

# 目次

ページ

序文	1
1 適用範囲	1
2 引用規格	1
3 用語及び定義	1
4 種類	2
5 品質	2
5.1 硬化前のレジ	2
5.2 硬化後のレジ	2
6 試験方法	3
6.1 サンプルング	3
6.2 試験の準備	3
6.3 外観	4
6.4 滑沢性及び形状成形性	4
6.5 色調	5
6.6 気泡、曲げ強さ及び曲げ弾性率	5
6.7 曲げ試験による破壊じん性	7
6.8 MMA モノマー残留量	9
6.9 フタレート可塑剤（該当する場合）	14
6.10 吸水量及び溶解量	16
7 包装	19
8 表示及び添付文書	19
8.1 表示	19
8.2 添付文書	20
附属書 A（規定）MMA 含量測定のための高速液体クロマトグラフ（HPLC）法	21
附属書 JA（参考）JIS と対応国際規格との対比表	23

## まえがき

この規格は、工業標準化法第 12 条第 1 項の規定に基づき、日本歯科材料工業協同組合（JDMA）及び一般財団法人日本規格協会（JSA）から、工業標準原案を具して日本工業規格を制定すべきとの申出があり、日本工業標準調査会の審議を経て、厚生労働大臣が制定した日本工業規格である。

この規格は、著作権法で保護対象となっている著作物である。

この規格の一部が、特許権、出願公開後の特許出願又は実用新案権に抵触する可能性があることに注意を喚起する。厚生労働大臣及び日本工業標準調査会は、このような特許権、出願公開後の特許出願及び実用新案権に関わる確認について、責任はもたない。

## 歯科矯正床用レジン

## Dental orthodontic base resins

## 序文

この規格は、2010年に第1版として発行されたISO 20795-2を基とし、品質の項目名及び試験方法の変更など、技術的内容を変更して作成した日本工業規格である。

なお、この規格で側線又は点線の下線を施してある箇所は、対応国際規格を変更している事項である。変更の一覧表にその説明を付けて、附属書JAに示す。

## 1 適用範囲

この規格は、動的矯正装置及び静的矯正装置の両方に用いる歯科矯正床用レジン（ポリマー及びコポリマー）について規定する。

**注記** この規格の対応国際規格及びその対応の程度を表す記号を、次に示す。

ISO 20795-2:2010, Dentistry—Base polymers—Part 2: Orthodontic base polymers (MOD)

なお、対応の程度を表す記号“MOD”は、ISO/IEC Guide 21-1に基づき、“修正している”ことを示す。

## 2 引用規格

次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。

JIS B 7502 .....マイクロメータ

JIS B 7507 .....ノギス

JIS R 6253 .....耐水研磨紙

JIS T 0993-1 医療機器の生物学的評価—第1部: リスクマネジメントプロセスにおける評価及び試験

**注記** 対応国際規格: ISO 10993-1:2009, Biological evaluation of medical devices—Part 1: Evaluation and testing within a risk management process (MOD)

JIS T 6001 歯科用医療機器の生体適合性の評価

**注記** 対応国際規格: ISO 7405:2008, Dentistry—Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry (MOD)

## 3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、次による。

## 3.1

常温重合レジン (autopolymerizable materials)

化学的反応によって重合を開始させ、重合の完了に 65 °C より高い温度が必要でない材料。

## 3.2

### 光重合レジン (light activated polymers)

可視光、紫外光など外部照射源によるエネルギーを照射して、重合を開始させる材料。

## 3.3

### 熱可塑性レジン (thermoplastic material)

加熱すると軟化して型で成形できるようになり、その後、冷えると硬化状態に戻る材料。

## 4 種類

歯科矯正床用レジン (以下、レジンという。) の種類は、次による。

タイプ 1: 常温重合レジン

タイプ 2: 光重合レジン

タイプ 3: 熱可塑性レジン

## 5 品質

### 5.1 硬化前のレジン

#### 5.1.1 液

液は、次による。

- a) **一般的性質** 液は、粉末と相溶性のあるものでなければならない。
- b) **均一性** 液は、**6.3** によって試験したとき、きょう (夾) 雑物又は沈殿物があってはならない。

#### 5.1.2 粉末、ペースト及びペレット

粉末、ペースト及びペレットは、**6.3** によって試験したとき、きょう (夾) 雑物があってはならない。

### 5.2 硬化後のレジン

#### 5.2.1 生体適合性

生体適合性については、**JIS T 0993-1** 及び **JIS T 6001** によって生物学的安全性を評価する。

#### 5.2.2 表面特性

表面特性は、次による。

- a) **6.8.2** によって作製した試験片の表面は、滑らかで、硬く、光沢がなければならない。
- b) **6.8.2** 及び **6.10.3** によって作製した試験片は、目視で識別できる変形があってはならない。

#### 5.2.3 滑沢性

滑沢性については、**6.4** によって試験したとき、滑らかで、光沢のある面でなければならない。

#### 5.2.4 形状成形性

形状成形性については、**6.4** によって試験したとき、型どおりの辺縁をもった形状でなければならない(図 1 参照)。

#### 5.2.5 色調

色調は、**6.5** によって試験したとき、次による。

- a) 製造販売業者が指定した色調でなければならない。
- b) 色調のあるレジンでは、色調が均一でなければならない。

#### 5.2.6 気泡

気泡については、**6.6** によって試験したとき、目視で観察し、大きな気泡があってはならない。

### 5.2.7 曲げ強さ

曲げ強さは、6.6によって試験したとき、表1による。

### 5.2.8 曲げ弾性率

曲げ弾性率は、6.6によって試験したとき、表1による。

### 5.2.9 破壊じん（靱）性

#### 5.2.9.1 最大応力拡大係数

製造販売業者が耐衝撃性材料であることを表示する場合には、最大応力拡大係数は、6.7によって試験したとき、表1による。

#### 5.2.9.2 全破壊仕事

製造販売業者が耐衝撃性材料であることを表示する場合には、全破壊仕事は、6.7によって試験したとき、表1による。

### 5.2.10 メタクリル酸メチルモノマー残留量

メタクリル酸メチル（以下、MMAという。）モノマー残留量は、次による。

- MMAモノマー残留量は、6.8によって試験したとき、表1による。
- 製造販売業者が表1より低いMMAモノマー残留量を指定した場合のMMAモノマー残留量は、製造販売業者が指定した値より、質量分率0.2%を超えてはならない。

### 5.2.11 フタレート可塑剤

フタレート可塑剤は、6.9によって試験したとき、表1による。

### 5.2.12 吸水量

吸水量は、6.10によって試験したとき、表1による。

### 5.2.13 溶解量

溶解量は、6.10によって試験したとき、表1による。

表1—特性

種類	曲げ強さ MPa	曲げ 弾性率 GPa	最大応力 拡大係数 MPa·m <sup>1/2</sup>	全破壊 仕事 J/m <sup>2</sup>	MMAモノ マー残留量 質量分率%	フタレート 可塑剤 質量分率%	吸水量 μg/mm <sup>3</sup>	溶解量 μg/mm <sup>3</sup>
全ての タイプ	50以上	1.5以上	1.1以上	250以上	5以下	表示値を10 超過しない <sup>a)</sup>	32以下	5以下
注 <sup>a)</sup> 例えば、製造販売業者がフタレート可塑剤の質量分率5%を表示している場合、その含有量は質量分率5.5%以下でなければならない。								

## 6 試験方法

### 6.1 サンプリング

試験に用いるレジンは、同一の製造番号のもので、再試験も含めて十分な量だけ準備する。

### 6.2 試験の準備

#### 6.2.1 試験条件

試験条件は、この規格に規定していない場合、温度23±2℃、相対湿度(50±10)%とする。添付文書で製造販売業者が指定した場合は、その条件による。

#### 6.2.2 手順

試験片の作製は、この規格に規定していない場合には、製造販売業者が指定する機器及び方法によって、

必要な処理を行う。2種又は3種以上の構成要素の混合を必要とする材料から作製する試験片については、試験片ごとに個別に混合する。

### 6.2.3 特殊な機器

製造販売業者が指定する材料を処理するための特殊な機器（例えば、重合装置、成形装置など）は、製造販売業者が指定する手段で入手できなければならない。

## 6.3 外観

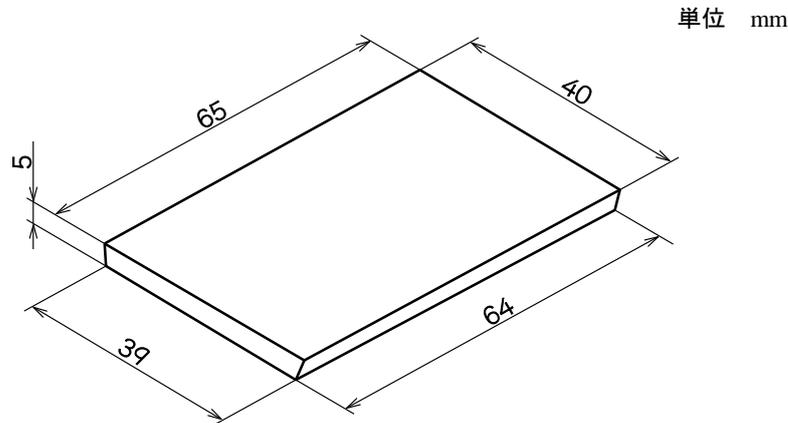
5.1.1 b) 及び 5.1.2, 5.2.2 a) に規定する品質の試験は、目視による。

## 6.4 滑沢性及び形状成形性

### 6.4.1 器具

器具は、次による。

- a) **デンチャーフラスコ** 試験片（A）用の模型を、その角がデンチャーフラスコ壁から 5 mm 以上離しておける大きさのもの。
- b) **試験片（A）用の模型** 図 1 に示す寸法の金型又はプラスチック。



全ての寸法許容差は、 $\pm 1$  mm とする。

図 1—試験片（A）用の模型

- c) **試験片（A）を作製するための材料** 石こう、ハイドロコロイド印象材などを含む。
- d) **耐水研磨紙** JIS R 6253 に規定する粒度 P500 のもの、又はこれと同等のもの。
- e) **湿ったみがき砂** 粒径が約 10~20  $\mu\text{m}$  のもの。
- f) **研磨用コンパウンド**
- g) **布（モスリンを含む。）ホイール** 直径が 70~95 mm で、16~36 重になっており、外径とステッチ又は他の補強との間の距離が少なくとも 10 mm 以上のもの。
- h) **ステッチのない布（モスリンを含む。）ホイール** 直径が 70~95 mm で、16~36 重のもの。

### 6.4.2 型の作製

タイプ 1 については、製造販売業者の指定によって、試験片（A）用の模型をデンチャーフラスコに埋没する。

### 6.4.3 手順

タイプ 1 については、6.4.1 の器具及び 6.4.2 の型を用い、製造販売業者が指定する方法によって、各々別個の混合物から 2 個の試験片（A）を作製する。タイプ 2 及びタイプ 3 については、製造販売業者が指定する方法によって、2 個の試験片（A）を作製する。

試験片 (A) の表面を 1 分間以内、湿ったみがき砂及び湿った布ホイールを用いて、 $650 \pm 350$  m/min の円周速度で研磨する。その後、ステッチのない布ホイールを用いて研磨用コンパウンドで研磨する。

研磨及び清掃後、研磨面を目視にて観察し、5.2.3 及び 5.2.4 への適合性を調べる。

#### 6.4.4 評価

滑沢性及び形状成形性の評価は、次による。

- a) 2 個が 5.2.3 及び 5.2.4 に適合したときに、合格とする。
- b) 2 個が 5.2.3 及び 5.2.4 に適合しないときは、不合格とする。
- c) 1 個だけが 5.2.3 及び 5.2.4 に適合したときは、3 個の試験片 (A) で試験全体を繰り返し、3 個が 5.2.3 及び 5.2.4 に適合したときに、合格とする。

#### 6.5 色調

6.6.3 によって作製した試験片 (B) の色調は、目視によって試験する。

#### 6.6 気泡、曲げ強さ及び曲げ弾性率

##### 6.6.1 試験片 (B)

6.4 で試験した 2 個の試験片 (A) を用いる。

##### 6.6.2 機器

機器は、次による。

- a) **切断器具** 試験片を切断できるもの。
- b) **ミリング装置又は空冷式若しくは水冷式の他の切断器具** 試験片 (B) (6.6.3 参照) の作製中に試験片 (B) の温度が  $30$  °C より高くない器具 (ミリングヘッド及び鋭いカーバイトエッジ付きの機械などが適する。)
- c) **耐水研磨紙** JIS R 6253 に規定する粒度 P500, P1 000 及び P1 200 のもの、又はこれらと同等のもの。
- d) **マイクロメータ及びノギス** JIS B 7502 に規定する精度が  $0.01$  mm で両測定面が平行なマイクロメータ、及びノギスは JIS B 7507 に規定する最小読取長さ  $0.01$  mm のノギス。
- e) **保存用容器** 試験片 (B) を  $37 \pm 1$  °C で水中保存できる容器。
- f) **試験機** クロスヘッドスピードが  $5 \pm 1$  mm/min となるように校正し、試験片 (B) のたわみを精度  $0.025$  mm 以内で測定する装置を備えたもの。試験機を校正する場合には、試験ジグが及ぼす負荷を考慮に入れる。
- g) **曲げ試験用ジグ** 直径  $3.2$  mm の円柱状先端部をもつ、支点間距離  $50 \pm 0.1$  mm (円柱状先端部を形成する丸棒は、直径の許容差  $0.1$  mm 以内で、両者を平行に配置したもの。) の二つの試験片支持部と、試験片の中央 (許容差  $0.1$  mm 以内) に垂直に荷重を加えるための直径  $3.2$  mm の円柱状先端部をもつ荷重プランジャとからなるもの。長さは、少なくとも  $10.5$  mm であるもの。

##### 6.6.3 試験片 (B) の作製

6.4 で試験した 2 個の試験片 (A) を切断器具を用いて縦長に 3 個ずつに切断し、これをミリング装置で長さ  $64$  mm, 幅  $10.0 \pm 0.2$  mm, 厚さ  $3.3 \pm 0.2$  mm となる 3 個の同一の寸法の試験片 (B) に切断し、計 6 個の試験片 (B) を作製する。このミリング装置での加工作業時に、試験片 (B) が過熱することを避けて、やや大き目の寸法に仕上げる。全ての面及び端を、耐水研磨紙で滑らか、かつ、平たんに湿式研磨し、規定の幅及び厚さにする。試験片 (B) の 3 か所の幅及び厚さを、長軸に沿って  $\pm 0.01$  mm の精度で測定する。長軸に沿った 3 か所の測定値の偏差は、 $\pm 0.02$  mm とする。

##### 6.6.4 気泡の試験

6.6.3 で作製した試験片 (B) の気泡は、目視によって試験する。

### 6.6.5 気泡の評価

6個のうち5個以上が 5.2.6 に適合したときに、合格とする。

### 6.6.6 曲げ強さ及び曲げ弾性率の試験

曲げ強さ及び曲げ弾性率の試験は、次による。

a) **試験方法** 5個、再試験の場合は6個の試験片(B)を、曲げ試験に先立って $50 \pm 2$ 時間、温度 $37 \pm 1$ ℃の水中に保存する。水中保存した試験片(B)を取り出して、直ちに曲げ試験用ジグの二つの試験片支持部に、試験片(B)の広い面を載せ、試験片(B)の長軸が試験片支持部に垂直、かつ、荷重プランジャ先端部の長軸に対して、左右対称となるように置く。試験片(B)を水槽温度と同じになるようにし、 $5 \pm 1$  mm/minの一定なクロスヘッドスピードで試験片(B)が破折するまで、荷重プランジャで荷重を加える。

b) **曲げ強さの計算** 曲げ強さは、次の式によって求める。

$$\sigma = \frac{3Fl}{2bh^2}$$

ここに、

$\sigma$ : 曲げ強さ (MPa)

$F$ : 試験片(B)に加えた最大荷重 (N)

$l$ : 支点間距離 (mm)

$b$ : 水中保存の直前に測定した試験片(B)の幅 (mm)

$h$ : 水中保存の直前に測定した試験片(B)の厚さ (mm)

c) **曲げ弾性率の計算** 曲げ弾性率は、次の式によって求める。

$$E = \frac{F_1 l^3}{4bh^3 d}$$

ここに、

$E$ : 曲げ弾性率 (MPa)

$F_1$ : 荷重-たわみ曲線の直線部分中の適切な点における荷重 (N)

**注記** より正確にするために、直線を延長してもよい。

$d$ : 荷重 $F_1$ におけるたわみ (mm)

$l$ ,  $b$ 及び $h$ : 6.6.6 b) による (mm)。

### 6.6.7 曲げ強さ及び曲げ弾性率の評価

#### 6.6.7.1 曲げ強さの評価

曲げ強さの評価は、次による。

a) 5個のうち4個以上が表1に適合したときに、合格とする。

b) 5個のうち3個以上が表1に適合しないときは、不合格とする。

c) 5個のうち3個が表1に適合したときは、6個の試験片(B)で試験全体を繰り返し、5個以上が表1に適合したときに、合格とする。

#### 6.6.7.2 曲げ弾性率の評価

曲げ強さ試験において、5個のうち4個が表1に適合するとき、5個の試験片(B)の各々に対して、6.6.6 c)によって曲げ弾性率を求める。曲げ強さの再試験を行ったとき、この再試験の6個のうち5個の曲げ弾性率を求める。

曲げ弾性率の評価は、次による。

a) 5個のうち4個以上が表1に適合したときに、合格とする。

b) 5個のうち3個以上が表1に適合しないときは、不合格とする。

- c) 5個のうち3個が表1に適合したときは、6個の試験片(B)で試験全体を繰り返し、5個以上の曲げ強さ及び曲げ弾性率の両方が表1に適合したときに、合格とする。

## 6.7 曲げ試験による破壊じん性

### 6.7.1 材料

材料は、次による。

- a) **試験片(C)** 6.4で規定した試験片(A)を2個用いる。  
b) **グリセリン** 工業用グレード

### 6.7.2 機器

機器は、6.6.2のa)~e)によるほか、次による。

- a) **切込み器具** 切込み器具は、深さ $3.0 \pm 0.2$  mmまで切り込めるもの。ダイヤモンドブレード(厚さ $0.5 \pm 0.1$  mm)を用いることが望ましい。  
b) **固定用クランプ付きの保持具** ノッチの切込み操作中に、試験片(C)の位置合わせができるもの。  
c) **鋭利な刃** 真っすぐで曲がらない刃をもつ、スカルペル、かみそり(剃刀)の刃、工作ナイフなど。  
d) **光学顕微鏡** 切込みとノッチとを合わせた全深さを $0.01$  mm単位で測定できるスケール付きのもの。  
e) **恒温水槽** ノッチ付き試験片(C)を $23 \pm 1$  °Cに水中保存できるもの。  
f) **曲げ試験用ジグ** 6.6.2 g)による。ただし、支点間距離( $l_1$ )は、 $32.0 \pm 0.1$  mmとする。  
g) **試験機** クロスヘッドスピードが $1.0 \pm 0.2$  mm/minで、試験片(C)のたわみを $0.025$  mm以内の精度で測定できる装置を備えたもの。

## 6.7.3 曲げ試験による破壊じん性試験

### 6.7.3.1 試験方法

試験方法は、次による。

- a) 硬化操作開始後24時間以上経過した、6.4で作製した試験片(A)を湿式研削又は6.6.2 b)の装置で両面を均等に研削し、平らな平行面となるようにする。試験片(A)の厚さを $4.0$  mmよりもやや大きめにしておく。このとき、過熱しないように注意する。  
b) 切断器具を用いて、各試験片(A)を横方向に、 $8.0$  mm幅よりやや大きめに切り分ける。粒度P1 000又はP1 200の耐水研磨紙を用いて、全ての面が平滑で平行になるように湿式研磨して、長さ約 $39$  mm、高さ $8.0 \pm 0.2$  mm、幅 $4.0 \pm 0.2$  mmの試験片(C)にする。  
c) 試験片(C)を長さ方向で固定用クランプ付きの保持具に固定して、試験片(C)の上面に両端からの中心に両端に平行な線を描く。切込み器具を用いて、中心線に沿って上面に垂直に深さ $3.0 \pm 0.2$  mmまで切込みを入れる。  
d) 試験片(C)1本を、クランプ又は固定用クランプ付きの保持具に固定する。切込みにグリセリン1滴を塗布する。切込みの底に鋭利な刃を当てて、手又は機械で圧力を加え、鋭いノッチを入れる。ノッチの深さは、 $100 \sim 400$   $\mu$ mの範囲とする。ノッチの入れ方を、図2 a)に示す。  
e) 光学顕微鏡を用いて、切込み( $a'$ )とノッチとを合わせた全深さ( $a$ )を確認する。  
**注記** 予備の試験片(C)を用いて切込み手順を練習することが推奨される。ノッチ深さを追加して、更に深くしようとすることは望ましくない。  
f) ノッチ付試験片の幅( $b_1$ )及び高さ( $h_1$ )を、マイクロメータで測定する[図2 b)参照]。  
g) ノッチ付試験片10本を選んで、 $37 \pm 1$  °Cの恒温水槽に、7日間 $\pm 2$ 時間保存する。試験に先立って、 $23 \pm 1$  °Cの恒温水槽中に、 $60 \pm 15$ 分間、ノッチ付試験片を浸せきする。  
h) 浸せき後、ノッチ付試験片1本を水中から取り出し、清浄な乾いたタオルで水分を除く。曲げ試験用

ジグの二つの試験片支持部に、ノッチ付試験片のノッチを荷重プランジヤの反対側に向けて置く [図 2 b) 参照]。ノッチが二つの試験片支持部の中央にあることを確認する。

- i) クロスヘッドスピードが  $1.0 \pm 0.2 \text{ mm/min}$  で、最大荷重を過ぎ、荷重が最大荷重の 5% に減少するか、 $1.0 \pm 0.2 \text{ N}$  より小さくなるまで試験する。荷重-たわみ曲線全体を記録する。調整したノッチ付試験片 10 本全てについて、試験を行う。
- j) 試験の完了後、破壊面の、切込みとノッチとを合わせた全深さ ( $a$ ) [図 2 a) 参照] を、光学顕微鏡を用いて測定する。

**注記** 深さの識別を容易にするために、破壊じん性試験前に、ノッチの中にインクを流し込み、乾かしてもよい。

切込みとノッチとを合わせた全深さ ( $a$ ) を、ノッチ付試験片面と試験で破壊した領域との距離の 3 測定値 ( $a_1, a_2, a_3$ ) の平均として求める。

これらの 3 測定値は、試験片幅の 4 分の 1 及び 2 分の 1 の箇所を求める (図 3 参照)。

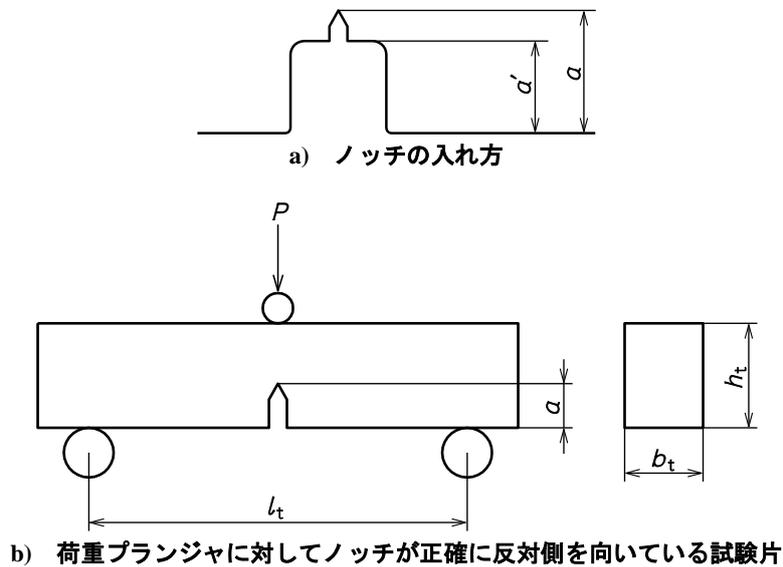


図 2—破壊じん性試験

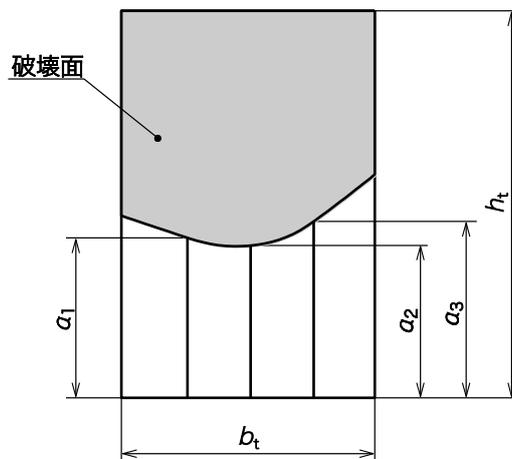


図 3—破壊面に隣接する全クラック長さの測定

### 6.7.3.2 最大応力拡大係数の計算

最大応力拡大係数 ( $K_{\max}$ ) は、次の式によって算出する。

$$K_{\max} = \frac{f P_{\max} l_t}{b_t h_t^{3/2}} \times 10^{-3/2} \quad (\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2})$$

ここで、 $f$  は、 $x$  の幾何関数であり、

$$f(x) = 3x^{1/2} \frac{1.99 - x(1-x)(2.15 - 3.93x + 2.7x^2)}{2(1+2x)(1-x)^{3/2}}$$

そして、 $x = a/h_t$

ここに、  
 $K_{\max}$  : 最大応力拡大係数 ( $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ )  
 $P_{\max}$  : ノッチ付試験片に加えられる最大荷重 (N)  
 $h_t$  : 高さ (mm)  
 $b_t$  : 幅 (mm)  
 $a$  : 全深さ (mm)  
 $l_t$  : 支点間距離 (mm)

### 6.7.3.3 全破壊仕事の計算

全破壊仕事 ( $W_f$ ) は、次の式によって求める。破壊仕事は、荷重-たわみ曲線の積分面積から求める。

$$W_f = \frac{U}{2b_t(h_t - a)} \times 1000 \quad (\text{J/m}^2)$$

ここに、  
 $W_f$  : 全破壊仕事 ( $\text{J/m}^2$ )  
 $U$  : 次の式で与えられる、記録した荷重-たわみ曲線と荷重軸との間の面積に相当する。

$$U = \int P d\Delta \quad (\text{N} \cdot \text{mm})$$

$\Delta$  : 荷重  $P$  におけるたわみ量 (mm)

$b_t$ ,  $h_t$  及び  $a$  : 6.7.3.2 による (mm)。

**注記** 荷重-たわみ曲線と荷重軸との間の面積は、試験片全体を壊すのに要するエネルギーを表す。  
そのエネルギーを破壊面積の2倍の数値で除すると、単位  $\text{J/m}^2$  で表される表面エネルギーが得られる。

### 6.7.4 破壊じん性の評価

最大応力拡大係数及び全破壊仕事の評価は、次による。

a) **最大応力拡大係数の評価** 最大応力拡大係数の評価は、次による。

- 1) 10個のうち8個以上が**表1**に適合したときに、合格とする。
- 2) 10個のうち6個以上が**表1**に適合しないときは、不合格とする。
- 3) 10個のうち5~7個が**表1**に適合したときは、12個のノッチ付試験片で試験全体を繰り返し、10個以上が**表1**に適合したときに、合格とする。

b) **全破壊仕事の評価** 全破壊仕事の評価は、次による。

- 1) 10個のうち8個以上が**表1**に適合したときに、合格とする。
- 2) 10個のうち6個以上が**表1**に適合しないときは、不合格とする。
- 3) 10個のうち5~7個が**表1**に適合したときは、12個のノッチ付試験片で試験全体を繰り返し、10個以上が**表1**に適合したときに、合格とする。

## 6.8 MMA モノマー残留量

### 6.8.1 原理

重合したレジンから MMA モノマーの溶媒抽出後のクロマトグラフ分析を行う。ガスクロマトグラフ(以

下、GC という。)法, 高速液体クロマトグラフ (以下, HPLC という。)法 (附属書 A による。), 又はこれらの規格の方法と同じ結果が出ることを保証できる他のクロマトグラフ法を用いてもよい。

### 6.8.2 試験片 (D) の作製

試験片 (D) の作製は, 次による。

#### a) 機器 機器は, 次による。

- 1) **タイプ 1 用の型** 直径 50 mm, 深さ  $3.0 \pm 0.1$  mm で, 平らなカバー付きの円形のステンレス鋼製のもの (図 4 参照)。
- 2) **タイプ 2 及びタイプ 3 用の型及び/又は装置** 直径 50 mm, 深さ  $3.0 \pm 0.1$  mm の試験片 (D) を作製するために, 製造販売業者が指定するもの。
- 3) **耐水研磨紙** JIS R 6253 に規定する粒度 P500 及び P1 200 のもの, 又はこれと同等のもの。
- 4) **マイクロメータ及び/又はノギス** JIS B 7502 に規定する精度が 0.01 mm で両測定面が平行なマイクロメータ, 及び/又は JIS B 7507 に規定する最小読取長さ 0.01 mm のノギス。

#### b) 手順 手順は, 次による。

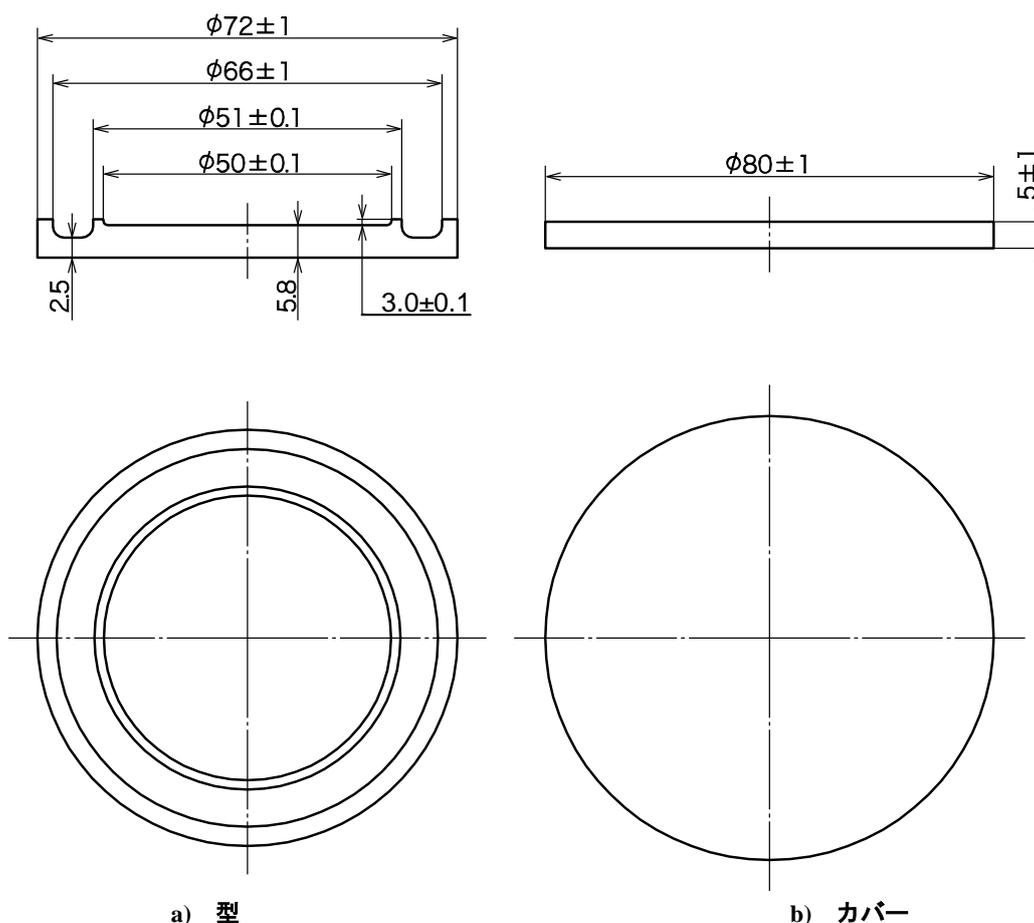
- 1) タイプ 1 については, a) 1), a) 3) 及び a) 4) の型及び機器を用い, 製造販売業者が指定する方法によって, 各々別個の混合物から 3 個の試験片 (D) を作製する。タイプ 2 及びタイプ 3 については, a) 2), a) 3) 及び a) 4) の型及び機器を用い, 製造販売業者が指定する方法によって, 各々別個の混合物から 3 個の試験片 (D) を作製する。

- 2) 6.2.1 の試験条件で暗所に  $24 \pm 5$  時間保管後, 耐水研磨紙を順次用いて  $2.0 \pm 0.1$  mm の厚さになるまで, 試験片 (D) の両面からおおよそ均等に湿式研削する。粒度 P1 200 の耐水研磨紙で試験片 (D) の全周を研削し, 滑らかにする。試験片 (D) を目視で観察し, 大きな気泡のないことを確認する。

**注記** 試験片 (D) を冷蔵庫に保存した場合には, モノマー含量は, 数日間一定のままである。

また, 試験片 (D) を ( $-18$  °C より低い) 冷凍庫に保存した場合には, モノマー含量は, 数箇月間一定のままである。

研削した試験片 (D) を, モノマー抽出の少なくとも  $24 \pm 1$  時間前に試験条件 (6.2.1 参照) で暗所に保存する。



規定していない寸法許容差は、 $\pm 0.2$  mm とする。

図 4—モノマー残留量試験用の金型

### 6.8.3 モノマーの抽出

モノマーの抽出は、次による。

a) 試薬 試薬は、次による。

- 1) **ヒドロキノン**
- 2) **アセトン** 分析グレード又は HPLC 法グレードのもの。
- 3) **メタノール** 分析グレード又は HPLC 法グレードのもの。
- 4) **内部標準用試薬** *n*-ペンタノールの分析グレード、又はサンプル溶液のほかのいずれのピークにも重ならない内部標準用試薬（例えば、1-ブタノール）。

製造販売業者が、可塑剤が存在することを示している場合には、追加の内部標準試薬を導入してもよい。その選択した追加の各内部標準試薬のピークは、サンプル溶液のいずれのピークにも重なってはならない。

b) 機器 機器は、次による。

- 1) **一般的な実験室器具**
- 2) **磁気かくはん（攪拌）器** ポリテトラフルオロエチレンコーティング（以下、PTFE コーティングという。）磁気かくはん子付きのもの。
- 3) **分析はかり** 精度が 0.1 mg 以上のもの。

- 4) **メスフラスコ** 容量が 5 mL, 10 mL 及び 1 L のもの。
  - 5) **蓋付きガラス製遠心管**
  - 6) **メスピペット** 容量が 100  $\mu$ L, 2 mL, 3 mL 及び 5 mL のもの。
  - 7) **遠心分離機** 遠心分離できる十分な能力をもつもの。
  - 8) **試験管** 蓋付きのガラス製のもの。
- c) **溶液の調製** 溶液の調製は、次による。
- 1) **アセトン溶液** ハイドロキノン約 0.02 g をひょう（秤）量して、1 L メスフラスコの中に入れる。アセトンを加えて、全体の体積を 1 L にする。
  - 2) **メタノール溶液** ハイドロキノン約 0.02 g をひょう量して、1 L メスフラスコの中に入れる。メタノールを加えて、全体の体積を 1 L にする。
  - 3) **メタノール／アセトン溶液** アセトン溶液とメタノール溶液とを体積比 1 : 4 の割合で混合する。
  - 4) **内部標準用溶液** 内部標準用試薬約 350 mg をひょう量して、10 mL メスフラスコの中に入れる。メタノール溶液を加えて、全体の体積を 10 mL にする。
  - 5) **サンプル溶液** サンプル溶液の作製は、次による。
    - 5.1) 試験片 (D) を、10 mL メスフラスコの首部を通る大きさの細片に砕き、メスフラスコに砕いた試験片 (D) 約 650 mg を入れる。この質量を分析はかりでひょう量して、記録する。これを繰り返して、3 個の試験片 (D) からそれぞれ 3 個のサンプル、すなわち、全部で 9 個のサンプルを作製する。
    - 5.2) 各メスフラスコにアセトン溶液を加えて、全体の体積を 10 mL にし、PTFE コーティング磁気かくはん子を入れ、メスフラスコを密閉し、サンプル溶液を室温で  $72 \pm 2$  時間、磁気かくはん器を用いて、かくはんする。
    - 5.3) 個別のメスピペットを用いて、各サンプル溶液から 2 mL を各 10 mL メスフラスコに入れる。それから各メスフラスコに 100  $\mu$ L の内部標準用溶液を加える。さらに、メタノール溶液をこれらのサンプル溶液に各々加えて、全体の体積を 10 mL とし、かくはんする。個別のメスピペットを用いて、このサンプル溶液 5 mL を、蓋付きガラス製遠心管へ移す。
    - 5.4) このサンプル溶液を 15 分間遠心分離機で遠心分離する。個別のピペットを用いて、遠心分離された各溶液のうちの約 3 mL を個別の試験管に移し、溶液中にポリマーが存在しないことを調べるために、メタノールを加える。その液の入った試験管に、垂直に光線を照射したとき、液は、透明でなければならない。この試験は、暗室で行わなければならない。液が透明に見えない場合には、メタノール溶液による希釈率を変えて 5.3) 以降の手順を繰り返す。
    - 5.5) ポリマーを完全に沈殿させるために必要であったメタノール溶液の量を記録する。液が透明に見えるならば、モノマー残留量を、GC 法、HPLC 法（**附属書 A** による。）又はほかの同等なクロマトグラフ法（**6.8.1** 参照）によって測定する。

#### 6.8.4 GC 法

GC 法は、次による。

- a) **試薬及び機器** 試薬及び機器は、次による。
  - 1) **MMA** GC 法純度が 99 % 以上のもの。
  - 2) **GC** 液体サンプル用スプリット／スプリットレス注入口（スプリットモード、スプリット比 1 : 10 を推奨。）、水素炎イオン化検出器及び記録システムを備えるもの。
  - 3) **マイクロシリンジ** 容量が 0.1~5  $\mu$ L のもの。

b) 手順 手順は、次による。

1) **GC法の検量線用溶液の調製** 質量分率約0.1～6%のMMA濃度が少なくとも5種の検量線用溶液(内部標準用試薬も含有する。)を調製する。

手順は、次のいずれかによる。

1.1) 6 mg, 60 mg, 150 mg, 300 mg 及び 400 mg の MMA をはかり、個別の 5 mL メスフラスコに入れて、検量線用溶液を調製する。メタノール/アセトン溶液を加えて、全体の体積を 5 mL にする。各検量線用溶液の 100 µL を、100 µL の内部標準用溶液とともに、個別の 10 mL メスフラスコに移す。メタノール/アセトン溶液を加えて全体の体積を 10 mL にする。各検量線用溶液ごとに MMA の質量を記録し、最終濃度 (µg/mL) を求める。サンプル溶液の MMA 含量が、検量線作成の MMA 濃度内に入らない場合には、追加の検量点を作成する。

1.2) 約 400 mg の MMA をひょう量し、5 mL メスフラスコに入れて、メタノール/アセトン溶液を加えて、全体の体積を 5 mL にし、検量線用溶液の母液を調製する。検量線用溶液の母液 2 µL, 15 µL, 38 µL, 75 µL 及び 100 µL を、それぞれ 100 µL の内部標準用溶液とともに、個別の 10 mL メスフラスコに移す。メタノール/アセトン溶液を加えて全体の体積を 10 mL にする。各検量線用溶液ごとに MMA の質量を記録し、最終濃度 (µg/mL) を求める。サンプル溶液の MMA 含量が、検量線作成の MMA 濃度内に入らない場合には、追加の検量点を作成する。

2) **GC装置、ガス及び操作条件** GC装置、ガス及び操作条件は、次による。

2.1) **カラム** 長さ 30 m, 内径 0.25 mm の熔融石英キャピラリ管がよい。固定相は、ポリシロキサン誘導体(例えば、メチル基及びフェニル基をもつポリシロキサン)又はポリエチレングリコール。

2.2) **カラムコンディショニング** ガスを流して昇温し、6～10時間係留する。

2.3) **推奨するカラム温度** 75 °C一定

2.4) **注入口温度** 200 °C

2.5) **検出器温度** 200 °C

2.6) **キャリアガス** 流量が毎分約 1.3 mL のガスクロマトグラフ分析用ヘリウム

2.7) **燃料ガス** GC分析用の水素及び空気

c) **サンプル溶液及び検量線用溶液のGC** 使用するGCの感度によって、サンプル溶液〔6.8.3 c) 5) によって調製〕又は検量線用溶液〔b) 1) によって調製〕の適量を注入する。注入量は、対応するサンプル溶液又は検量線用溶液について同じでなければならない。全成分が完全に流出されるまで、GCを作動させる。サンプル溶液中のMMA含量を正確に定量するために、様々なカラムオープン温度プロフィールを用いて、全物質の良好な分離を確保しなければならない。

d) **GCのピークの評価** MMA及び内部標準用試薬の保持時間を決定する。少なくともお互いの相対的な保持時間を決定する。実測値は、カラムの古さ及び他のGCのパラメータによって変わる。MMA及び内部標準用試薬のピーク高さ又は面積は、電子的記録及び積分によって求める。

### 6.8.5 計算及び評価

計算及び評価は、次による。

a) **検量線からの計算** 検量線からの計算は、次による。

1) **検量線の作成** ピーク面積(又は高さ)の比を用いて、検量線を作成する。

$$\frac{A'_{\text{MMA}}}{A'_{\text{I.S.}}}$$

ここに、 $A'_{\text{MMA}}$  : 検量線用溶液中のMMAのピーク面積(又は高さ)

$A'_{I.S.}$  : 検量線用溶液中の内部標準用試薬 (例えば, *n*-ペンタノール) のピーク面積 (又は高さ)

- 2) **測定の信頼性** 線形回帰によって作成された検量線の相関係数は, 0.990 以上でなければならない。
- 3) **MMA の濃度の決定** 次の対応比を用いて, MMA の濃度を求める。

$$\frac{A_{MMA}}{A_{I.S.}}$$

ここに,  $A_{MMA}$  : サンプル溶液中の MMA のピーク面積 (又は高さ)  
 $A_{I.S.}$  : サンプル溶液中の内部標準用試薬 (例えば, *n*-ペンタノール) のピーク面積 (又は高さ)

分析されるサンプル溶液中の MMA 濃度 ( $c_{MMA}$   $\mu\text{g/mL}$ ) を求めるために, 検量線を用いる。  
サンプル溶液中の MMA 全量 ( $m_{MMA}$   $\mu\text{g}$ ) を次の式によって求める。

$$m_{MMA} = c_{MMA} \times \left(\frac{10}{2}\right)^* \times 10^{**}$$

**注\*** 溶解ポリマーを沈殿させるために, 密閉されたメスフラスコ中のサンプル溶液 2 mL 及び内部標準用溶液 100  $\mu\text{L}$  にメタノール溶液を加えて, 全体量を 10 mL にする。もし, 希釈率 2 : 10 でポリマーが完全に沈殿しない場合には, この希釈率を変えなければならない。

\*\* 元のサンプル溶液の体積は, 10 mL である。

$$\text{MMA モノマー残留量 (質量分率)} = \frac{m_{MMA}}{m_{\text{SAMPLE}}} \times 100$$

ここに,  $m_{MMA}$  : サンプル溶液中の MMA 全量 ( $\mu\text{g}$ )  
 $m_{\text{SAMPLE}}$  : サンプルの質量 ( $\mu\text{g}$ )

b) **評価** MMA モノマー残留量の評価は, 次による。

- 1) 9 個のサンプルのうち 7 個以上が **5.2.10** に適合したときに, 合格とする。
- 2) 9 個のサンプルのうち 5 個以上が **5.2.10** に適合しないときは, 不合格とする。
- 3) 9 個のサンプルのうち 5 個又は 6 個が **5.2.10** に適合したときは, 試験全体を繰り返し, 8 個以上が **5.2.13** に適合したときに, 合格とする。

## 6.9 フタレート可塑剤 (該当する場合)

### 6.9.1 一般

製造販売業者は, 硬化した材料にフタレート可塑剤が存在する場合には, 存在するフタレート可塑剤を明示し, 同定しなければならない。

### 6.9.2 原理

重合したレジンからフタレート可塑剤を溶媒抽出した後, クロマトグラフ分析を行う。GC 法, HPLC 法 (附属書 A 参照), 又はこの規格の方法と同じ結果が出ることを保証できる他のクロマトグラフ法を用いてもよい。

### 6.9.3 試験片の作製

試験片は, **6.8.2** によって同様に作製する。

### 6.9.4 フタレート可塑剤の抽出

フタレート可塑剤の抽出は, **6.8.3** によって同様に行う。

a) **試薬** **6.8.3 a)** に用いた試薬及び次による。

- 1) **フタレート可塑剤** 製造販売業者が示すもの。
- 2) **内部標準用試薬** 分析グレードの純度, そのピークは, サンプル溶液の他のいずれのピークとも重

ならず、フタレート可塑剤の定量に適するもの。

b) **機器** 6.8.3 b)による。

c) **溶液の調製** 6.8.3 c) に用いた溶液及び次による。

1) **内部標準用溶液 (I.S.)** フタレート可塑剤のピークの近くで溶出する内部標準用試薬が望ましい。

追加の内部標準用試薬が 6.8.3 a) 4) で導入されていない場合には、レジン中のフタレート可塑剤を定量できるように内部標準用溶液を調製する。

2) **サンプル溶液** サンプル溶液に加えらるる内部標準用溶液がフタレート可塑剤の定量に適していなければならぬことを除いて、6.8.3 c) 5) によって、サンプル溶液を調製する。

残留モノマー及び可塑剤の両方を定量するために追加の内部標準用試薬が溶液に導入されている場合には、残留モノマーの定量のために 6.8.3 c) 5) によって調製された溶液を用いることができる。

### 6.9.5 GC 法

GC 法は、次による。

a) **試薬** 製造販売業者が示すフタレート可塑剤 (GC 法によって求められた純度が 99 % 以上のもの)。

b) **機器** 6.8.4 a) 2) 及び 6.8.4 a) 3) による。

c) **手順** 手順は、次による。

1) **GC 法の検量線用溶液の調製** サンプル溶液の定量に適切な可塑剤濃度をもつ内部標準用溶液を、少なくとも 5 種、調製する。可塑剤をはかり、個別の 5 mL メスフラスコに入れて、フタレート可塑剤の検量線用溶液を調製する。メタノール/アセトン溶液を加えて、全体の体積を 5 mL にする。各検量線用溶液の 100  $\mu$ L を、100  $\mu$ L の内部標準用溶液とともに、個別の 10 mL メスフラスコへ移す。メタノール/アセトン溶液を加えて、全体の体積を 10 mL にする。

各検量線用溶液ごとにフタレート可塑剤の質量を記録し、最終濃度を mL 当たりの  $\mu$ g 単位で求める。

サンプル溶液の可塑剤含量が、検量線の両端のフタレート可塑剤濃度内に入らない場合には、追加の検量点を作成する。

2) **GC 装置、ガス及び操作条件** GC 装置、ガス及び操作条件は、6.8.4 b) 2) による。

フタレート可塑剤の定量に適するように、条件を変更できる。

MMA と (MMA の定量のために選ばれた) 内部標準用試薬との両方が溶出する等温期が経過した後、フタレート可塑剤の定量に適する温度に達するまでカラム温度を上げる。可塑剤は、フタレート可塑剤の定量のために選ばれた内部標準用試薬とともに、新たな等温期に溶出することが望ましい。

d) **サンプル溶液及び検量線用溶液の GC** 使用する GC の感度によって、サンプル溶液 [6.9.4 c) 2) によって調製] 又は検量線用溶液 [c) 1) によって調製] の適量を注入する。注入量は、結果の算出に極めて重大ではないが、対応するサンプル溶液又は検量線用溶液について同じでなければならない。全成分が完全に流出されるまで、GC を作動させる。サンプル溶液中のフタレート可塑剤含量を正確に定量するために、適切なカラムオープン温度プロフィールを用いて、全物質の良好な分離を確保しなければならない。

e) **GC のピークの評価** サンプル溶液中のフタレート可塑剤を、クロマトグラフ法によって同定する。フタレート可塑剤及び内部標準用試薬の保持時間を決定する。少なくともお互いの相対的な保持時間を決定する。フタレート可塑剤及び内部標準用試薬のピーク高さ又は面積は、電子的記録及び積分によって求める。

## 6.9.6 計算及び評価

計算及び評価は、次による。

a) **検量線からの計算** 検量線からの計算は、次による。

- 1) **検量線の作成** ピーク面積（又は高さ）の比を用いて、それぞれのフタレート可塑剤ごとに、検量線を作成する。

$$\frac{A'_{\text{PLASTICIZER}}}{A'_{\text{I.S.}}}$$

ここに、 $A'_{\text{PLASTICIZER}}$ ： 検量線用溶液中のフタレート可塑剤のピーク面積（又は高さ）

$A'_{\text{I.S.}}$ ： 検量線用溶液中の内部標準用試薬のピーク面積（又は高さ）

- 2) **測定の信頼性** 線形回帰によって作成された検量線の相関係数は、0.990 以上でなければならない。
- 3) **フタレート可塑剤の濃度の決定** 次の対応比を用いて、フタレート可塑剤の濃度を求める。

$$\frac{A_{\text{PLASTICIZER}}}{A_{\text{I.S.}}}$$

ここに、 $A_{\text{PLASTICIZER}}$ ： サンプル溶液中のフタレート可塑剤のピーク面積（又は高さ）

$A_{\text{I.S.}}$ ： サンプル溶液中の内部標準用試薬のピーク面積（又は高さ）

分析されるサンプル溶液中のフタレート可塑剤濃度（ $c_{\text{PLASTICIZER}}$   $\mu\text{g/mL}$ ）を求めるために、検量線を用いる。

サンプル溶液中のフタレート可塑剤含量（ $m_{\text{PLASTICIZER}}$   $\mu\text{g}$ ）を次の式によって求める。

$$m_{\text{PLASTICIZER}} = c_{\text{PLASTICIZER}} \times \left(\frac{10}{2}\right)^* \times 10^{**}$$

**注\*** 溶解ポリマーを沈殿させるために、密閉されたメスフラスコ中のサンプル溶液 2 mL 及び内部標準用溶液 100  $\mu\text{L}$  にメタノール溶液を加えて、全体量を 10 mL にする。もし、2 : 10 の希釈でポリマーが完全に沈殿しない場合には、この希釈率を変えなければならない。

\*\* 元のサンプル溶液の体積は、10 mL である。

複数のフタレート可塑剤が存在する場合は、...それぞれのフタレート可塑剤の量を合計し、フタレート可塑剤の総含量を各サンプルの元の質量で除する。

各サンプルのフタレート可塑剤の濃度は、次の式によって求める。

$$\text{フタレート可塑剤（質量分率\%）} = \frac{m_{\text{TPC}}}{m_{\text{SAMPLE}}} \times 100$$

ここに、 $m_{\text{TPC}}$ ： フタレート可塑剤の総含量（ $\mu\text{g}$ ）

$m_{\text{SAMPLE}}$ ： サンプルの質量（ $\mu\text{g}$ ）

b) **評価** フタレート可塑剤残留量の評価は、次による。

- 1) 9 個のサンプルのうち 7 個以上が **5.2.11** に適合したときに、合格とする。
- 2) 9 個のサンプルのうち 5 個以上が **5.2.11** に適合しないときは、不合格とする。
- 3) 9 個のサンプルのうち 5 個又は 6 個が **5.2.11** に適合したときは、試験全体を繰り返し、8 個以上が **5.2.11** に適合したときに、合格とする。

## 6.10 吸水量及び溶解量

### 6.10.1 材料

材料は、次による。

- a) **ポリエステルフィルム** 厚さ  $50 \pm 25 \mu\text{m}$  のポリエステルフィルム。ステンレス鋼の型を覆うためのもの。
- b) **シリカゲル**  $130 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  で  $300 \pm 10$  分間乾燥したもの。
- c) **水** 精製水又は蒸留水

#### 6.10.2 機器

機器は、次による。

- a) **ステンレス鋼製の型及びカバー** 図 5 に示す寸法のステンレス鋼製の型及びカバー。
- b) **型及び／又は器具(タイプ 2 及びタイプ 3)** 試験片 (E) 作製のために製造販売業者が指定するもの。
- c) **プレス及びクランプ** (必要な場合)
- d) **マイクロメータ又はノギス** JIS B 7502 に規定する精度が  $0.01 \text{ mm}$  以上で両側定面が平行なマイクロメータ, 又は JIS B 7507 に規定する最小読取長さ  $0.01 \text{ mm}$  のノギス。
- e) **デシケータ** 2 個
- f) **架台** 試験片を平行に並べて分離しておくための架台。
- g) **恒温器**  $37 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  を維持できる恒温器。
- h) **天びん** 精度  $0.1 \text{ mg}$  以上のもの。
- i) **水槽** 恒温を維持できる水槽 (必要な場合)。
- j) **ピンセット** プラスチックでコーティングしたもの。
- k) **タイマ** 1 秒単位で計測できるもの。

#### 6.10.3 試験片 (E) の作製

試験片 (E) の作製は、次による。

- a) **タイプ 1 の材料** レジンを混合し、混合物を **6.10.2 a)** の金型の中に充填し、ポリエステルフィルムを介在させ、カバーを押し付ける。その後、製造販売業者が指定する方法によって重合する。重合中は、ポリエステルフィルムをそのままにしておく。5 個の試験片 (E) を、別々の混合物から作製する。
- b) **タイプ 2 及びタイプ 3 の材料** 6.10.2 b) の型及び／又は器具を用い、製造販売業者が指定する方法によって、5 個の試験片 (E) を作製する。
- c) **試験片** 試験片 (E) は、マイクロメータ又はノギスを用いて、直径  $50 \pm 1 \text{ mm}$ 、厚さ  $0.5 \pm 0.1 \text{ mm}$  で、上下面が目視によって平らであることを確認する。

#### 6.10.4 手順

手順は、次による。

- a) **恒量** 恒量は、次による。
  - 1) 乾燥したシリカゲルが入っている第 1 のデシケータ内部の架台に、試験片 (E) を載せる。 $37 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  の恒温器中にデシケータを  $23 \pm 1$  時間保存した後、恒温器からデシケータを取り出す。
  - 2) 架台に保存された試験片 (E) を、新たに乾燥したシリカゲルを入れ、 $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$  に保った第 2 のデシケータに直接移す。 $60 \pm 10$  分後に第 2 のデシケータ内の試験片 (E) を取り出し、天びんを用いて、試験片 (E) を  $0.2 \text{ mg}$  の精度でひょう量する。試験片 (E) を出し入れするとき、デシケータを開けるのをできるだけ短時間で行い、それ以外は密閉しておく。
  - 3) 全ての試験片 (E) をひょう量し終わった後、第 1 のデシケータ中のシリカゲルを新しく乾燥したシリカゲルと入れ替えて、そのデシケータを恒温器中に置く。
  - 4) 試験片 (E) が恒量 ( $m_1$ ) に達するまで、上記の乾燥・ひょう量作業を繰り返す。すなわち、続け

てひょう量する間で各試験片 (E) の質量減が 0.2 mg 以下になるまで繰り返す。恒量となった時点で、直径を等間隔に 3 部位及び厚さ (中心及び円周部の等間隔な 4 点) の 5 部位を測定し、その平均値から各試験片 (E) の体積 (V) を求める。

- b) **水中浸せき及び直後の質量** 恒量となった試験片 (E) を  $37 \pm 1$  °C の水中に 7 日間 (168 時間)  $\pm 2$  時間浸せきする。その後、ピンセットを用い、水中から試験片 (E) を取り出し、水分がなくなるまで乾いたタオルで拭き、空气中で  $15 \pm 1$  秒間振り、水中から取り出してから  $60 \pm 10$  秒後に 0.2 mg の精度でひょう量する。この質量を  $m_2$  とする。
- c) **水中浸せき後の乾燥質量** b) のひょう量後、a) によって、デシケータの中で恒量になるまで試験片 (E) を乾燥する。乾燥した試験片 (E) の質量を  $m_3$  とする。a) と同じ乾燥条件を適用することが肝要であって、同じ番号の試験片 (E) を用い、デシケータには新しく乾燥したシリカゲルを使う。
- d) **計算及び評価** 計算及び評価は、次による。

- 1) **吸水量** 吸水量は、次の式によって求める。得られた数値は、丸めの幅を  $1 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  とする。

$$W_{\text{sp}} = \frac{m_2 - m_3}{V}$$

ここに、 $W_{\text{sp}}$ : 吸水量 ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )  
 $m_2$ : 試験片 (E) の水中浸せき直後の質量 ( $\mu\text{g}$ )  
 $m_3$ : 試験片 (E) の水中浸せき後の乾燥質量 ( $\mu\text{g}$ )  
 $V$ : 試験片 (E) の体積 ( $\text{mm}^3$ )

- 2) **溶解量** 溶解量は、次の式によって求める。得られた数値は、丸めの幅を  $0.1 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  とする。

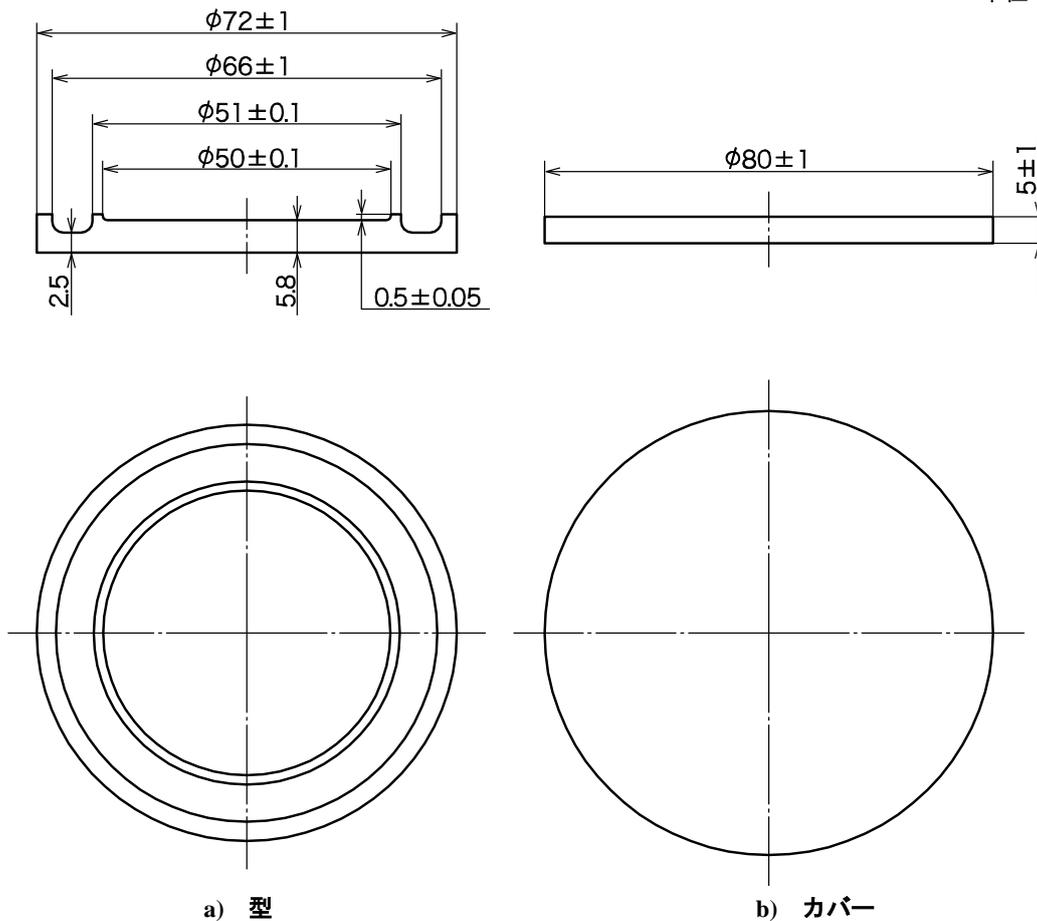
$$W_{\text{sl}} = \frac{m_1 - m_3}{V}$$

ここに、 $W_{\text{sl}}$ : 溶解量 ( $\mu\text{g}/\text{mm}^3$ )  
 $m_1$ : 試験片 (E) の恒量 ( $\mu\text{g}$ )  
 $m_3$ : 試験片 (E) の水中浸せき後の乾燥質量 ( $\mu\text{g}$ )  
 $V$ : 試験片 (E) の体積 ( $\text{mm}^3$ )

- 3) **吸水量及び溶解量の評価** 吸水量及び溶解量の評価は、次による。

- 3.1) 5 個のうち 4 個以上が表 1 に適合したときに、合格とする。
- 3.2) 5 個のうち 3 個以上が表 1 に適合しないときは、不合格とする。
- 3.3) 5 個のうち 3 個が表 1 に適合したときは、6 個の試験片 (E) で、試験全体を繰り返し、5 個以上が表 1 に適合したときに、合格とする。

単位 mm



規定していない寸法許容差は、 $\pm 0.2$  mm とする。

図 5—吸水性及び溶解性試験用の金型

## 7 包装

レジンは、内容物を汚染しない又は内容物に汚染されない材料からなる、適切に密閉できる容器で供給する。容器又は包装は、輸送又は貯蔵中の損傷又は漏出を防ぐものとする。液は、暗色瓶又は不透明容器に入れる。少量包装のために、1個又は複数個の直接容器を入れる外装を用いてもよい。

## 8 表示及び添付文書

### 8.1 表示

レジンの包装には、次の事項を表示しなければならない。

- a) 製品名
- b) 種類及び色調
- c) 質量又は内容量
- d) 使用期限及び保管条件
- e) 製造販売業者名及び所在地
- f) 製造番号又は製造記号
- g) 他の法定表示事項

## 8.2 添付文書

レジンには、次の事項を記載した添付文書を添付しなければならない。

- a) 製品名
- b) 最大モノマー残留量，更に質量分率1%より少ないと記載する場合には，達成する手段。
- c) 液又は混和物が皮膚に長時間接触しないように，また，単量体（モノマー蒸気）を吸入しないようにという警告。
- d) 粉液比〔(粉：質量)と(液：体積)との比，又は(粉：質量)と(液：質量)との比〕（該当する場合）
- e) 填入を行う手順，時間及び温度（該当する場合）
- f) 填入ができる時間範囲（該当する場合）
- g) 関連機器及び材料（例 フラスコのタイプ，石こう，ハイドロコロイド印象材）
- h) 推奨する分離材
- i) 保管条件
- j) 填入中のフラスコ温度（該当する場合）...
- k) レジンの重合開始から完結するための詳細な手順
- l) 成形品の後処理方法（冷却及びフラスコから取り出した後の保管について）
- m) 重合後のレジンから抽出できるフタレート可塑剤の名称及び最大量（質量分率）
- n) 使用上の注意事項
- o) 他の法定記載事項

## 附属書 A (規定)

### MMA 含量測定のための高速液体クロマトグラフ (HPLC) 法

#### A.1 一般

この附属書は、MMA 含量測定のための HPLC 法について規定する。

**注記** HPLC 法に必要とされる項目の幾つかは、GC 法の場合と同一である (6.8 参照)。

#### A.2 試験

##### A.2.1 試験片 (D) の作製

試験片 (D) の作製は、6.8.2 による。

##### A.2.2 モノマーの抽出

###### A.2.2.1 試薬

試薬は、次による。

- a) **試薬** 6.8.3 a) に規定したもの。
- b) **テトラヒドロフラン** (以下、THF という。) 分析グレード又は HPLC グレード。
- c) **水** HPLC に用いるのに適したもの。

###### A.2.2.2 機器

測定に用いる機器は、6.8.3 b) による。

###### A.2.2.3 溶液の調製

溶液の調製は、6.8.3 c) による。

**注記** THF をアセトンの代わりに使用できる。内部標準用溶液は必要としない。

###### A.2.2.4 HPLC 法

HPLC 法は、次による。

- a) **試薬** 6.8.4 a) に規定したもの。
- b) **機器** 機器は、次による。
  - 1) **HPLC** 205 nm で測定できる紫外線吸収検出器、及び記録システムが附属しているもの。
  - 2) **インジェクションループ** 例えば、容量 20  $\mu$ L のもの。
- c) **検量線用溶液の調製** 6.8.4 b) 1) による。ただし、内部標準用溶液は不必要であり、THF をアセトンの代わりに使用できる。
- d) **HPLC 装置及び操作条件** HPLC 装置及び操作条件は、次による。
  - 1) **カラム** オクタデシルシリカ担体 (ODS)、粒径 5  $\mu$ m、長さ 250 mm 及び内径 4~5 mm のもの、又は同等の性能をもつもの。
  - 2) **移動相** 66 % CH<sub>3</sub>OH / 34 % H<sub>2</sub>O
  - 3) **流量** 0.8 mL/min
  - 4) **検出** 波長 205 nm の UV
  - 5) **温度** 一定の室温

**注記** 良好な分離を得るためには、操作条件を変更してもよく、また、別の移動相 (例 アセトニトリル/水) を用いてもよい。

- e) **サンプル溶液及び検量線用溶液の高速液体クロマトグラム** サンプル溶液中の低濃度の MMA を検出するためには、波長 205 nm が適する。検量線は、直線でなければならない。サンプル溶液の濃度が高過ぎる場合には、サンプル溶液及び検量線用溶液の定量的な希釈が必要となるか、又は別の波長（例えば、225 nm）を選択してもよい。

サンプル溶液及び検量線用溶液の一定量を確実に注入するために、定容量（例えば、20  $\mu\text{L}$ ）のインジェクションループを用いる。

サンプル溶液中の MMA 含量を正確に定量するために、適切な移動相組成を選んで、主要物質のピークを分離する。

全主要成分が完全に溶出されるまで、HPLC を作動させる。

- f) **HPLC クロマトグラムのピークの評価** MMA の保持時間は、サンプル溶液及び検量線用溶液の分析の間一定でなければならない。MMA のピーク高さ又は面積は、電子的記録及び積分によって求める。

### A.2.3 計算及び評価

計算及び評価は、次による。

- a) **検量線からの計算** 検量線からの計算は、次による。
- 1) **検量線の作成** 検量線用溶液中の MMA のピーク面積（又は高さ）とそれぞれの MMA 濃度 ( $\mu\text{g/mL}$ ) とに基づいて、検量線を作成する。
  - 2) **測定の信頼性** 線形回帰によって作成した検量線の相関係数は、0.990 以上でなければならない。
  - 3) **MMA の濃度の決定** 分析されるサンプル溶液中の MMA 濃度 ( $c_{\text{MMA}} \mu\text{g/mL}$ ) を求めるために、検量線を用いる。サンプル溶液中の MMA 全量 ( $m_{\text{MMA}} \mu\text{g}$ ) は、**6.8.5 a) 3)** によって求める。
- b) **評価** **6.8.5 b)** による。

附属書 JA

(参考)

JIS と対応国際規格との対比表

JIS X XXXX:9999 歯科矯正床用レジン		ISO 20795-2:2010 Dentistry—Base polymers—Part 2: Orthodontic base polymers						
(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の箇条ごとの評価及びその内容		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策	
箇条番号及び題名	内容		箇条番号	内容	箇条ごとの評価	技術的差異の内容		
3 用語及び定義	—		3.2	築盛法	削除		本文中に記載箇所がなかった。	
	—		3.3	直接容器	削除	“直接容器”のほか、5 件の用語を削除した。	歯科関係で一般的な用語である。 ISO には提案しない。	
	—		3.5	液				
	—		3.6	矯正床				
	—		3.7	外装				
	—		3.8	粉				
—	—	3.9	プロセッシング					
5 品質	5.2.1 生体適合性評価する		5.2.1	推奨する	変更	“推奨する”を“評価する”に変更した。	JIS では、規定としている。	
	5.2.2 表面特性		5.2.2	JIS にほぼ同じ。	変更	ISO 規格の 5.2.2 の内容を JIS では、表面特性 (5.2.2) 及び滑沢性 (5.2.3) に分けた。	分かりやすい表現とした。 技術的差異はない。	
	5.2.3 滑沢性							
	5.2.5 色調		5.2.2.1	製造業者	変更	“製造業者”から“製造販売業者”に変更した。以下の項も同様とする。	法定要求事項に整合させた。	
	a) 製造販売業者							
	5.2.6 気泡		5.2.5	観察し得る気泡	変更	“観察し得る”から“目視で観察し、大きな気泡”に変更した。	タイプ3で気泡が皆無の成形体を得るのは困難である。	
	5.2.9.1 最大応力拡大係数		5.2.8		変更	“製造販売業者が耐衝撃性材料であることを表示する場合には”に変更した。	義歯床用アクリル系レジンの規格と同じにした。	
5.2.9.2 全破壊仕事	5.2.9		変更	“製造販売業者が耐衝撃性材料であることを表示する場合には”に変更した。	義歯床用アクリル系レジンの規格と同じにした。			

著作権法により無断での複製、転載等は禁止されております。

(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の箇条ごとの評価及びその内容		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
箇条番号及び題名	内容		箇条番号	内容	箇条ごとの評価	技術的差異の内容	
6 試験方法	6.1 サンプルング		6	小売用包装から採取する。	削除	小売用包装を削除した。	試料の採取は、小売用包装に限定しない。性能に影響しない。
	6.2.3 特殊な機器例示を付記		7.3	—	追加	例示を追加した。	使用者に分かりやすくした。
	6.4.1 d) 耐水研磨紙 <b>JIS R 6253</b>			—	追加	<b>JIS</b> を追加した。以下の項も同様とする。	<b>JIS</b> があるため。
	6.4.3 手順		8.3.1.4		変更	タイプ 1, タイプ 2 及びタイプ 3 に方法を分けた。	分かりやすい表現にした。
	6.6.2 d) マイクロメータ及びノギス <b>JIS B 7502, JIS B 7507</b>			—	追加	<b>JIS</b> を追加した。以下の項も同様とする。	<b>JIS</b> があるため。
	6.6.3 試験片(B)の作製幅		8.3.2.3	—	追加	幅を追加した。	幅の測定が必要である。 <b>ISO</b> 規格改正時に提案する。
	6.8.2 試験片(D)の作製			—	変更	タイプ 1, タイプ 2 及びタイプ 3 に方法を分けた。	同じ方法で作製できない。 <b>ISO</b> 規格改正時に提案する。
	6.8.3 b) 6) メスピペット		8.5.2.2.1	石こうで埋没する。	削除	<b>ISO</b> 規格の規定を削除した。	金型は、石こう埋没しない。
	6.8.3 b) 7) 遠心分離機十分な能力		8.5.3.2.4	—	追加	3 mL 及び 5 mL を追加した。	調製しやすいため。
	6.8.3 c) 5.4) 希釈率を変えて		8.5.3.2.7	$3\ 000 \times g_n\ m/s^2$	変更	表現を変更した。	使用者に分かりやすくした。
	6.8.4 b) 1.2) 記載内容を追加		8.5.3.3.5	大量の	変更	表現を変更した。	使用者に分かりやすくした。
	6.9.6 a) 3) 記載内容を追加		8.5.4.3	検量線用溶液の調製	追加	検量線用溶液の母液から分液して濃度を調製する手順を追加した。	微量(6 mg 又は 60 mg)の高純度 MMA は、ひょう量中又はメスフラスコ内で揮発してしまうため、MMA の質量を算出しても真の値は得られない。 <b>ISO</b> 規格改正時に提案する。
	6.10.3 試験片 (E) の作製		8.6.6.1.3	—	追加	<b>JIS</b> の規定を追加した。	複数の可塑剤が存在する場合を明確にした。
	8.7.3		変更	タイプ 1, タイプ 2 及びタイプ 3 に方法を分けた。	同じ方法で作製できない。 <b>ISO</b> 規格改正時に提案する。		

(I) JIS の規定		(II) 国際規格番号	(III) 国際規格の規定		(IV) JIS と国際規格との技術的差異の箇条ごとの評価及びその内容		(V) JIS と国際規格との技術的差異の理由及び今後の対策
箇条番号及び題名	内容		箇条番号	内容	箇条ごとの評価	技術的差異の内容	
8 表示及び添付文書			9	ラベリング, 表示, 包装及び説明書	変更	表示及び添付文書とした。	他の JIS に整合した。
	8.1 表示 g) 他の法定表示事項			—	追加	他の法定表示事項を追加。	他の JIS に整合した。
	8.1 表示		g)	液の可燃性及び引火点の注意書き。	変更	ISO 規格の 9.2.1 の g)~i)を他の法定表示事項に含めた。	他の法定表示事項に入る内容である。
			h)	毒性, 危険性又は刺激性の注意書き。	変更	ISO 規格の 9.2.1 の g)~i)を他の法定表示事項に含めた。	他の法定表示事項に入る内容である。
			i)	薬理活性成分の識別	変更	ISO 規格の 9.2.1 の g)~i)を他の法定表示事項に含めた。	他の法定表示事項に入る内容である。
	8.2 添付文書 a) 製品名			—	追加	製品名を追加した。	他の JIS に整合した。
	8.2 添付文書 j) 填入中のフラスコ温度 (該当する場合)		i)	填入中のフラスコ温度	変更	該当する場合とした。	タイプ 3 だけに必要である。
	8.2 添付文書 n) 使用上の注意事項			—	追加	使用上の注意事項を追加した。	他の JIS に整合した。
8.2 添付文書 o) 他の法定記載事項			—	追加	他の法定記載事項を追加した。	他の JIS に整合した。	

<p><b>JIS と国際規格との対応の程度の全体評価：ISO 20795-2:2010, MOD</b></p> <p><b>注記 1</b> 箇条ごとの評価欄の用語の意味は、次による。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>— 削除……………国際規格の規定項目又は規定内容を削除している。</li> <li>— 追加……………国際規格にない規定項目又は規定内容を追加している。</li> <li>— 変更……………国際規格の規定内容を変更している。</li> </ul> <p><b>注記 2</b> JIS と国際規格との対応の程度の全体評価欄の記号の意味は、次による。</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>— MOD……………国際規格を修正している。</li> </ul>
---

# 歯科矯正床用レジン 解説

この解説は、規格に規定・記載した事柄を説明するもので、規格の一部ではない。

この解説は、日本規格協会が編集・発行するものであり、これに関する問合せ先は日本規格協会である。

## 1 制定の趣旨

歯科矯正床用レジンの国際規格として、**ISO 20795-2**, Dentistry—Base polymers—Part 2: Orthodontic base polymers が 2010 年に第 1 版として発行された。今回、この国際規格を基に、この規格を制定することにした。

## 2 制定の経緯

この規格は、日本歯科材料工業協同組合の技術委員会第 1 規格部会の **JIS** 原案作成委員会によって **JIS** 原案を作成した。さらに、社団法人日本歯科医師会・材料規格委員会で審議された **JIS** 原案を主務大臣である厚生労働大臣に申出し、日本工業標準調査会で審議議決され、平成 年 月 日付で公示された。

## 3 審議中に特に問題となった事項

**ISO** 規格では、Part 1 及び Part 2 から成るが、Part 1 に該当する義歯床用アクリル系レジンの **JIS** では、適用ポリマーをアクリル系材料に限定した。Part 2 の矯正床用レジンは、適用ポリマーを限定しないため、独立した **JIS** として制定した。

## 4 規定項目の内容

### 4.1 引用規格（箇条 2）

引用規格は、次のとおりである。

- a) 分析実験用の水について、適用できる我が国の規格・基準がないので、**ISO 3696** を削除した。
- b) 色調安定性の測定について、色調試験に用いないため、**ISO 7491** を削除した。
- c) この規格は、日付の表示方法として、北米方式（日／月／年の順）を許容するため、北米方式を許容しない **ISO 8601** を他の **JIS** と同様に削除した。

### 4.2 品質（箇条 5）

品質は、次のとおりである。

- a) 色調について、一般的にシェードガイドは、準備されていないため、**ISO** 規格の“比較する”は削除した。
- b) 気泡について、タイプ 3 で気泡が皆無の成形体を得るのは困難なため、“目視で観察できる気泡があってはならない”を、“目視で観察し、大きな気泡があってはならない”とした。
- c) 破壊じん（靱）性については、**ISO** 規格の Part 1 に合わせて製造販売業者が耐衝撃性材料を表示する場合だけに適用する追加要求事項とした。

### 4.3 GC法 (6.8.4)

GC法の検量線用溶液の調製について、ISO規格では微量(6 mg又は60 mg)の高純度MMAを直接ひょう(秤)量する記載であるが、ひょう量中又はメスフラスコ内で揮発する可能性があるため、この規格では、検量線用溶液の母液から分液して濃度を調製する手順を併記した。

## 5 原案作成委員会の構成表

原案作成委員会の構成表を、次に示す。

### 日本歯科材料工業協同組合 JIS 原案作成委員会 構成表

	氏名	所属
(技術担当理事)	亀水 忠茂	亀水化学工業株式会社
(技術委員長)	村松 寛昭	日本歯科材料工業協同組合
(議長)	大八木 薫博	株式会社ニッシン
(委員)	坂本 誠	株式会社トクヤマデンタル
	山口 豊	株式会社松風
	池永 義美	クラレメディカル株式会社
	森武 春男	財団法人日本規格協会
(用語部会)	出山 恵	株式会社オムニコ
(事務局)	興石 嘉弘	日本歯科材料工業協同組合

### 社団法人日本歯科医師会・材料規格委員会 構成表

	氏名	所属
(委員長)	小田 豊	東京歯科大学歯科理工学
(副委員長)	桃井 保子	鶴見大学歯学部
(委員)	松村 英雄	日本大学歯学部
	宮川 行男	日本歯科大学新潟生命歯学部
	浅沼 一成	厚生労働省医薬食品局医療機器審査管理室
	小山 理	社団法人日本歯科医師会
	市川 弘道	社団法人日本歯科医師会
	正田 晨夫	社団法人日本歯科医師会
	南部 敏之	株式会社松風
	中里 良次	株式会社ジーシー

なお、社団法人日本歯科医師会・材料規格委員会には、上記委員のほかに原案作成者又は関係者の立場で次の各氏が参加している。

	氏名	所属
	富山 雅史	社団法人日本歯科医師会
	春日 司郎	社団法人日本歯科医師会
	小倉 英夫	社団法人日本歯科医師会 (日本歯科大学新潟生命歯学部)
	池見 宅司	社団法人日本歯科医師会(日本大学松戸歯学部)
	井出 勝久	独立行政法人医薬品医療機器総合機構
	長瀬 喜則	独立行政法人医薬品医療機器総合機構
	山本 あや	独立行政法人医薬品医療機器総合機構

(事務局)

吉 村 大 輔  
森 武 春 男  
村 松 寛 昭  
大八木 薫 博  
石 塚 信 哉  
鈴 木 彩 音

経済産業省産業技術環境局環境生活標準化推進  
室  
財団法人日本規格協会規格開発部  
日本歯科材料工業協同組合  
日本歯科材料工業協同組合(株式会社ニッシン)  
社団法人日本歯科医師会  
社団法人日本歯科医師会  
(執筆者 大八木 薫博)