



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0621.2—2020/ISO 9693-2:2016
代替 YY 0621—2008

牙科学 匹配性试验 第 2 部分：陶瓷-陶瓷体系

Dentistry—Compatibility testing—
Part 2: Ceramic-ceramic systems

(ISO 9693-2:2016, IDT)

2020-02-25 发布

2021-03-01 实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

YY 0621《牙科学 匹配性试验》分为2个部分：

——第1部分：金属-陶瓷体系；

——第2部分：陶瓷-陶瓷体系。

本部分为YY 0621的第2部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本部分与YY 0621.1一起代替YY 0621—2008《牙科金属烤瓷修复体系》。

本部分与YY 0621—2008的关系：原YY 0621—2008《牙科金属烤瓷修复体系》中是金属-烤瓷体系的内容。而对陶瓷-烤瓷匹配性没有涉及。YY 0621—2008中关于牙科金属和牙科陶瓷材料的内容，已经分别依据ISO 22674和ISO 6872转化为GB 17168—2013《牙科学 固定和活动修复用金属材料》和GB 30367—2013《牙科学 陶瓷材料》；YY 0621.1仅保留了YY 0621—2008中的金属-陶瓷匹配性的内容；而本部分是原YY 0621—2008所未涉及的，陶瓷-陶瓷匹配性的内容。

本部分使用翻译法等同采用ISO 9693-2:2016《牙科学 匹配性试验 第2部分：陶瓷-陶瓷体系》(Dentistry—Compatibility testing—Part 2: Ceramic-ceramic systems)。

本部分与ISO 9693:1999相比主要变化如下：

本部分保留了ISO 9693:1999中陶瓷材料热胀系数的测定，增加了陶瓷-陶瓷材料的匹配性试验：剥离/萌生裂纹试验和热冲击试验。

与本部分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 9937(所有部分) 口腔词汇(ISO 1942, IDT)；

——GB 30367—2013 牙科学 陶瓷材料(ISO 6872:2008, IDT)。

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。

本部分由国家药品监督管理局提出。

本部分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。

本部分起草单位：北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心、辽宁爱尔创生物材料有限公司。

本部分主要起草人：白伟、周永胜、林红、吴洋、何玲玲、李佳玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况如下：

——YY 0621—2008。

引 言

牙科烤瓷和基底瓷是适用于制备全瓷修复体的。若作为义齿结构行使功能,则两者在机械负荷和热负荷下的匹配性是十分重要的。

本部分给出了与咀嚼力和口腔环境有关的风险进行评估的要求和试验方法。

牙科学 匹配性试验

第 2 部分:陶瓷-陶瓷体系

1 范围

YY 0621 的本部分规定了通过测试牙科修复用陶瓷-陶瓷材料的复合结构来评价二者匹配性的性能要求和试验方法。

本部分的要求适用于与不同成分的陶瓷结合在一起使用的陶瓷材料,而不适用于单独使用的陶瓷材料。

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(包括所有的修订单)适用于本文件。

ISO 1942 牙科学—口腔词汇(Dentistry-Vocabulary)

ISO 6872:2015 牙科学 陶瓷材料(Dentistry-Ceramic materials)

ISO 7405 口腔医疗器械生物学评价(Dentistry-Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry)

ISO 10993 医疗器械生物学评价(Biological evaluation of medical devices)

3 术语及定义

ISO 1942 和 ISO 6872:2015 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

饰面瓷(ceramic veneer)

应用在陶瓷基体上的,被烧结的陶瓷层的全部结构。

3.2

预处理(conditioning)

处理基底瓷以增加其与饰面瓷粘接力的过程。

3.3

底衬(liner)

应用于陶瓷基底,在合适的时间和温度条件下烧结后,能够改善陶瓷的美观和/或增加饰面瓷与基底瓷表面之间的结合。

4 要求

4.1 生物相容性

本部分不包含对可能的生物学危害的定性和定量要求,但推荐在评价可能的生物学危害时,参考 ISO 10993 和 ISO 7405。

4.2 物理性能

4.2.1 总则

陶瓷材料本身应符合 ISO 6872:2015 的要求,适用时,应进行热-机械匹配性试验。材料也应符合 4.2.2~4.2.4 中的要求。

4.2.2 热膨胀

基底瓷和饰面瓷的线胀系数应按照 ISO 6872:2015 中 7.4 测试。

基底瓷和饰面瓷应采用相同的方案进行试验(例如:同样的最低温度)。

试验按照 6.1 进行。

4.2.3 剥离/萌生裂纹试验(仅适用于氧化锆-烤瓷体系)

按照 6.3 试验,氧化锆材料与至少一种规定的(指定的)饰面瓷的剥离/萌生裂纹强度应大于 20 MPa。

试验按照 6.3 进行。

4.2.4 抗热冲击性(热稳定性)

应按照 6.4.2 或 6.4.3 完成至少一个抗热冲击试验。

注:可以把线胀系数的测量结果与制造商声称的线胀系数相比较,作为质量控制的一种方法;但线胀系数测定值不能保证基底瓷与饰面瓷的匹配性。

5 取样

5.1 牙科基底瓷

样品应足够,以能满足按本部分进行必要试验的需要。所有样品均应来自同一批材料。

5.2 牙科烤瓷

选取足够的饰面瓷样本量,以能满足按本部分进行必要试验的需要。采用最常用的颜色的饰面瓷进行试验。所有样品均应来自同一批材料。

6 试验方法

6.1 线胀系数

见 ISO 6872:2015 中 7.4。

6.2 玻璃化转变温度

见 ISO 6872:2015 中 7.5。

6.3 剥离/萌生裂纹试验(仅适用于氧化锆-烤瓷体系)

6.3.1 试样制备

按厂家提供的制作修复体的陶瓷基底的加工程序说明书制备 6 个氧化锆试样,尺寸为(25±1)mm×

(3 ± 0.1)mm \times (0.5 ± 0.05)mm。按制造商说明书对试样进行预处理。按制造商说明书,在每个试样上涂覆牙科烤瓷材料,使烧结后,烤瓷层的总厚度为(1.1 ± 0.1)mm(见图1)。烤瓷层应呈矩形并铺满整个3 mm宽的陶瓷基底。

若需要,再添加牙科烤瓷材料以获得所需的厚度和形状,再次烧结。用砂片仔细修整矩形外形。必要时,从氧化锆基底的侧面去除陶瓷以保持它的整体形状。

按厂家说明书对每个试样进行上釉烧结。

单位为毫米

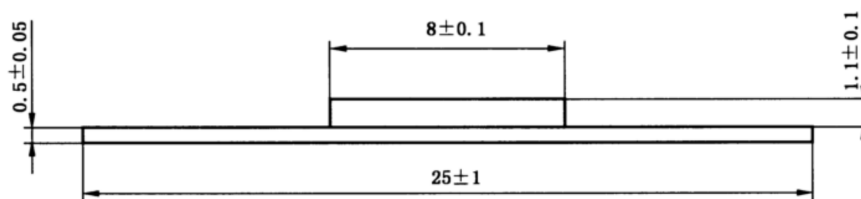


图1 陶瓷-陶瓷试样示意图

6.3.2 断裂力值的测定

6.3.2.1 设备

用于三点弯曲的弯曲强度试验机:两支点间的跨距为20 mm,十字头速率(1.5 ± 0.5)mm/min。支点和压头刃口的曲率半径为1.0 mm。

6.3.2.2 试验步骤

将烧结完成的试样放在弯曲试验机上,试样的陶瓷面对称地位于加荷面的反面。以(1.5 ± 0.5)mm/min的恒定十字头速率施力,记录力值,直至破坏。测量6个试样中从每个试样的陶瓷层的一端发生剥离时的断裂力 F_{fail} (单位:N)。若试样破坏是源于陶瓷层中间开裂,则应替换该试样,直至完成6个合适试样的测试。

6.3.2.3 剥离/萌生裂纹强度的评价

6.3.2.3.1 总则

断裂力 F_{fail} 必须乘以系数 k 。系数 k 可从图2中读取。系数 k 是试样的氧化锆基体的厚度 d_z (0.5 ± 0.05)mm和所用氧化锆基底材料的杨氏模量 E_z 的函数。

为了读取相应厚度 d_z 的系数 k 值,首先选取对应 E_z 值的曲线,然后从选取的曲线上读取厚度 d_z 对应的系数 k 值。

剥离/萌生裂纹强度 τ_b 由下式计算:

$$\tau_b = k \cdot F_{fail}$$

若6个试样中有4个或4个以上的试样符合本部分4.2的要求(相当于66%符合要求),则陶瓷-陶瓷体系该项试验合格。若2个或2个以下试样符合要求,则陶瓷-陶瓷体系该项试验不合格。若3个试样符合要求,则重新制备6个试样再次进行试验。若重新试验中符合要求的试样为5个或6个,则陶瓷-陶瓷体系该项试验合格(相当于12个中8个以上符合或66%符合要求)。

单位为毫米

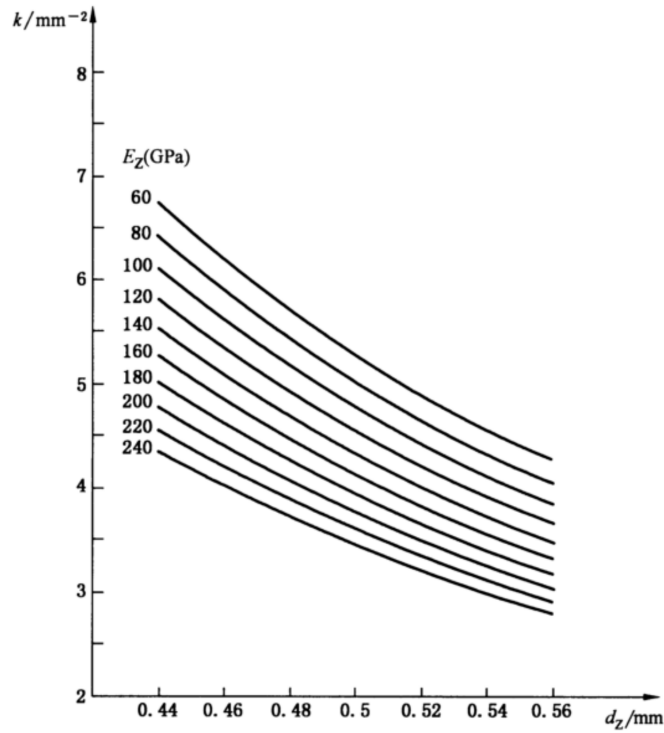


图 2 确定系数 k 的曲线,系数 k 是氧化锆基体的厚度 d_z 和氧化锆材料的杨氏模量 E_z 的函数

6.3.2.3.2 其他可选方法

剥离/萌生裂纹强度 τ_b 也可按图 3 的流程图编程计算得出。

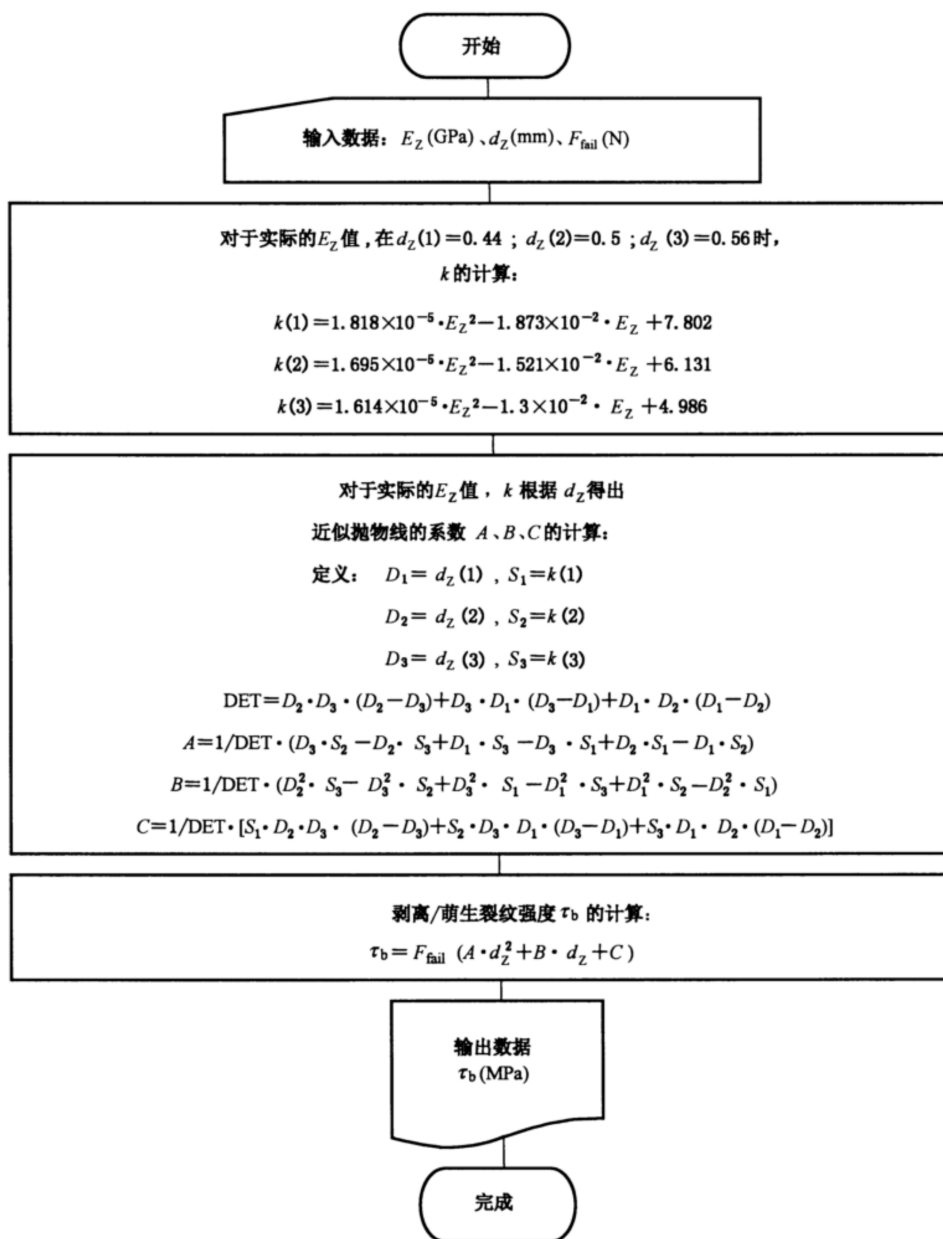


图3 剥离/萌生裂纹强度值计算流程图

6.3.3 试验报告

试验报告见第7章。

6.4 热冲击试验

6.4.1 总则

下面的两个试验过程(6.4.2和6.4.3)可以作为如何正确进行试验的实例。具体试验设备可以根据被测材料组合和涉及的实验室的总体经验做相应修改。试验报告应包含详细的试验设置(见条款7)和测试结果。

6.4.2 固定温度差的冷热循环试验

6.4.2.1 试样制备

按照制造商说明书制备试样,可以制备以下两种试样的任一种:三个单元的烤瓷修复体(磨牙桥,牙位 14~16);或者如果没有明确是多单元的,则至少五个前牙冠,(牙位 11)。基底冠上烤瓷至少烧结两次。

6.4.2.2 设备

6.4.2.2.1 冷水槽

可以通过外部温度控制元件保持水温 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.2.2.2 沸水槽

可以通过外部加热元件保持水持续沸腾。

6.4.2.2.3 钢丝筐

可以使试样在水槽间快速转移,并能保证试样浸水时,试样与钢丝筐的壁或底部均不发生接触。

6.4.2.3 试验步骤

- a) 将试样放入钢丝筐中,使他们互不接触或不处于应力作用下。
- b) 将钢丝筐放入沸水中,持续 $(30\pm 5)\text{ s}$ 。这个过程被认为是首次热冲击[仅第一次执行 b)时]。
- c) 在 3 s 内,将钢丝筐从沸水中转移至冷水中($0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$),持续 $(30\pm 5)\text{ s}$ 。这个过程被认为是第二次热冲击[仅第一次执行 c)时]。
- d) 再在 3 s 内将钢丝筐转移至沸水中,持续 $(30\pm 5)\text{ s}$ 。
- e) 如此重复直至试样被冷热循环 10 次或出现(明显的)裂纹。
- f) 最后一次循环后,将试样移出并干燥。
- g) 根据 6.4.2.4 要求,对试样进行检查。

6.4.2.4 检查

用光学显微镜放大 10 倍,透射检查每一个试样的裂纹。

如果试验后没有即刻观察到裂纹,应在 48 h 后再次检查,观察是否有迟发性裂纹。

6.4.2.5 试验报告

试验报告见第 7 章。

6.4.3 增大温度差的冷热循环试验

6.4.3.1 试样制备

按 6.4.2.1 制备试样。

6.4.3.2 设备

6.4.3.2.1 冷水槽

可以通过外部温度控制元件保持水温 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.3.2.2 加热炉

起始温度 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，可加热升至 $165\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上。

6.4.3.2.3 钢丝筐

可以使试样在水浴间快速转移，并能保证试样浸水时，试样与钢丝筐的壁或底部均不发生接触。

6.4.3.3 试验步骤

- a) 将试样放入钢丝筐中，使他们互不接触或不处于应力作用下。
- b) 将钢丝筐放入 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热炉中，持续时间大于 10 min 。这个过程不计为热冲击。 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 是起始温度。在整个试验过程中，炉的温度会不断升高直至试样出现裂纹[与 d) 和 e) 比较]。
- c) 在 3 s 内，将试样转移至冷水中 ($0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$)，持续 $(30\pm 5)\text{ s}$ 。这个过程被计为热冲击。
- d) 将试样从冷水中移出并干燥。室温下，用光学显微镜放大 10 倍，透射检查试样是否有裂纹。如果没有裂纹，继续步骤 e)。如果每个试样都出现裂纹，则直接进行 6.4.3.4。
- e) 将炉温提升 $10\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，重复步骤 b)~d)。

当所有试样均出现裂纹，或完成了至少 5 次的热冲击(淬火)试验，以上两种现象中任何一个出现，均终止试验。

6.4.3.4 试验报告

试验报告见条款 7。

7 试验报告

试验报告至少应包括以下信息：

- a) 试验材料；
- b) 按 6.1 和 6.2 测得的饰面瓷的线胀系数和玻璃化转变温度；
- c) 按 6.1 测得的基底瓷的线胀系数；
- d) 按 6.3 剥离/萌生裂纹试验得出的结果(仅适用于 ZrO_2 系统)，单位 MPa。至少包括以下信息：
 - 1) 试验材料；
 - 2) 裂纹萌生试验中获得的结果，单位：MPa。
- e) (如适用)按 6.4.2 固定温度差的冷热循环试验得出的结果，包括以下信息：
 - 1) 试样的尺寸和厚度；
 - 2) 详细的试验设置：试样数、试样制备(6.4.2.1)、设备(6.4.2.2)、试验步骤(6.4.2.3)；
 - 3) 试验过程中，出现裂纹的试样数量；
 - 4) 试验结束后，立即出现裂纹的试样数量；
 - 5) 试验结束后 48 h 内，出现裂纹的试样数量。
- f) (如适用)按 6.4.3 增加温度差的冷热循环试验得出的结果，包括以下信息：
 - 1) 本试验所用试样的尺寸和厚度；

- 2) 详细的试验设置:试样数和试样制备(6.4.3.1)、设备(6.4.3.2)、试验步骤(6.4.3.3);
 - 3) 不同温度下,出现裂纹的试样数量(和热冲击次数);
 - 4) 试样转移所用的时间(如本试验被使用)。
- g) 实验室的名称及其负责人的姓名;
- h) 试验报告日期和负责人签字。

参 考 文 献

- [1] ISO 7405, Dentistry—Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry
 - [2] ISO 9693-1, Dentistry—Compatibility testing—Part 1: Metal-ceramic systems
 - [3] ISO 10993-1, Biological evaluation of medical devices—Part 1: Evaluation and testing within a risk management process
-