



中华人民共和国国家标准

GB 30367—2013/ISO 6872:2008

牙科学 陶瓷材料

Dentistry—Ceramic materials

(ISO 6872:2008, IDT)

2013-12-31 发布

2015-06-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准的全部技术内容为强制性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 6872:2008《牙科学 陶瓷材料》(Dentistry—Ceramic materials)。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

——GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

——GB/T 9937(所有部分) 口腔词汇 [ISO 1942(所有部分)]

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总局提出。

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。

本标准起草单位：北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心、深圳市爱尔创科技有限公司。

本标准主要起草人：林红、徐永祥、郑刚、王鸿娟、袁慎坡、严庆云、孙志辉、李媛。

引 言

本标准不包含对可能的生物学危害的定性和定量的要求,但推荐在评价可能的生物学危害时,参见 ISO 10993-1 和 ISO 7405。



牙科学 陶瓷材料

1 范围

本标准规定了牙科陶瓷材料的性能要求和相关试验方法。

本标准适用于制作牙科固定全瓷和金属烤瓷修复体及修复装置的陶瓷材料。

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。

ISO 1942 (所有部分) 口腔词汇(Dentistry—Vocabulary)

ISO 3696 分析实验室用水规格和试验方法(Water for analytical laboratory use—Specification and test methods)

3 术语和定义

ISO 1942 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1 材料

3.1.1

添加瓷 addition ceramic

低温下烧结,通常用于恢复牙科修复体或修复装置接触点的牙科陶瓷材料。

3.1.2

牙科陶瓷 dental ceramic

特殊组成的无机非金属材料,按照制造商说明书使用时,用于制作全部或部分牙科修复体或修复装置。

3.1.3

牙科饰瓷 dental porcelain

以玻璃相为主的牙科陶瓷材料,主要用于牙科修复体或修复装置的美学部分。

3.1.4

牙本质瓷 dentine ceramic

用于形成牙科修复体或修复装置的主要形状和基本色泽,模拟天然牙本质的牙科陶瓷材料。

3.1.5

牙釉质瓷 enamel ceramic

用于覆盖全部或部分牙本质瓷,并形成牙科修复体或修复装置较透明的切端 1/3,模拟天然牙釉质的牙科陶瓷材料。

3.1.6

火焰喷涂牙科陶瓷 flame-sprayed dental ceramic

采用火焰喷涂技术制作牙科陶瓷核或基层层的牙科陶瓷材料。

3.1.7

玻璃陶瓷(牙科) glass-ceramic (dental)

通过对玻璃进行热处理,以使其全部或主要部分引发和生成晶体微结构的牙科陶瓷。

3.1.8

玻璃渗透牙科陶瓷 glass-infiltrated dental ceramic

通过升温使特殊玻璃渗入多孔状的牙科陶瓷中,使其致密化形成牙科陶瓷核或基底层牙科陶瓷材料。

3.1.9

上釉陶瓷 glaze ceramic

覆盖在牙釉质瓷和牙本质瓷表面的牙科陶瓷材料。在低于牙釉质瓷和牙本质瓷烧结温度的温度下烧结,产生薄层连续封闭表面,其光泽度取决于烧结条件。

3.1.10

衬层 liner

在全瓷基底层上提供基底色(背景色)的一层牙科陶瓷,在此层上使用牙本质瓷或遮色牙本质瓷以达到整体美观的效果。

3.1.11

成型液 modeling fluid

在烧结前,与牙科瓷粉混合使其按所需形状成型或塑型的液体。

3.1.12

遮色牙本质瓷 opaque dentine ceramic

遮色性高于牙本质陶瓷材料,但仍可用于形成牙科修复体或修复装置的总体形状和基本色泽以模拟天然牙本质的牙科陶瓷材料。

3.1.13

遮色牙科陶瓷 opaque dental ceramic

根据制造商说明用于金属基底材料,与金属表面结合形成一层为其他牙科陶瓷材料提供基底色和界面以达到整体美观的牙科陶瓷材料。

3.1.14

肩台瓷 shoulder ceramic

用于形成牙科修复体或修复装置边缘区形状和色泽,以模拟该部位天然牙本质的牙科陶瓷材料。

3.1.15

着色瓷 stain ceramic

在构建牙科修复体或修复装置的过程中使用的高度着色的牙科陶瓷粉或糊剂,可以在修复体或修复装置的内部或外部使用以模拟天然牙内部或表面的细节。

3.1.16

基底(核)瓷 substructure (core) dental ceramic

形成支撑基底结构的牙科陶瓷(主要为多晶态),在其上可以部分或全部应用一层或多层牙科陶瓷材料或牙科聚合物材料以形成牙科修复体或修复装置。

3.2 加工方法

3.2.1

空气烧结牙科陶瓷 air firing dental ceramic

在环境大气压下牙科陶瓷的烧结。

3.2.2

计算机辅助设计/计算机辅助加工牙科陶瓷 CAD/CAM dental ceramic

采用计算机辅助设计/计算机辅助加工(CAD/CAM)制作牙科修复体或修复装置的过程,包括以下步骤:

- 1) 对模型或蜡型进行数字扫描,获得三维数据集;
- 2) 对三维数据集进行软件处理,设计修复体;
- 3) 计算机控制的机械加工工具完成制作(修复体)过程。

3.2.3

牙科陶瓷的压实 condensation of dental ceramic

烧结前,振荡牙科瓷粉粉浆以压实瓷粉的粉末处理过程。

3.2.4

注射/铸造/压注成型牙科陶瓷 injectable, castable or pressable dental ceramic

呈粒状或块状(通常预烧结)的牙科陶瓷材料,一般采用失蜡技术,在特定的炉具中将其注射/铸造/压注入模具中成型。

3.2.5

牙科陶瓷的烧结 sintering of a dental ceramic

对牙科瓷粉或瓷粉压实块采用加热并可能结合其他加工参数(如:加压、常压),使陶瓷致密成所需形状的加工过程。

注:在本文件中,“烧制”和“烧结”是通用的(“烧制”的含义是热烧结)。

3.2.6

真空烧制牙科陶瓷 vacuum firing dental ceramic

在低压(如:真空)下牙科陶瓷的烧结,以达到所需致密性和美观效果,尤其是半透性。

注:真空烧制的牙科陶瓷具有特定的粒度分布,以减少空隙形成。

3.3 性能

3.3.1

牙科陶瓷材料的分类 class of dental ceramic

根据预期用途将牙科陶瓷进行分类。

3.3.2

断裂韧性 fracture toughness

常用断裂参数之一,表示材料抵抗裂纹扩展(延伸)的能力。

3.3.3

玻璃化转变温度 glass transition temperature

玻璃在弹性态和粘弹态之间转变的温度范围的中点(大约),其特征是热胀系数开始发生快速变化。

3.3.4

上釉(介质) glaze(medium)

光泽达到临床和美观可接受时获得的表面外观。

4 分型、分类和识别

在本标准中,牙科陶瓷分以下两类型:

- I 型:以粉状、膏状或溶胶形式提供的陶瓷产品;
- II 型:其他形式的陶瓷产品。

根据其临床用途,牙科陶瓷可按表 1 分为六类。若为区分瓷粉而在其中添加颜色,则推荐使用表 2 的颜色标识。

表 1 固定修复陶瓷按临床用途的分类

分类	推荐的临床用途	机械性能和化学性能	
		最小挠曲强度(平均值) MPa	最大化学溶解性 $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$
1	a) 覆盖金属或陶瓷基底的美观陶瓷; b) 单一单位前牙修复体、贴面、嵌体、高嵌体的美观陶瓷	50	100
2	a) 黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的美观陶瓷;	100	100
	b) 黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的基底陶瓷	100	2 000
3	非黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的美观陶瓷	300	100
4	a) 非黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的基底陶瓷;	300	2 000
	b) 不包含磨牙的三单位修复体的基底陶瓷		
5	包含磨牙的三单位修复体的基底陶瓷	500	2 000
6	包含四单位及四单位以上修复体的基底陶瓷	800	100

表 2 识别 I 型牙科瓷粉的推荐颜色标识

材料	颜色标识
牙本质瓷	粉色
牙釉质瓷	蓝色
荧光瓷	黄色
高色度牙本质瓷	橙色
乳光牙釉质瓷	蓝色—绿色
修正牙釉质瓷(如半透明,透明)	紫色

5 要求

5.1 均匀性

用于产生烧结后牙科陶瓷颜色的无机颜料或用于颜色标识的有机色素应均匀分散在牙科陶瓷材料和粉末状的陶瓷产品中。当瓷粉按 7.1.4 混合时,目测检查应无色素分离。

5.2 无异物

5.2.1 目测检查牙科陶瓷材料应无异物。

5.2.2 按 7.2.2 试验,牙科陶瓷材料中铀 238 的浓度应不大于 $1.0\text{Bq} \cdot \text{g}^{-1}$ 。

5.2.3 表 2 所列的用于瓷粉颜色标识的色素,推荐采用食品级有机材料。

5.3 I型陶瓷的混合及压实性能

按 7.1.4 试验, I 型牙科陶瓷与水或制造商推荐的成型液混合时,目测检查,牙科瓷粉不得结块或成团。

调和成的糊剂,通过逐层压实,应能适合制作预期的修复体和修复装置。当糊剂按 7.1.5 压实后,目测检查,在干燥过程中不应开裂或起皱。

5.4 理化性能

按照第 7 章规定的 I 型和 II 型陶瓷相关试验方法,陶瓷试样的理化性能应符合表 1 的要求。陶瓷的线胀系数与制造商标示值相差不大于 $0.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ [见 8.2.2 d)]。玻璃化转变温度与制造商标示值相差不大于 $20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ [见 8.2.2 d)]。

5.5 生物相容性

参见引言中生物相容性指南。

6 取样

6.1 I型陶瓷

取足量的陶瓷以完成所需试验。若同一种类的牙科陶瓷有多种色泽,则混合每种色泽的等量瓷粉进行试验。

若制造商推荐使用成型液,应获取足量的成型液。成型液的数量根据制造商的推荐。

6.2 II型陶瓷

用于本标准测试的陶瓷应取自同一批次。

7 试验方法

7.1 试样制备

7.1.1 总则

具体描述见相应试验方法。

对 I 型陶瓷试样(除另有说明或与本标准所述不一致外),7.1.3 中描述的器具,以及调和、压实和烧结的条件(7.1.4~7.1.6)适用于所有试验方法。

7.1.2 I型陶瓷试样组分

用于制样的液剂应采用符合规定的 3 级水(ISO 3696),或者若适用,应采用牙科瓷粉制造商推荐的成型液。所需数量的瓷粉应取自 6.1 所述瓷粉。

7.1.3 调和器具

用于调和的器具均应洁净干燥。

7.1.3.1 玻璃板或调和板

7.1.3.2 调刀

由不易被牙科瓷粉磨损的材料制成(推荐玻璃调刀)。用于调和过程中的器具应由不污染陶瓷材料的材料制成。

7.1.3.3 多组合可开模具

能够取出压实试样,并且不变形。

7.1.3.4 振荡系统(振荡台或机械刷)

振荡频率为 50 Hz~60 Hz,或符合制造商说明书的要求。

7.1.4 调和的方法

按制造商推荐的比例混合液剂(水或成型液)和瓷粉。应避免剧烈搅拌以防膏状物中混入气泡,在调和过程中及调和后,目测观察糊剂是否符合 5.1 和 5.2.1 的要求。

7.1.5 试样压实过程

将牙科陶瓷糊剂过量填充入模具(7.1.3.3)并振荡。当多余液体渗出试样表面时,在其表面放置一张吸水纸(或类似的吸水材料),除去多余液体。一旦吸水纸饱和,应立即更换吸水纸。持续振荡和吸水,直到没有液体再析出。然后,将试样表面用合适的器具(带有斜边的玻璃载玻片最佳)刮平。将试样从模具中取出,放入烧结托盘中,干燥并检查是否符合 5.3 的要求。

注:其他成型方法(如干压)同样可以用于试样制备。

7.1.6 烧结

将试样置于一个不粘附、不吸取材料的托盘上,放入炉中,以便均匀烧结。从制造商处获取试样烧结的指南。陶瓷试样应按制造商说明书进行烧结,以使其最终密度和热处理史能够代表预期的修复体或修复装置。

7.2 牙科陶瓷的放射性

7.2.1 试样准备

7.2.1.1 I型陶瓷

按照 6.1 获取出厂态样品 50 g 是合适的。

7.2.1.2 II型陶瓷

用碳化钨研磨介质或其他合适的研磨介质(避免放射性物质的污染)研磨成粉。筛分得到 50 g 粒度小于 75 μm 的粉末。

7.2.2 计数步骤

取 50 g 瓷粉样品,用中子活化法或 γ 能谱法(采用 γ 能谱技术须注意排除干扰)测定铀 238 的放射性活性浓度。

7.2.3 结果判定

每个试样均应符合 5.2.2 的要求。

7.3 挠曲强度

7.3.1 总则

可采用三种试验方法：

- a) 三点弯曲试验；
- b) 四点弯曲试验；
- c) 双轴弯曲试验(活塞—三球试验)。

7.3.2 三点弯曲试验和四点弯曲试验

7.3.2.1 器具

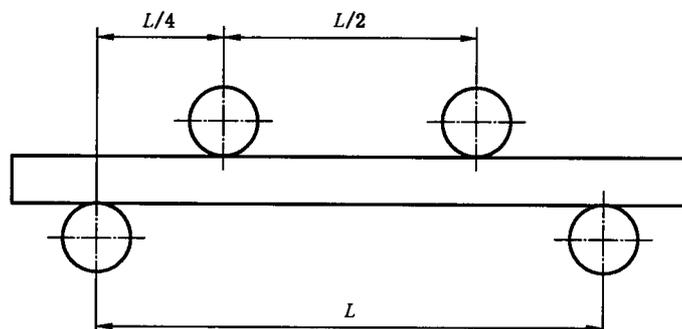
7.3.2.1.1 万能力学试验机

十字头速度 (1 ± 0.5) mm/min,可测量载荷范围 10 N~5 000 N(精度 1%)。

7.3.2.1.2 挠曲强度试验固定装置

- a) 三点弯曲,包括两个直径 1.5 mm~5 mm(± 0.2 mm)的支撑圆柱,两者中心的跨度 12 mm~40 mm(± 0.5 mm)。载荷由直径为 1.5 mm~5 mm(± 0.2 mm)的第三个圆柱施加于两支撑圆柱的中点。圆柱由硬质钢或其他硬度大于 40HRC(洛氏硬度)的材料制成,表面平滑,粗糙度 Ra 小于 $0.5 \mu\text{m}$ 。
- b) 四点弯曲,由两个圆柱加载,加载部位为两支撑圆柱的内侧 1/4(见图 1)。

两个支撑圆柱的直径 1.5 mm~5 mm(± 0.2 mm),两者中心的跨度 16 mm~40 mm(± 0.5 mm)。圆柱由硬质钢或其他硬度大于 40HRC(洛氏硬度)的材料制成,表面平滑,粗糙度 Ra 小于 $0.5 \mu\text{m}$ 。两加载圆柱的材质、大小应与支撑圆柱一致,加载部位为两支撑圆柱跨度的四等分点,形成的内跨距(图 1 中 $L/2$)为 8.0 mm~20.0 mm(± 0.2 mm)。施加力的布局应确保两加载圆柱的载荷大小相同,并且扭转力最小。



注：力臂 = $L/4$ 。

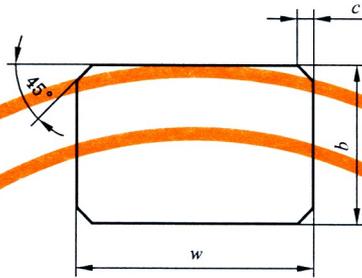
图 1 四点-1/4-点固定装置图

7.3.2.2 试样制备

7.3.2.2.1 试样尺寸与试验参数

7.3.2.2.1.1 尺寸

用于三点弯曲试验和四点弯曲试验的试样横截面为长方形,最好对锋棱倒角,如图 2 及图中的尺寸要求。



说明:

宽度: $w=4.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ (垂直于载荷方向的边长尺寸);

厚度: $b=1.2\text{ mm}\sim 3.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ (推荐 3.0 mm, 平行于载荷方向的边长尺寸);

倒角: $c=0.09\text{ mm}\sim 0.15\text{ mm}$ 。

图 2 尺寸示意图

7.3.2.2.1.2 试验参数

试验跨距:

对于四点弯曲, L 以毫米为单位(两支撑圆柱中心的距离,见图 1。在四点-1/4-点固定装置图中,力臂= $L/4$)。

对于三点弯曲, l 以毫米为单位(两支撑圆柱中心的距离)。

断裂载荷 P 以牛顿(N)为单位。

试样长度应至少比试验跨距(L 或 l)长 2 mm,厚度与长度之比(b/L 或 b/l)应小于或等于 0.1。

7.3.2.2.2 I 型陶瓷

按 7.3.2.2.1 的尺寸要求制备至少 10 个试样,最好 30 个。使用大小合适的模具以补偿烧结和打磨引起的尺寸变化。根据试样尺寸的需要,可以对制造商说明书进行修改,将试样在真空下和一个大气压的空气中至少各烧结 1 次。对每个试样进行研磨,得到符合 7.3.2.2.1 要求的长方形试样。在公称粒度尺寸 $30\text{ }\mu\text{m}\sim 40\text{ }\mu\text{m}$ 的金刚石介质上进行最终研磨,用 $15\text{ }\mu\text{m}\sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 的金刚石磨料进行最终抛光。确保试样的两相对面是平的,且平行度误差小于 0.05 mm。彻底清洗试样,确保所有研磨碎屑被清除干净。

7.3.2.2.3 II 型陶瓷

根据制造商说明书,按 7.3.2.2.1 的尺寸要求制备至少 10 个试样,最好 30 个。若为可切削陶瓷,则直接用制造商提供的陶瓷块制备试样。按照 7.3.2.2.2 的程序对每个试样进行研磨以获得最终试样。

7.3.2.3 测试步骤

测量每个试样的横截面尺寸,精确至 $\pm 0.01\text{ mm}$ 。将一个试样置于试验机的支撑点的中心,使载荷

沿垂直于试样长轴的方向施加于 4 mm 宽的试样表面上。测定试样断裂所需的载荷,数据精确至 0.1 N。试验机十字头速度为(1±0.5)mm/min。重复以上步骤测试剩余试样。

7.3.2.4 强度计算

7.3.2.4.1 三点弯曲试验

用公式(1)计算挠曲强度 σ ,单位为兆帕(MPa)。记录挠曲强度的平均值和标准差。平均值应等于或大于表 1 的要求。此外,如果测量了至少 15 个试样,则也可按附录 B 所示,报告 Weibull 特征强度和 Weibull 模量。

$$\sigma = \frac{3Pl}{2wb^2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- P —— 断裂载荷,单位为牛顿(N);
- l —— 试验跨距(两支撑圆柱中心的距离),单位为毫米(mm);
- w —— 试样的宽度,垂直于载荷方向的边的尺寸,单位为毫米(mm);
- b —— 试样的厚度,平行于载荷方向的边的尺寸,单位为毫米(mm)。

7.3.2.4.2 四点弯曲试验

用公式(2)计算挠曲强度 σ ,单位为兆帕(MPa)。记录挠曲强度的平均值和标准差。平均值应等于或大于表 1 的要求。此外,如果测量了至少 15 个试样,则也可按附录 B 所示,报告 Weibull 特征强度和 Weibull 模量。

$$\sigma = \frac{3PL}{4wb^2} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- P —— 断裂载荷,单位为牛顿(N);
- L —— 跨距(两支撑圆柱中心的距离),单位为毫米(mm);
- w —— 试样的宽度,垂直于载荷方向的边的尺寸,单位为毫米(mm);
- b —— 试样的厚度,平行于载荷方向的边的尺寸,单位为毫米(mm)。

7.3.3 双轴弯曲试验(活塞—三球试验)

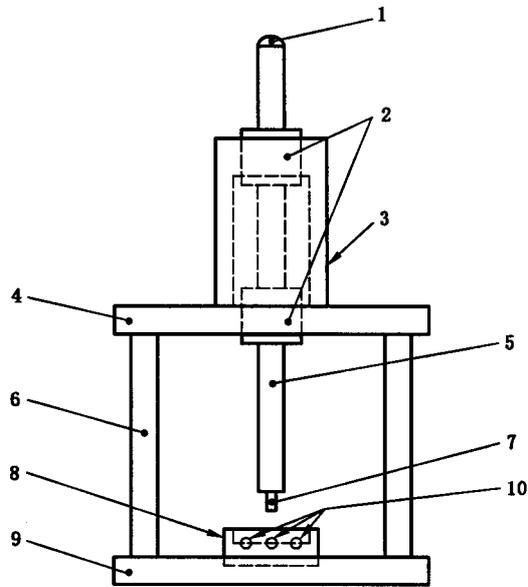
7.3.3.1 器具

7.3.3.1.1 万能力学试验机

十字头速度(1±0.5)mm/min,可测量载荷范围 10 N~5 000 N(精度 1%)。

7.3.3.1.2 双轴弯曲试验固定装置,用于支撑试样。

应有 3 个相同的直径为 2.5 mm~6.5 mm 的硬质钢球,以 120°的角度分置于 1 个直径 10 mm~12 mm 的支撑圆环内。试样应与支撑圆环同心地放在支撑钢球上,载荷通过 1 个直径为 1.4 mm±0.2 mm 的平冲头施加于试样的中心(见图 3)。



说明:

1 ——直径 12.5 mm 钢球;

2 ——精密球轴套;

3 ——上轴套夹;

4 ——顶板;

5 ——硬质钢压杆;

6 ——3 个立柱;

7 ——硬质精密圆销(直径 $1.4\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$);

8 ——样品支撑环;

9 ——底板;

10——3 个相同的直径为 2.5 mm~6.5 mm 的硬质钢球,以 120° 的角度分置于 1 个直径 10 mm~12 mm 的支撑圆环内。

图 3 双轴弯曲强度试验固定装置

7.3.3.2 试样制备

7.3.3.2.1 I 型陶瓷

制备至少 10 个(最好 30 个)盘状试样,厚度 $1.2\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$,直径 12 mm~16 mm。使用大小合适的模具以补偿烧结和打磨引起的尺寸变化。根据试样尺寸的需要,可以对制造商说明书进行修改,将试样在真空下和 1 个大气压的空气中至少各烧结 1 次。在公称粒度尺寸 $30\text{ }\mu\text{m} \sim 40\text{ }\mu\text{m}$ 的金刚石介质上进行最终研磨,用 $15\text{ }\mu\text{m} \sim 20\text{ }\mu\text{m}$ 的金刚石磨料进行最终抛光。确保试样的两相对面是平的,且平行度误差小于 0.05 mm。彻底清洗试样,确保所有研磨碎屑被清除干净。

7.3.3.2.2 II 型陶瓷

按照制造商说明,制备至少 10 个试样(最好 30 个),直径 12 mm~16 mm,厚度 1.5 mm~2 mm。若为可切削陶瓷,则直接用制造商提供的陶瓷块制备试样。对每个试样进行研磨,最终试样厚度 $1.2\text{ mm} \pm 0.2\text{ mm}$,直径 12 mm~16 mm。按 7.3.3.2.1 要求打磨试样。

7.3.3.3 测试步骤

双轴弯曲强度试验,试验固定装置如图 3 所示。测量每个试样的尺寸和其他相关变量,精确至 ± 0.01 mm。试样同心地放于试验固定装置的支撑球上,确保载荷施加于试样的中心。在支撑球与试样之间以及试样与载荷活塞(精密圆销)之间各放置一张非刚性的材料膜(如聚乙烯膜,厚 0.05 mm),使压力均匀分布。测定试样断裂所需的载荷,数据精确到 0.1 N。十字头速度 (1 ± 0.5) mm/min。重复以上步骤测试剩余试样。

7.3.3.4 强度计算

用公式(3)计算挠曲强度 σ ,单位为兆帕(MPa),记录挠曲强度的平均值和标准差。平均值应等于或大于表 1 的要求。此外,如果测量的试样数不少于 15 个,则也可按附录 B 所示,报告 Weibull 特征强度和 Weibull 模量。

$$\sigma = -0.238 7P(X - Y)/b^2 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

σ ——最大中心拉应力,单位为兆帕(MPa);

P ——断裂总载荷,单位为牛顿(N);

b ——断裂处试样的厚度,单位为毫米(mm);

$X = (1 + \nu) \ln(r_2/r_3)^2 + [(1 - \nu)/2](r_2/r_3)^2$,

$Y = (1 + \nu)[1 + \ln(r_1/r_3)^2] + (1 - \nu)(r_1/r_3)^2$

其中:

ν ——泊松比(若陶瓷的泊松比未知,取 $\nu = 0.25$);

r_1 ——支撑环的半径,单位为毫米(mm);

r_2 ——载荷区(精密圆销)的半径,单位为毫米(mm);

r_3 ——试样的半径,单位为毫米(mm)。

7.4 线胀系数

7.4.1 器具

7.4.1.1 制备棒状试样(I型和II型陶瓷)的设备。

7.4.1.2 牙科烤瓷炉,烧结I型陶瓷以及控制I型和II型陶瓷的热处理过程。

7.4.1.3 校准的膨胀仪。

7.4.2 试样制备(I型和II型陶瓷)

制备 4 个柱状或棒状试样。试样长 5 mm~50 mm,横截面积不超过 30 mm²。2 个试样在真空中烧结 1 次,再在大气压力下的空气中烧结 1 次。另 2 个试样在真空中烧结 3 次,再在大气压力下的空气中烧结 1 次。磨平试样的两端,使之互相平行并垂直于试样的长轴。

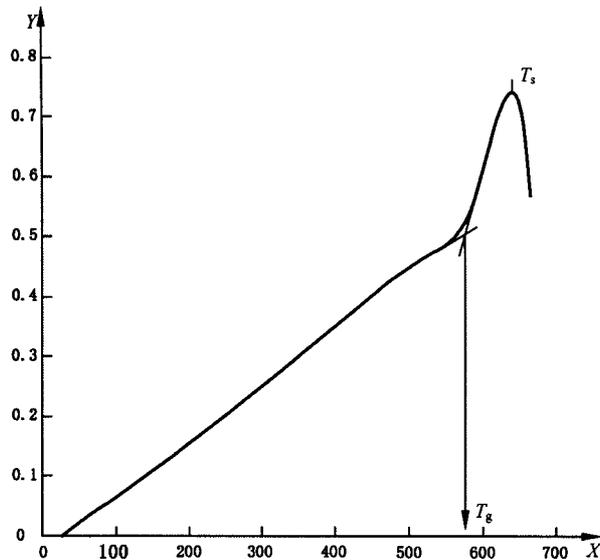
7.4.3 热膨胀测量

室温下将每个试样放入热膨胀仪的炉腔中,等待 15 min,使试样的温度与热膨胀仪的温度相同。

按照热膨胀仪制造商对陶瓷测量的规定,设置试样的“预载荷”值。

对试样进行热膨胀测量,从 25 °C 开始,热膨胀仪以 5 °C/min~10 °C/min 的升温速度加热至约 500 °C(或比 T_g 高约 30 °C,根据需要可能高于或低于 500 °C),以便能用作图法确定 T_g (见图 4)。从

能表明膨胀与温度对应关系的测绘图曲线或记录值,确定每个样品从 25 °C 到 500 °C (或 T_g) 之间的线膨胀系数。



说明:

X —— 温度(°C);

Y —— 尺寸变化(μm)。

注: T_g 是在一定的膨胀计载荷和加热速率下陶瓷的玻璃化转变温度;

T_d 是在一定的膨胀计载荷和加热速度下陶瓷的动态软化温度。

图 4 作图法确定玻璃化转变温度的典型膨胀曲线

7.4.4 结果评价

报告 4 个试样(2 次烧结和 4 次烧结)在 25 °C ~ 500 °C (或 T_g) 之间线胀系数的平均值和标准差。报告平均线胀系数精确至 $0.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 。

7.5 玻璃化转变温度

7.5.1 操作步骤

根据 7.4.3 得到的膨胀曲线(见图 4),用作图法确定每个试样(如适用)的玻璃化转变温度 T_g 。

7.5.2 结果评价

报告按 7.5.1 测得的玻璃化转变温度的平均值和标准差,单位为 °C。

7.6 化学溶解性

7.6.1 试剂

乙酸(分析纯),用符合 ISO 3696 的 3 级水制备成 4%(体积分数)的水溶液。

7.6.2 器具

7.6.2.1 天平,精度为 0.1mg。

7.6.2.2 干燥箱,可控温度为 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

7.6.3 试样制备

7.6.3.1 I型陶瓷

按 6.1 规定取瓷粉制备试样。按照制造商的说明烧制试样。试样能自由暴露于测试液的总表面积至少为 $30 \text{ cm}^2 (\pm 0.5 \text{ cm}^2)$ 。

7.6.3.2 II型陶瓷

按照制造商的说明制备试样。试样能自由暴露于测试液的总表面积至少为 30 cm^2 。如适用,烧制试样以达到中度光泽或者按照制造商规定的抛光步骤对试样进行合适的抛光以模拟临床的表面抛光。

7.6.4 试验步骤

用符合 ISO 3696 的 3 级水清洗试样,将试样于 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 干燥 4 h 后称重,精确到 0.1 mg。计算试样的总表面积,精确到 0.1 cm^2 。取一个 250 mL 耐热玻璃容器,内盛 100 mL 用符合 ISO 3696 的 3 级水配置的浓度为 4% (体积分数) 的乙酸(分析纯)溶液(见 7.6.1)。预热到 $(80 \pm 3)^\circ\text{C}$ 后将试样置于容器中,随即盖紧容器,并将其放入 $(80 \pm 3)^\circ\text{C}$ 的烤箱中 16 h。用符合 ISO 3696 的 3 级水清洗试样,并置于 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 烤箱干燥至恒重,再次称量试样。

7.6.5 结果计算和评价

计算试样的质量损失,单位为 $\mu\text{g} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。检查是否符合表 1 的要求。

注:可根据 ISO 6486-1 分析提取液以评价在这些加速试验条件下的镉和铅的释放。

8 信息和说明书

8.1 信息

8.1.1 总则

制造商在产品容器上或附带的资料中至少应提供以下信息。

8.1.2 I型陶瓷

- a) 烧结程序的时间-温度流程(包括最终温度,保持时间和加热速率)以及在真空烧结陶瓷时的真空度和时间。
- b) 上釉温度。

8.1.3 II型陶瓷

有关陶瓷材料操作和处理的详细说明。对于可切削陶瓷,应推荐研磨和抛光设备的类型。

8.2 使用说明书

8.2.1 供应商提供给购买者的详细加工说明。

8.2.2 说明书中应包含以下信息:

- a) 陶瓷的商品名或商标名;
- b) 陶瓷的分型和分类;
- c) 制造商的名称、地址和(或)经销商;
- d) 在 $25^\circ\text{C} \sim 500^\circ\text{C}$ (或 T_g) 的线胀系数和 T_g (若适用);

- e) 按制造商比色板规定的色号(若适用);
- f) 任何特殊的贮存条件;
- g) 对于潜在健康危害应有基本警示,如吸入陶瓷粉尘引起的危害。

9 包装、标识和标签

9.1 包装

牙科陶瓷粉状及非粉状产品应包装在无污染或能防止内容物被污染的密闭容器中。

9.2 标识和标签

9.2.1 每个容器或随容器附带的标签都应清楚地标明如下信息:

- a) 制造商记录具体批或批次的陶瓷所用的批号或字母和数字的组合;
- b) 制造商的名称(或经销商的名称);
- c) 按制造商比色板规定的色号(若适用);
- d) 产品的商品名;
- e) 瓷粉的最小净重,单位为克(g);净体积,单位为毫升(mL);或者单件物品的数量,比如预成的瓷片或瓷块;
- f) 对于潜在健康危害应有基本的警示,如吸入陶瓷粉尘引起的危害。

9.2.2 下列信息应清晰标记在 CAD/CAM 瓷块上:

- a) 制造商记录陶瓷的特殊批号或批次所用的多个编号或字母和数字的组合;
- b) 产品的商品名。

9.2.3 下列信息应清晰标记在可压铸块上:

按制造商比色板规定的色号(若适用)。

附录 A (资料性附录) 断裂韧性

A.1 总则

断裂韧性是牙科陶瓷的重要性能,是材料的内在属性,可用来预测材料的其他性能,如强度(与缺陷尺寸和缺陷数目紧密相关)。因此,断裂韧性值对比较结构用陶瓷的优劣很有意义。目前有许多方法可以很好地评价断裂韧性,其操作难度各异。

本标准推荐 A.2 的单边 V 槽横梁法(SEVNB)。该方法经过标准化的国际评价,具有用户友好,操作简单,准确可靠的特点(见参考文献[1])。

此外,断裂韧性也可用下述方法评价:ISO 15732 单边预裂纹梁法^[5];ISO 18756 表面裂纹法^[6];或 ISO 24370 锯齿形切口试杆法^[7]。断裂韧性不能依靠用压痕长度的方法来估算(如:根据维氏硬度计压头打出的表面裂纹长度来估算)。

A.2 单边 V 槽横梁法

A.2.1 器具

A.2.1.1 制作平行横梁试样的设备。试样通过烧结或切削后打磨抛光。

A.2.1.2 金刚砂锯,用于切割横梁试样一侧表面的初始 V 槽。

A.2.1.3 单刃剃须刀片,金刚砂抛光膏,用于修整初始 V 槽。

A.2.1.4 三点或四点弯曲试验固定装置(见 7.3.2.1.2)。

A.2.2 试样制备

A.2.2.1 尺寸和形状

本方法需制作 5 个横梁形试样以测定断裂韧性。试样横截面为长方形,尺寸见图 2。不需要制备强度测试用试样所需的倒角。

试样尺寸:

宽度: $w=4.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$;

厚度: $b=3.0\text{ mm}\pm 0.2\text{ mm}$ 。

试样长度应比测试的支撑点跨距长至少 2 mm。注意,该试样的测试方向与强度测试试样呈 90°,即试样的宽 w 平行于载荷方向。

A.2.2.2 初始 V 槽的制作和修整

将 5 个试样和 2 个模拟试样(在切割和抛光初始凹槽时保护测试试样)尽可能紧密排在平坦底面的夹具中,以便金刚砂锯均匀切割。宽为 3 mm 的面朝上,在该面上制作初始 V 槽(该断裂韧性试验中,该面受拉力)。用铅笔沿横梁试样长边中点画一条指示线,引导金刚砂锯切割(见图 A.1)。

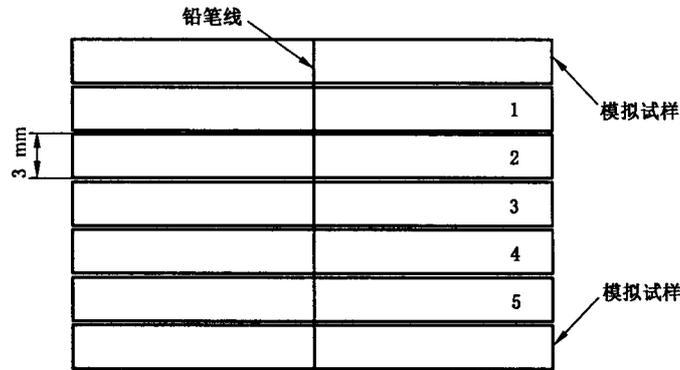
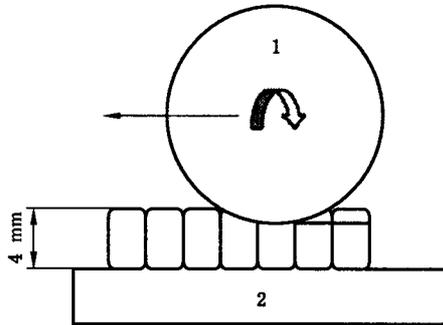


图 A.1 初始槽体

将夹具安装到金刚石锯上。选取锯片的厚度应与剃须刀片的厚度相同或略厚一点,以便在初始 V 槽的后续抛光中,很好地引导修整刀片(见图 A.2)。沿铅笔指示线切割初始槽,以使所有试样达到深约 0.5 mm 的均匀深度。清洁试样,尤其是 V 槽部位,切割后和打磨前去除碎屑。



说明:

- 1——金刚石锯片;
- 2——试样支架。

图 A.2 金刚石锯制备槽体

清洁后,向 V 槽中加入金刚砂抛光膏,最大粒径 $3\ \mu\text{m}\sim 6\ \mu\text{m}$ 。将剃须刀片放入初始 V 槽中,轻微施力(5 N~10 N),尽可能柔和地以往复直线运动进行抛光。用光学显微镜检查 V 槽两端深度的均一性。V 槽深度应均匀,在 0.8 mm~1.2 mm 之间。从夹具中取出试样,用丙酮超声清洗。充分干燥试样(例如加热至 110 °C 1 h)。

A.2.2.3 机械测试

采用 7.3.2.1.2 描述的试验装置进行四点弯曲(推荐)或三点弯曲试验测量试样的断裂韧性。

将宽为 3 mm,带有 V 槽的面朝下。常温常压下,十字头以 0.5 mm/min 速度对试样施加载荷。记录断裂载荷,保留三位有效数字。记录每个试样的厚度 b ,宽度 w ,用千分尺测量,精确到小数点后三位。V 槽深度用放大倍数 $\geq 50\times$ 的显微镜观察测量。读取深度 a_1, a_2, a_3 至三位有效数字(见图 A.3)。检查试样,确保断裂从 V 槽底部开始且贯穿 V 槽全长(否则试验无效)。

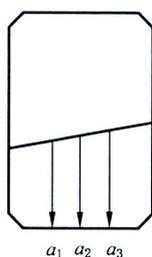


图 A.3 V 槽深度测量

A.2.2.4 结果计算

A.2.2.4.1 根据公式(A.1)和(A.2)计算每个试样的 V 槽深度平均值 a 和相对 V 槽深度 α 。相对 V 槽深度应为 0.2~0.3,在 V 槽深度有变异的情况下也应满足该条件。

$$a = \frac{(a_1 + a_2 + a_3)}{3} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

$$\frac{(a_{\max} - a_{\min})}{a} \leq 0.1 \quad (\text{这种关系被认为是令人满意的}) \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

$$\alpha = a/w$$

式中:

- a —— V 槽的平均深度,单位为毫米(mm);
- a_{\max} —— a_1, a_2, a_3 中的最大值,单位为毫米(mm);
- a_{\min} —— a_1, a_2, a_3 中的最小值,单位为毫米(mm);
- α —— 相对 V 槽深度。

A.2.2.4.2 每个试样的断裂韧性 K_{Ic} 按下式计算:

$$K_{Ic} = \sigma \sqrt{a} Y = \frac{P}{b \sqrt{w}} \times \frac{S_1 - S_2}{w} \times \frac{3\sqrt{a}}{2(1-\alpha)^{1.5}} Y$$

注 1: 三点弯曲试验中无 S_2 。

四点弯曲试验中:

$$Y = 1.9887 - 1.326\alpha - \frac{(3.49 - 0.68\alpha + 1.35\alpha^2)\alpha(1-\alpha)}{(1+\alpha)^2}$$

三点弯曲试验中:

$$Y = 1.9472 - 5.0247\alpha + 11.8954\alpha^2 - 18.0635\alpha^3 + 14.5986\alpha^4 - 4.6896\alpha^5$$

式中:

- K_{Ic} —— 断裂韧性, $\text{MPa}\sqrt{m}$;
- σ —— 断裂强度,单位为兆帕(MPa);
- P —— 断裂载荷,单位为兆牛(MN);
- b —— 试样厚度,单位为毫米(mm);
- w —— 试样宽度,单位为毫米(mm);
- S_1, S_2 —— 支点跨距($S_1 > S_2$),单位为毫米(mm);
- Y —— 应力强度形状系数。

注 2: 三点弯曲试验的公式只有当 $0.35 < a/w < 0.7$ 且 $S/w = 10$ 时才适用。其他 S/w 值,则应采用其他公式,如 ASTM C1421-01b^[8] 给出的公式。

所有计算结果均保留三位有效数字。计算并报告 K_{Ic} 的平均值和标准差,结果保留两位小数。

A.2.2.4.3 四点弯曲的校准计算值 $K_{Ic} = 7.42 \text{ MPa}\sqrt{m}$, 当:

$$P = 100 \times 10^{-6} \text{ MN}; b = 3 \times 10^{-3} \text{ m}; w = 4 \times 10^{-3} \text{ m}; a = 2 \times 10^{-3} \text{ m}; S_1 = 40 \times 10^{-3} \text{ m}; S_2 = 20 \times 10^{-3} \text{ m}$$

A.2.2.4.4 三点弯曲的校准计算值 $K_{Ic} = 7.25 \text{ MPa} \sqrt{m}$, 当:

$$P = 100 \times 10^{-6} \text{ MN}; b = 3 \times 10^{-3} \text{ m}; w = 4 \times 10^{-3} \text{ m}; a = 2 \times 10^{-3} \text{ m}; S_1 = 20 \times 10^{-3} \text{ m}$$

注: 所有计算单位均为兆牛(MN)和米(m), 也可换算成牛顿(N)和毫米(mm)。

表 A.1 中列出了六类陶瓷的断裂韧性推荐值。

表 A.1 固定修复陶瓷按临床用途的分类及断裂韧性推荐值

分类	推荐临床用途	断裂韧性 MPa \sqrt{m} (最小值)
1	a) 覆盖金属或陶瓷基底的美观陶瓷; b) 单一单位前牙修复体、贴面、嵌体、高嵌体的美观陶瓷	0.7
2	a) 黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的美观陶瓷; b) 黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的基底陶瓷	1.0
3	非黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的美观陶瓷	2.0
4	a) 非黏接剂固位的单一单位前牙或后牙修复体的基底陶瓷; b) 不包含磨牙的三单位修复体的基底陶瓷	3.0
5	包含磨牙的三单位修复体的基底陶瓷	3.5
6	包含四单位及四单位以上修复体的基底陶瓷	5.0

附录 B
(资料性附录)
Weibull 统计

B.1 Weibull 分布

陶瓷的强度值通常不是以均数为中心的正态分布,而是向高强度部分偏移。多数常见分布,如 Weibull 二参数分布,适用于偏态分布和正态分布数据。

Weibull 二参数分布函数使在拉应力下的某一个面积(或体积)的累积失效概率 P_f ,依照以下公式(关系)与两个评估参数相关联:(i) Weibull 模量 m (见 B.2), (ii) Weibull 特征强度 σ_0 (见 B.3)。

$$P_f = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right]$$

B.2 Weibull 模量

Weibull 模量是以失效概率函数描述强度分布形状(包括宽度)的参数。它类似于正态分布的标准差,但意义相反,也就是说,假设 σ_0 相同,Weibull 模量越小,表明数据越分散。

B.3 Weibull 特征强度**B.3.1 总则**

Weibull 特征强度是指特定试样和加载装置下,失效概率为 63.2%时对应的强度。

B.3.2 Weibull 强度参数的计算

Weibull 模量和特征强度由按序统计排列的挠曲强度值估算得到。

升序排列试样(至少 15 个,最好 30 个)的强度值,并根据试样的序列计算其失效概率:

$$P_f = \frac{i - 0.5}{N}$$

式中:

i —— 1, 2, 3, 4, ..., i ;

N —— 试样数量。

将变量 P_f 和 σ 分别转化成 $\ln\ln[1/(1-P_f)]$ 和 $\ln\sigma$, 即 $1/(1-P_f)$ 的双自然对数和 σ 的自然对数。以 $\ln\ln[1/(1-P_f)]$ 为纵坐标, $\ln\sigma$ 为横坐标作图(见图 B.1), 曲线的斜率等于 m 。

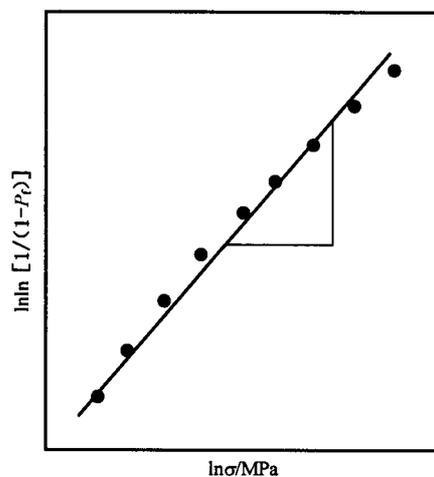


图 B.1 Weibull 模量测定

求出直线的线性回归方程,即 $y = Mx + b$ 。

Weibull 模量 m 等于线性回归方程的斜率(即 M)。

令 $y = 0$,求得 Weibull 特征强度 σ_0 。设 $y = 0$,求相应 x 值。因为 $y = 0$ 时, x 是特征强度的自然对数($\sigma = \sigma_0$ 时, $P_i = 63.2\%$)。

参 考 文 献

- [1] Quinn, G., Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature: A VAMAS Round Robin, *Ceram. Eng. Sci. Proc.*, 14, pp.92-100, 1993
- [2] GB/T 3534—2002 日用陶瓷器铅、镉溶出量的测定方法
- [3] YY/T 0268—2008 牙科学 口腔医疗器械生物学评价 第1单元:评价与试验
- [4] GB/T 16886.1—2011 医疗器械生物学评价 第1部分:风险管理过程中的评价与试验
- [5] GB/T 23806—2009 精细陶瓷断裂韧性试验方法 单边预裂纹梁(SEPB)法
- [6] ISO 18756 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—Determination of fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by the surface crack in flexure (SCF) method
- [7] ISO 24370 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics)—Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by chevron-notched beam (CNB) method
- [8] ASTM C1421-01b Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
牙 科 学 陶 瓷 材 料
GB 30367—2013/ISO 6872:2008

*

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(100029)
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

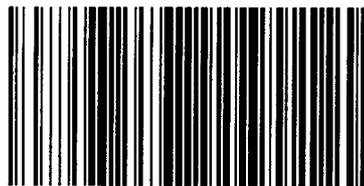
*

开本 880×1230 1/16 印张 1.75 字数 42 千字
2014年9月第一版 2014年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49120 定价 27.00 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



GB 30367-2013