将氟化钠于 110 °C 烘箱内干燥 4 h,置保干器中冷却至室温,精确称取 0.222 g 于 1 000 mL 容量瓶中,加入去离子水溶解并稀释至刻度转入聚乙烯塑料瓶中。此溶液含氟浓度为 100 μg/mL。

2.4.3 配制校准溶液及绘制校准工作曲线

移液管分别量取上述溶液 0.1 mL、0.5 mL、1 mL、5 mL、10 mL、20 mL、50 mL 移入 100 mL 容量瓶中,每个容量瓶中加入 20 mL 的总离子强度调节缓冲液(TISAB II),加入去离子水稀释至刻度。所得溶液含氟浓度分别为 0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、5 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL (也可根据需要配制校准溶液,使被测样品氟含量在校准溶液的浓度之内)。将上述溶液分别置于 150 mL 聚乙烯塑料杯中,在磁力搅拌器上搅拌,用电位仪与复合氟电极从低浓度到高浓度依次测其电位值,每个电位值都要在数值稳定后读取。在半对数坐标纸上绘制氟浓度-电位值的工作曲线。X 轴为电位值(单位:mV);Y 轴为氟浓度(单位:μg/mL)。并得出回归方程。