

中华人民共和国国家标准

GB 30367-XXXX
代替GB 30367-2013

牙科学 陶瓷材料

Dentistry-Ceramic materials

(ISO 6872-2015, MOD)

(征求意见稿)

20230801

请将你们发现的有关专利的内容和支持性文件随意见一并返回

××××-××-××发布

××××-××-××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

目次

前言 III

引言 VI

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语及定义 1

3.1 材料..... 1

3.2 加工工艺..... 3

3.3 性能..... 4

4 分型、分类和标识..... 4

5 要求 5

5.1 均匀性 5

5.2 无外来异物..... 5

5.3 I 型陶瓷的调和和压实 6

5.4 理化性能..... 6

5.5 收缩因子..... 6

6 取样 6

6.1 I 型陶瓷 6

6.2 II 型陶瓷 6

7 试验方法 6

7.1 试样制备 6

7.1.1 总则..... 6

7.1.2 试样组分（I 型陶瓷）..... 6

7.1.3 调和器具..... 6

7.1.4 调和方法 7

7.1.5 试样压实过程..... 7

7.1.6 烧制..... 7

7.2 牙科陶瓷的放射性 7

7.2.1 试样准备 7

7.2.2 计数步骤..... 7

7.2.3 结果评价 7

7.3 弯曲强度..... 8

7.3.1 总则..... 8

7.3.2 三点弯曲和四点弯曲试验..... 8

7.3.2 双轴弯曲试验（活塞-三球试验）..... 10

7.4 线胀系数..... 12

7.4.1 器具..... 12

7.4.2 试样制备（I 型和 II 型陶瓷）..... 13

7.4.3 热膨胀测量..... 13

7.4.4 结果评价..... 13

7.5 玻璃化转变温度..... 13

7.5.1 操作步骤..... 13

7.5.2 结果评价..... 13

7.6 化学溶解性..... 13

7.6.1 试剂..... 14

7.6.2 器具..... 14

7.6.3 试样制备..... 14

7.6.4 试验步骤..... 14

7.6.5 结果计算和评价..... 14

8 信息和说明书..... 14

8.1 信息..... 14

8.1.1 概述 14

8.1.2I 型陶瓷..... 14

8.1.3II 型陶瓷..... 14

8.2 使用说明书..... 15

9 包装标识和标签..... 15

9.1 包装..... 15

9.2 标识和标签..... 15

GB 30367-xxxx

附录 A (资料性) 断裂韧性.....	16
附录 B (资料性) 韦伯统计.....	22
附录 C (资料性) 钇稳定的四方氧化锆 (Y-TZP) 水热稳定性的评价方案.....	24
参考文献	26

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB 30367-2013《牙科学陶瓷材料》。与 GB 30367相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加ISO和IEC术语数据库网址（见3）；
- 增加术语“美学陶瓷”（见 3.1.2）；
- 增加术语“着（彩）色牙本质瓷”（见 3.1.3）；
- 增加术语“荧光陶瓷”（见 3.1.9）；
- 增加术语“调整（修饰）釉质瓷”（见 3.1.15）；
- 增加术语“全瓷”（见 3.1.16）；
- 增加术语“乳白色牙釉质瓷”（见 3.1.18）；
- 其他术语的序号也发生了变化（见 3.1，2013 版 3.1）
- 陶瓷分类发生了变化。将“美观陶瓷”改为“全瓷”（见表 1，2013 版的表 1）；
- 删除要求中的“生物相容性”，保留引言中对生物性能的描述（见引言，2013 版 5.5）；
- 增加“收缩因子”的要求（见 5.5）；
- 对有多种色泽的瓷粉的取样发生了变化，由混合等量每种色泽的瓷粉进行试验，改为使用最常用的颜色/色调进行测试（见 6.1，2003 版的 6.1）；
- 删除（采用 γ 能谱技术须注意排除干扰）（见 2013 版 7.2.2）；
- 可测量载荷范围由 10~5000N，改为 10N~1000N 或 2500N（见 7.3.2.1.1，2013 版 7.3.2.1.1。以及 7.3.3.1.1，2013 版 7.3.3.1.1）；
- 增加了间距测量的精度（见 7.3.2.1.2.1、7.3.2.1.2.2，2013 版 7.3.2.1.2）；
- 对于薄试样，弯曲试样的最大倒角尺寸已减小。增加：[建议对小厚度试样（ $b < 2.0$ mm），最大值为 0.10 mm]（见 7.3.2.2.1.1，2013 版 7.3.2.2.1.1）；
- 增加试样打磨方向和打磨时机（见 7.3.2.2.1.1，2013 版 7.3.2.2.1.1）；
- 弯曲试样制备增加了纵向研磨的建议。并删除“将试样在真空下和一个大气压的空气中至少各烧结 1 次。”（见 7.3.2.2.2，2013 版 7.3.2.2.2）；
- 增加公式（3）及注（见 7.3.2.4.2，2013 版 7.3.2.4.2）；
- 删除：由于试样尺寸的要求，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（见 7.3.3.2.1，2013 版 7.3.3.2.1）；
- 增加可以对“烧制”试样进行测试的条件（见 7.3.2.2.2，7.3.2.2.3，7.3.3.2.1，7.3.3.2.2；2013 版 7.3.2.2.2，7.3.2.2.3，7.3.3.2.1，7.3.3.2.2）；
- 增加：对于线胀系数不受多次烧制影响的材料，不必进行多次烧制（见 7.4.2，2013 版 7.4.2）；
- 热膨胀测量起始温度“从 25℃开始”，改为“从 25℃或 50℃开始”（见 7.4.3，2013 版 7.4.3）；
- 线胀系数测量范围从“25℃~500℃”改为“25℃~500℃或 50℃~500℃”（见 7.4.3，7.4.4，8.2.2 d，2013 版 7.4.3，7.4.4，8.2.2 d）；
- 试样的总表面积精度放宽。且从 1 个容器改为 1 个或多个容器（见 7.6.4，2013 版 7.6.4）；
- 删除：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（见 2013 版 7.6.5）；
- 增加冷却速率（见 8.1.2 a，2013 版 8.1.2 a）；
- 增加：对于需要进一步热处理的部分烧结陶瓷和玻璃陶瓷，应通过加热速率和保温时间进行规定，温度和保温时间指定为适用于根据 ISO 13078 或同等标准校准的熔炉的允许范围（见 8.1.3，2013

版 8.1.3);

- 增加预成的陶瓷片或陶瓷块的计量单位的数量（见 9.2.1e）；
- 增加：部分烧结陶瓷材料的收缩因子（见 9.2.2c）；
- 增加附录标题 A.1 和 B.1，因此附录 A 和附录 B 内容下的所有序号都相应修改，与 2013 版附录 A 和附录 B 序号不同（附录 A、附录 B, 2013 版附录 A、附录 B）；
- 附录 A 中增加了 SEVNB 关于断裂韧性的新版 ISO 23146:2012 作为可选方法；增加了对使用 SEVNB 方法测定 3Y-TZP 断裂韧性的条件要求。增加 a-c>b、图 A.3、图 A.4（见 A.1.1、A.1.3.2, 2013 版 A.1, A.2.2.2）；
- 增加：断裂前缺口检查的细节（见 A.1.3.3, 2013 版 A.2.2.3）；
- 对 SEVNB 三点断裂韧性的 Y 方程进行了改进和扩展，以涵盖更多的构型；增加了断裂韧性 K_{Ic} 计算公式 (A.5)~公式(A.9)和注，删除注 2（见 A.1.3.4.2, 2013 版 A.2.2.4.2）；
- 表 A.1 推荐临床用途的描述，修改为与表 1 的描述统一（见表 A.1, 2013 版 A.1）；
- 增加进行回归的说明（见 B.2.3, 2013 版 B.3.2）；
- 增加 B.2.6 可以依据 ISO20501 计算韦布尔参数的说明（见 B.2.6）；
- 增加资料性附录 C(见附录 C)；
- 参考文献中，增加收缩因子参见的标准（见参考文献）。

本文件修改采用ISO 6872:2015和ISO6872:2015Amd1:2018《牙科学陶瓷材料》，除了下述编辑性修改外，主要技术性差异是在附录A,并增加了附录C:

- 增加ISO和IEC术语数据库网址（见3）；
- 增加“收缩因子”的注（见 5.5）；
- 增加 7.1.1 总则。将 7.1 条款下的内容放在 7.1.1 下，依据 GB/T 1.1-2020，该段内容属于悬置段。7.1 条款下的其他子条款号因此依次变更（见 7.1）；
- 增加 7.3.1 总则。将 7.3 条款下的内容放在 7.3.1 下，依据 GB/T 1.1-2020，该段内容属于悬置段。7.3 条款下的其他子条款号因此依次变更；
- 为尺寸和试验参数增加序号7.3.2.2.1.1和7.3.2.2.1.2（见7.3.2.2.1.1和7.3.2.2.1.2）；
- 保留2013版载荷精度、四点弯曲跨距的精度和试样尺寸精度(见7.3.2.1.1、7.3.2.1.2.2、7.3.2.2.1.1, 2013版7.3.2.1.1、7.3.2.1.2、7.3.2.2.1.1)
- 附录A增加了对使用SEVNB方法测定3Y-TZP断裂韧性的条件要求（见A.1.1、A.1.3.2）；
- 增加资料性附录 C(见附录 C)
- 参考文献中，增加收缩因子参见的标准（见参考文献）。

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专利的责任。

本文件由国家食品药品监督管理局提出。

本文件由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会（SAC/TC99）归口。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

- 2013 年首次发布为 GB 30367-2013。
- 本次为第一次修订。

引 言

本文件未包含对可能的生物危害的定性和定量的要求，但推荐在评估可能的生物或毒理学危害时，参见 ISO 10993-1 和 ISO 7405。

牙科学 陶瓷材料

1 范围

本文件规定了牙科陶瓷材料的性能要求和相关试验方法。

本文件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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

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 牙科学 名词术语 (GB/T 9937-2020, ISO1942: 2009, MOD)

ISO13078 牙科学 牙科炉 用独立热电偶测量温度的试验方法 (Dentistry-dental furnace-test method for temperature measurement with separate thermocouple)

3 术语及定义

ISO 1942界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 在以下地址维护用于标准化的术语数据库：

-ISO 在线浏览平台：<http://www.ISO.org/obp>

-IEC Electropedia:<http://www.Electropedia.org/>

3.1 材料

3.1.1

添加瓷 addition ceramic, Add-on ceramic,

校正瓷, correction ceramic

在降低温度下烧制、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

美学陶瓷 aesthetic ceramic

具有适当的半透明性和颜色，用于模仿天然牙齿的光学特性的牙科烤瓷(3.1.5)或玻璃陶瓷(3.1.10)。

3.1.3

着（彩）色牙本质瓷 chromaic dentin ceramic

色调（颜色）具有高强度或饱和度的牙本质瓷。

3.1.4 牙科陶瓷 dental ceramic

专门配制的无机非金属材料，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。

3.1.5 牙科烤瓷 dental porcelain

以玻璃相为主的牙科陶瓷（3.1.4）材料，主要用于牙科修复体或修复装置的美学部分。

3.1.6

牙本质瓷 dentine ceramic

GB30367-xxxx

用于形成牙科修复体或修复装置的主体形状和基本色泽的牙科陶瓷（3.1.4）材料，以模拟天然牙本质。

3.1.7

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的牙科陶瓷(3.14)材料，以模拟天然牙釉质。

3.1.8

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陶瓷基底的牙科陶瓷材料。

3.1.9

荧光陶瓷 fluorescent ceramic

吸收辐射能并以不同波段的辐射能的形式发射辐射能，其所有或大部分波长超过吸收能的波长的牙科陶瓷（3.1.4）材料。

例如紫外线吸收和蓝光发射。

3.1.10

玻璃陶瓷（牙科） glass-ceramic (dental)

通过对玻璃进行热处理，引发其形核和生长，使全部或大部分生成晶体微观结构的牙科陶瓷(3.1.4)材料。

3.1.11

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

通过升温使专用玻璃渗入多孔的牙科陶瓷核或陶瓷基底层，使其致密化的牙科陶瓷。

3.1.12

上釉陶瓷 glaze ceramic

覆盖在牙本质瓷（3.1.6）或牙釉质瓷（3.1.7）表面的牙科陶瓷（3.1.4）材料，在低于牙釉质瓷和牙本质瓷的温度下烧制，产生薄层连续封闭表面，其光泽度取决于烧制条件。

3.1.13

衬层 liner

在全瓷基底层上的一层提供基底色(背景色)的牙科陶瓷（3.1.4）材料，在其上使用牙本质瓷或遮色牙本质瓷以达到整体美观的效果。

3.1.14

成型液 modeling fluid

与牙科瓷粉混合的液体，以便在烧制前将其成型或按所需形状塑型。

3.1.15

调整（修饰）釉质瓷 modifying enamel ceramic

用于修饰修复体的表面轮廓的牙釉质瓷（3.1.7），例如，添加接触点，通常在比牙釉质瓷或牙本质瓷更低的温度下烧制。

3.1.16

全瓷 monolithic ceramic

基本上由单一均匀材料制成的牙科陶瓷（3.1.4）。

注1：可涂上一层薄薄的釉（3.3.4）（染色技术）

3.1.17

不透明牙本质瓷 opaque dentine ceramic

比牙本质瓷（3.1.6）材料更不透明的牙科陶瓷（3.1.4）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。

3.1.18

乳白色牙釉质瓷 opalescent enamel ceramic

散射较短波长的光（如蓝色）和透射较长波长的光（如红色）的牙釉质瓷（3.1.7）材料。

3.1.19

遮色牙本质瓷 opaque dentine ceramic

牙科陶瓷（3.1.4）材料，根据制造商的说明，当应用于金属基底时，其作用是粘结到金属表面并形成一层，以提供背景色和界面，其他牙科陶瓷材料可应用于该层上以实现整体美观。

3.1.20

肩台瓷 shoulder ceramic**边缘瓷 margin 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（3.1.4）材料。

3.1.21

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，其配方使其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。

3.1.22

基底（核）瓷 substructure (core) dental ceramic

形成支撑基底的牙科陶瓷（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（3.1.4）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 加工工艺

3.2.1

空气烧制牙科陶瓷 air firing dental ceramic

在环境大气压下牙科陶瓷（3.1.4）的烧制。

3.2.2

牙科计算机辅助设计/计算机辅助加工 dental CAD/CAM

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、蜡型或口腔内进行数字扫描，获得3D（三维）数据集；
- 2) 对3D(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（修复体）制作过程。

3.2.3

牙科陶瓷的压实 condensation of dental ceramic

在烧结前振动牙科陶瓷粉末浆料以压实粉末的工艺。

3.2.4

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

牙科陶瓷（3.14）材料，一般呈粒状或块状（通常为预烧结），在特定的炉具中能够将粒状或块状陶瓷注射/铸造/压注入到采用失蜡技术制备的模具中。

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，例如机械加压或气体加压，使陶瓷致密成所需形状的工艺。

注1：在本文件中，“烧制”和“烧结”可互换使用（“烧制”意味着应用热量驱动烧结）。

3.2.6

真空烧制牙科陶瓷 vacuum firing dental ceramic

在低压（即真空）下烧制牙科陶瓷（3.1.4），以达到所需致密性和美观效果，尤其是半透性。

注1：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

牙科陶瓷的分类 class of dental ceramic

根据预期用途将牙科陶瓷（3.1.4）进行分类。

3.3.2

断裂韧性 fracture toughness

常规断裂力学参数，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

玻璃在弹性态和黏弹态之间转换的温度范围的近似中点，其特征是热膨胀系数开始快速变化。

3.3.4

上釉 glaze

光泽达到临床和美观可接受时获得的表面外观。

4 分型、分类及其标识

在本文件中，牙科陶瓷分为以下两种类型。

——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。

根据其预期的临床用途和按照表1的描述，牙科陶瓷可划分为五类。若为识别瓷粉而在陶瓷粉中添加颜色，建议使用表2中给出的颜色标识。

表1 按预期临床用途以及所需要的力学和化学性能对固定修复体用陶瓷的分类

分类	推荐的临床用途	机械性能和化学性能	
		挠曲强度（MPa） （最小平均值）（见 7.3.2.4）	化学溶解性 （ $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ）
1	a) 粘接粘固的用于单一单位前牙修复体、贴面、嵌体或高嵌体的全瓷。	50	<100
	b) 覆盖金属基底或陶瓷基底的陶瓷。	50	<100
2	a) 粘接粘固的用于单一单位前牙或后牙修复体的全瓷。	100	<100
	b) 部分或全部覆盖的基底陶瓷，用于单一单位前牙或后牙修复体，采用粘接粘固。	100	<2000
3	a) 用于单一单位前牙或后牙修复体以及不涉及磨牙修复的三单位修复体的全瓷，采用粘接或非粘接粘固。 b) 部分或全部覆盖的基底陶瓷，用于单一单位前牙或后牙	300	<100

	修复体以及不涉及磨牙修复的三单位修复体,采用粘接或非粘接粘固。	300	<2000
4	a) 用于涉及磨牙修复的三单位修复体的全瓷。	500	<100
	b) 部分或全部覆盖的基底陶瓷,用于涉及磨牙修复的三单位修复体。	500	<2000
5	用于四单位或四单位以上修复体的全瓷,或用于涉及四单位或四单位以上修复体的部分或完全覆盖的基底全瓷。	800	<100

表 2 识别 I 型牙科瓷粉推荐的颜色标识

材料	颜色编码 (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
校正牙釉质瓷 (如半透明, 透明)	紫色

5 要求

5.1 均匀性

用于产生烧制后牙科陶瓷颜色的无机颜料或任何有机色素 (用于颜色标识) 应均匀分散在牙科陶瓷材料和粉末状的陶瓷产品中。当按 7.1.4 调和瓷粉粉末时, 目测检查应无色素分离。

5.2 无外来异物

5.2.1 目测检查牙科陶瓷材料应无外来异物。

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

5.2.3 表 2 所列的用于瓷粉颜色标识的任何着色剂, 建议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颗粒状。

调和成的糊剂, 应适合通过逐层压实来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, 在干燥过程中应不开裂或碎裂。

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测试，陶瓷试样的理化性能应符合表1规定的要求。陶瓷的线胀系数与制造商标示值[见8.2.2 d)]相差应不大于 $0.5 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 。陶瓷的玻璃化转变温度与制造商标示值[见8.2.2 d)]相差应不大于20℃。

5.5 收缩因子

由9.2.2c)提供的由部分烧结材料尺寸相除得到的收缩因子的绝对精度应为 ± 0.002 。

注：收缩因子确定方法可参见ISO 18756。

6 取样

6.1 I 型陶瓷

取足量的同一批次零售包装的陶瓷材料，以进行规定的试验以及允许的必要的重复试验。若同一种类的牙科陶瓷有多种色泽，则使用最常用的颜色/色泽进行试验。所有被试材料应为同一批次。

若制造商推荐使用成型液，应获取足量的成型液。成型液的数量应为制造商推荐的数量。

6.2 II 型陶瓷

测试的所有材料应取自同一批次。

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。

I 型陶瓷试样（除另有说明或与本文件所述不一致外），7.1.3 中描述的器具，以及调和、压实和烧制的条件（7.1.4、7.1.5 和 7.1.6）适用于所有试验方法。

7.1.2 试样组分（I 型陶瓷）

用于制样的液剂应符合规定的 3 级水(ISO 3696)，或者若适用，应采用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（推荐玻璃材质）。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

从中能够取出压实试样，并且试样不变形。

7.1.3.4 振荡系统（振荡台或机械刷）

振荡频率为 50Hz~60Hz，或按照制造商的说明书。

7.1.4 调和方法

按照制造商推荐的比例混合液剂（水或成型液）和瓷粉。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，应持续立即更换吸水纸。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，放入烧制托盘中，干燥，并检查是否符合 5.3 的要求。

注：试样制备可采用其他成型方法，如干压。

7.1.6 烧制

将试样置于一个不黏附、不吸取材料的托盘上，放入炉中，以便均匀烧制。从制造商处获取试样烧制指南。陶瓷试样应按制造商说明进行烧制，以使其最终密度和热处理史能够代表被试试样所代表的修复体或修复装置，（尽管该被试试样）可能与说明书（的用法）不同。

7.2 牙科陶瓷的放射性

7.2.1 试样准备

7.2.1.1I 型陶瓷

按照 6.1 获取出厂态产品 50g 是合适的。

7.2.1.2II 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 50g 粒径小于 75 μ m 的粉末。

7.2.2 计数步骤

取 50g 松散粉状试样，用中子活化法或 γ 能谱法测定 U-238 的放射性活性浓度。

7.2.3 结果评价

被试的每个试样均应符合 5.2.2 的要求。

7.3 弯曲强度

7.3.1 总则

可采用三种弯曲试验方法：

a) 三点弯曲试验

- b) 四点弯曲试验, 以及
- c) 双轴弯曲试验 (冲杆压三球试验)

7.3.2 三点弯曲试验和四点弯曲试验

7.3.2.1 试验设备

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 10N~(1000N或2500N) (精度1%), 见ISO 7500-1。

7.3.2.1.2 弯曲强度试验固定装置

7.3.2.1.2.1 三点弯曲, 包括两个直径 1.5mm~5mm (± 0.2 mm) 的支撑辊棒, 两者中心的跨度为 12.0mm~40.0mm (± 0.5 mm)。载荷由直径为 1.5mm~5mm (± 0.2 mm) 的第三个辊棒施加于两支撑辊棒的中点。辊棒由硬度大于 40HRC (洛氏 C 级) 的硬质钢或其他硬质材料制成, 表面平滑, 粗糙度 R_a 小于 0.5 μ m。建议测量支撑辊棒中心之间的实际间距 (L) 精确至 0.1 mm 以内。

7.3.2.1.2.2 四点弯曲, 由 1/4 点测试工装组成, 使试件由位于距外支承辊棒总跨度 (L) 1/4 处 (见图1) 的两个内加载辊棒加载。

两个支撑辊棒的直径 1.5mm~5mm (± 0.2 mm), 两者中心的跨度 16.0mm~40.0mm (± 0.5 mm)。支撑辊棒由硬度大于 40HRC (洛氏 C 级) 的硬质钢或其他硬质材料制成, 表面平滑, 粗糙度 R_a 小于 0.5 μ m。两加载辊棒的材质、大小与支撑辊棒一致, 加载部位为两支撑辊棒跨度的四等分点, 形成的内跨距 (图 1 中 $L/2$) 为 8.0mm~20.0mm (± 0.2 mm)。施加力的布局应确保两加载辊棒的载荷大小相同, 并且扭转力最小。建议测量两辊棒中心之间的实际间距 (L 为支撑辊棒跨距, $L/2$ 为内跨距), 精确至 0.1 mm 以内。建议内跨在支撑跨上居中, 使其在 0.1mm 以内。

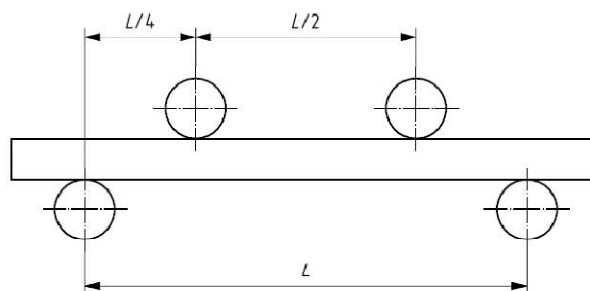


图1 四点-1/4-点试验配置示意图 (注: 力臂= $L/4$)

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, 最好是如图2所示的边缘倒角, 尺寸如下所列。边缘倒角应沿试样的长轴纵向研磨或磨圆 (倒圆), 以使磨削损伤和破坏最小化。如果最终烧结后尺寸在下述范围内, 则可在最终烧结前打磨边缘倒角。

试样尺寸:

宽度 $w=(4.0\pm0.2)\text{mm}$ (垂直于载荷方向的边长尺寸)

厚度 $b=(2.1\pm1.1)\text{ mm}$ (推荐3.0mm;平行于载荷方向的边长尺寸)

倒角 $c=(0.12\pm0.03)\text{ mm}$ [建议对小厚度试样 ($b<2.0\text{ mm}$)，最大值为0.10 mm]。

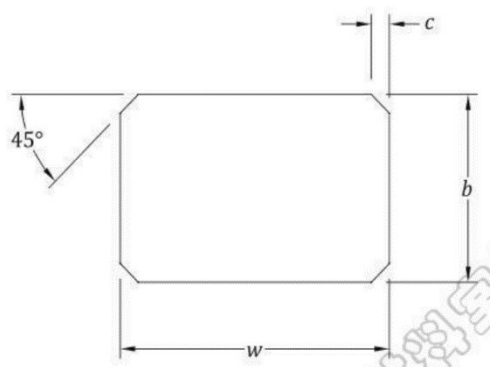


图 2 尺寸示意图

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 (两外支撑辊棒中心的距离, 见图1。在指定的四点1/4固定装置中, 力臂= $L/4$)。

对于三点弯曲, l , 以毫米为单位 (两支撑辊棒中心的距离)。

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2mm, 且厚度与长度之比 (b/L 或 b/l) 应 ≤ 0.1 。

7.3.2.2.2 I型陶瓷

按7.3.2.2.1.1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导致的尺寸变化。按照因试样尺寸所需做适当修改的制造商的说明, 对样品进行烧制。研磨每个试样, 得到符合7.3.2.2.1.1要求的长方形试样。在公称粒径 $30\mu\text{m}\sim 40\mu\text{m}$ 的金刚石嵌入介质上进行最终研磨, 用粒径 $15\mu\text{m}\sim 20\mu\text{m}$ 的金刚石磨料进行终抛光。所有四个长面的研磨应尽可能纵向平行于试样长轴进行, 以减少可能改变强度的研磨损伤。除非抛光去除 $20\mu\text{m}$ 至 $30\mu\text{m}$ 的材料, 否则抛光不一定能去除之前的研磨损伤。确保试样的两相对面是平的, 且平行度误差小于 0.05 mm 。若适用, 只要形状和尺寸在规定的范围内, 可以对“烧制”试样进行测试 (无需对边缘或表面进行进一步研磨)。彻底清洁试样, 确保清除所有研磨碎屑痕迹。

7.3.2.2.3 II型陶瓷

根据制造商的说明, 按7.3.2.2.1.1的尺寸要求制备至少10个试样, 最好30个。若为可切削陶瓷, 则直接用制造商制造的陶瓷块制备试样。按照7.3.2.2.2的程序对每个试样进行研磨以获得测试试样。若适用, 只要形状和尺寸在规定的范围内, 就可以对“烧制”试样进行测试 (无需对边缘或表面进行进一步研磨)。

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, 使载荷沿着垂直于试样长轴的一条直线施加于4mm宽的试样表面上。测定试样断裂所需的载荷, 数据精确至 $\pm 0.1\text{N}$ 。试验机十字头速度为 $(1\pm 0.5)\text{ mm/min}$ 。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

用公式(1)计算三点弯曲强度 σ ，单位为兆帕(MPa)，报告弯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，则还可按附录B所示，报告韦布尔(Weibull)特征强度和韦布尔模量。

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

式中：

P ——断裂载荷，单位为牛顿(N)

l ——试验跨距(两支撑辊棒中心的距离)，单位为毫米(mm)

w ——试样的宽度，垂直于载荷方向的边长尺寸，单位为毫米(mm)

b ——试样的厚度，平行于载荷方向的边长尺寸，单位为毫米(mm)

7.3.2.4.2 四点弯曲

用公式(2)计算四点弯曲强度 σ ，单位为兆帕(MPa)，报告弯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，则还可按附录B所示，报告韦布尔(Weibull)特征强度和韦布尔模量。

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

式中：

P ——断裂载荷，单位为牛顿(N)

L ——跨距(两外支撑辊棒中心的距离)，单位为毫米(mm)

w ——试样的宽度，垂直于载荷方向的边长尺寸，单位为毫米(mm)

b ——试样的厚度，平行于载荷方向的边长尺寸，单位为毫米(mm)

注：如果跨度使得加载点不是完全位于 $L/4$ ，则可以使用公式(3)。

$$\sigma = \frac{3P(L_0 - L_i)}{2wb^2} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

L_0 ——外支撑辊棒跨距；

L_i ——内加载棍棒跨距。

7.3.3 双轴弯曲试验(冲杆压三球试验)

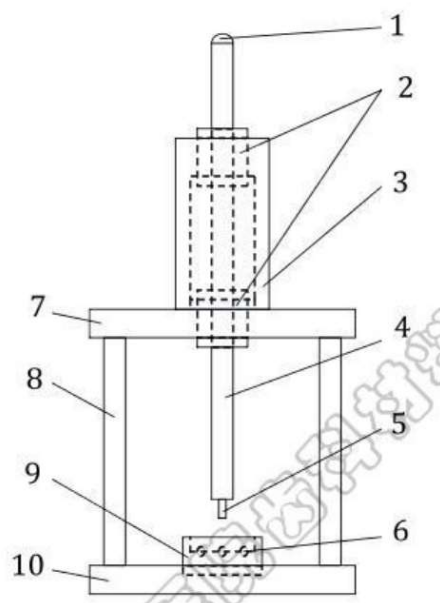
7.3.3.1 器具

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 10N~2500N ($\pm 1\%$)。

7.3.3.1.2 双轴弯曲试验固定装置，用于支撑试样。

应有3个同直径为 (4.5 ± 2) mm的硬质钢球，以 120° 的角度分置于1个直径为 (11 ± 1) 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 ± 0.2) mm的平冲头施加于试样的中心(见图3)。



标引序号说明:

- 1——直径12.5mm钢珠
- 2——2个精密球轴套
- 3——上轴套夹
- 4——精密研磨硬质冲压杆
- 5——硬质精密研磨平冲头，直径 (1.4 ± 0.2) mm
- 6——3个同直径 (4.5 ± 0.2) mm的钢球，以 120° 的角度分置于1个直径 (11 ± 1) mm的支撑圆环内
- 7——顶板
- 8——3个立柱
- 9——样品支撑环
- 10——底板

图3 冲压杆三球试验固定装置示意图

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个圆片状试样，厚 (1.2 ± 0.2) mm，直径 (14 ± 2) mm。使用尺寸合适的模具以补偿烧结和打磨引起的尺寸变化。在公称粒径为 $30\mu\text{m} \sim 40\mu\text{m}$ 的金刚石嵌入介质上对每个试样进行最终研磨，用粒径 $15\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ 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0.05mm。彻底清洁试样，确保清除所有磨屑。在若适用，只要形状和尺寸在规定的范围内，可以对“烧制”试样进行测试（无需在边缘或表面进行进一步研磨）。

7.3.3.2.2 II型陶瓷

按照制造商说明，制备至少10个，最好30个圆片状试样，直径 (14 ± 2) mm，厚度约为 (1.5 ± 0.5) mm。若为可切削陶瓷，则直接用制造商制造的陶瓷块制作试样。对每个试样进行研磨，最终试样厚 (1.2 ± 0.2) mm，直径 (14 ± 2) mm。按7.3.3.2.1的规程打磨和抛光试样。若适用，只要形状和尺寸在规定的范围内，可以对“烧制”试样进行测试（无需在边缘或表面进行进一步研磨）。

7.3.3.3 测试步骤

双轴弯曲试验，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 $\pm 0.01\text{mm}$ 。试样同心轴的放于试验固定装置机的支撑球上，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加荷头（硬质精密研磨平冲头）之间各放置一张非刚性的材料膜（例如聚乙烯膜，厚 0.05mm ），以均匀分布接触压力。

测定试样断裂所需的载荷，精确到 $\pm 0.1\text{N}$ 。十字头速度 $(1 \pm 0.5)\text{mm/min}$ 。重复以上步骤测试剩余试样。

7.3.3.4 强度计算

用公式（4）计算弯曲强度 σ ，单位为兆帕（MPa），报告弯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，则还可按附录B所示，报告韦布尔特征强度和韦布尔模量。

$$\sigma = -0.2387P(X - Y)/b^2 \dots\dots\dots (4)$$

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 ——断裂起点处试样的厚度，单位为毫米（mm）

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

$$Y = (1 + \nu) [1 + \ln(r_1 / r_3)^2] + (1 - \nu) (r_1 / r_3)^2 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

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 ——加载区(加荷头)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 设备，用于从 I 型和 II 型陶瓷制备棒状试样。

7.4.1.2 牙科烤瓷炉，烧制 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 $5\text{mm} \sim 50\text{mm}$ ，横截面积不超过 30mm^2 。将2个试样在真空下烧结1次，再在大气压力下的空气中烧结1次。将另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。对于线胀系数不受多次烧制影响的材料，不必进行多次烧制。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 15min ，使试样的温度与热膨胀仪的温度相同。

将试样的“预载荷”值设置为测量陶瓷的仪器制造商规定的值。

对试样进行热膨胀测量，从25℃或50℃开始，热膨胀仪以5℃/min~10℃/min的升温速度加热至约500℃（或比 T_g 高约30℃；根据需要可能高于或低于500℃），以能用作图法确定 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试样从25℃到500℃或50℃到500℃（或 T_g ）之间的线胀系数。

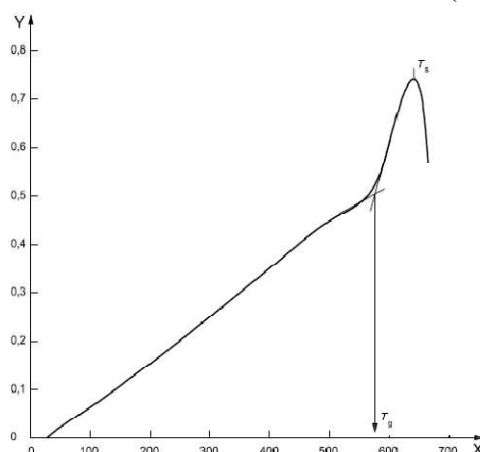
7.4.4 结果评价

报告4个试样（2次烧结和4次烧结）在25℃~500℃或50℃~500℃（或 T_g ）之间线膨胀系数的平均值和标准差。报告平均线胀系数,四舍五入至 $0.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ 。

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（如图4所示），作图法确定每个试样(如适用)的玻璃化转变温度（ T_g ）。



标引序号说明：

X——温度（℃）

Y——长度变化（ μm ）

图4 作图法确定玻璃化转变温度(T_g)的典型膨胀曲线
(T_g 是在一定的膨胀计载荷和加热速率下陶瓷的动态软化温度)

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℃。

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，可控制温度在 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

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，根据试样尺寸的需要进行修改。试样能自由暴露于测试液的总表面积至少为 30cm^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 30cm^2 。如果适用，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，以模拟临床适应症所需的表面抛光。

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0.1mg。计算试样的总表面积，精确到 0.5cm^2 。取一个250ml 耐热玻璃容器或多个100ml的耐热玻璃或塑料瓶，内盛100ml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16h。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。

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随附的资料中至少应提供以下信息。

8.1.2 I型陶瓷

- a) 烧制程序中的时间—温度流程（包括最终温度，保持时间以及加热和冷却速率）以及在真空烧制陶瓷时的真空度和时间。
- b) 上釉温度

8.1.3 II型陶瓷

有关材料操作和处理的详细信息。如果是为机械加工而生产的陶瓷材料（可切削陶瓷），给出推荐的研磨类型和抛光设备的信息。

对于需要进一步热处理的部分烧结陶瓷和玻璃陶瓷，应通过加热速率和保温时间进行规定，温度和保温时间分配适用于根据ISO13078或同等标准校准的熔炉的允许范围。

8.2 使用说明书

8.2.1 经销商应向购买方提供加工说明。

8.2.2 以下信息应随说明书材料一起提供：

- a) 陶瓷的商品名或商标名；

- b) 制造商和/或其授权代表的名称、地址;
- c) 陶瓷的分型和分类;
- d) 在25℃~500℃或50℃~500℃ (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) 关于潜在健康危害 (如有) 的一般警示, 例如与吸入陶瓷粉尘有关的。

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不会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 以下信息应清楚地标记在每个容器上或牢固地贴在容器上的标签上:

- 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) 制造商的名称和/或其授权代表 (或经销商名称, 如果有单独标签);
- c) 按制造商比色板规定的色号 (若适用);
- d) 产品的商品名;
- e) 所含瓷粉的最小净重, 单位为克 (g); 净体积, 单位为毫升(ml); 或者预成的陶瓷片或陶瓷块的计量单位的数量 (单件物品的数量);
- f) 关于潜在健康危害 (如有) 的一般警示, 例如与吸入陶瓷粉尘有关的。

9.2.2 下列信息应清晰标记在 CAD/CAM 瓷块上:

- 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) 产品的商品名。
- c) 对于部分烧结的陶瓷材料, 给出由部分烧结材料尺寸相除 (烧结后除以烧结前) 得到的尺寸收缩因子, 并保留到小数点后三位。

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)

断裂韧性

A.1 断裂韧性

A.1.1 总则

断裂韧性是牙科陶瓷的一个重要性能，是材料的内在属性，可用来预测材料的其他性能，例如强度（对缺陷尺寸和陷数量敏感）。因此，断裂韧性值可以在结构陶瓷之间进行有意义的比较。目前有许多方法评价断裂韧性，不同方法的操作难度各异。

本文件推荐参考ISO 23146规定的单边V形切口梁（SEVNB）法，或者采用A.1.2中所述的简化版本。SEVNB方法经过了国际标准化评估，被认为是用户友好、简单、可靠和准确的方法（见参考文献[1]和[11]）。根据ISO 23146，SEVNB方法不能用于测量晶粒尺寸小于 $1\text{ }\mu\text{m}$ 的细粒材料的断裂韧性，因为实验室间比对试验[11]表明，大多数参与者无法通过剃须刀片研磨方法获得锋利的切口尖端半径。由于切口钝化，大多数断裂韧性数据高估了真实断裂韧性[11]。此外，ISO 23146在第1章中特别指出，由于难以形成尖锐的切口尖端半径，该方法不宜用于氧化钡稳定的四方氧化锆陶瓷。虽然ISO 23146 有如上阐述，但经过大量试验验证，若能制备切口宽度不大于 $10\text{ }\mu\text{m}$ 的切口时，SEVNB法还是可以用于测定平均晶粒尺寸小于 $1\text{ }\mu\text{m}$ 的细粒材料断裂韧性。

此外，断裂韧性也可依据ISO /TC 206 发布的如下方法进行评估：单边预裂纹梁（SEPB）法（ISO 15732）、表面裂纹弯曲梁（SCF）法（ISO 18756）、或山形切口梁（CNB）法（ISO 24370）。SEPB、CNB和SCF方法可用于氧化钡稳定的四方氧化锆。每种方法都有优缺点，可能需要一些经验才能容易地获得精确和准确的结果。

断裂韧性不宜依靠压痕裂纹长度的方法（例如：根据维氏硬度计压头在表面打出的裂纹长度）来估算。

A.1.2 单边V形切口梁（SEVNB）法装置

A.1.2.1设备，制作平行试样的器具，通过烧结或机械加工，然后研磨和抛光来制备对面平行的试样。

A.1.2.2金刚石锯，用于在试样的一表面切割加工初始切口。金刚石锯片的厚度与剃须刀片的厚度相同或略厚，以便获得宽度接近剃须刀片的初始切口。

A.1.2.3剃须刀片，与金刚石抛光膏一起用于制备V型切口。

A.1.2.4三点或四点弯曲试验固定装置，见7.3.2.1.2。

A.1.3 试样制备

A.1.3.1 尺寸

本方法试样横截面为长方形，尺寸见下述和图A.2。试样不宜倒角，准备的试样数量应至少得到5个断裂韧性结果。

试样尺寸：

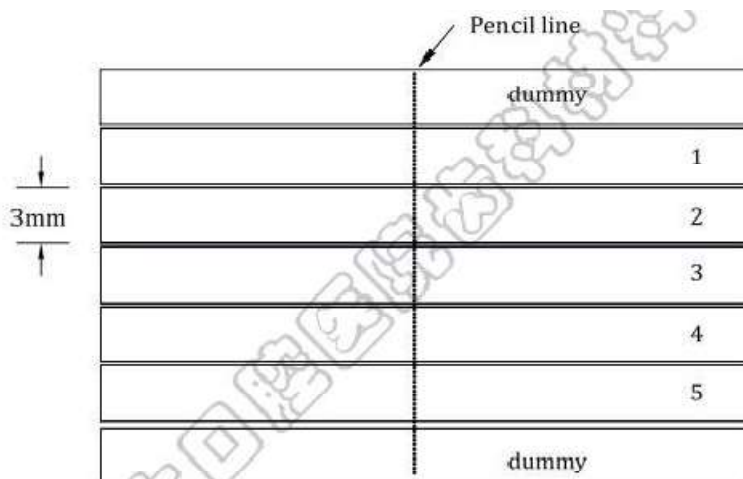
厚度： $w = (4.0 \pm 0.2)\text{ mm}$

宽度： $b = (3.0 \pm 0.2)\text{ mm}$

试样长度应比测试的支撑点跨距大至少 2 mm 。

A.1.3.2初始切口的制备和V形切口加工

将5个测试试样和2个模拟试样（用于在切割初始切口和加工V形切口时保护测试试样）紧密排在平坦底面的夹具中（见图A.1），将宽为3mm的面朝上，并固定样品，以便使用金刚石锯均匀开槽制备初始切口（断裂韧性试验中，该面处于拉伸状态）。用铅笔沿试样长度的中间点画一条指示线，引导金刚石锯切割初始切口（见图A.1）。



标引序号说明：

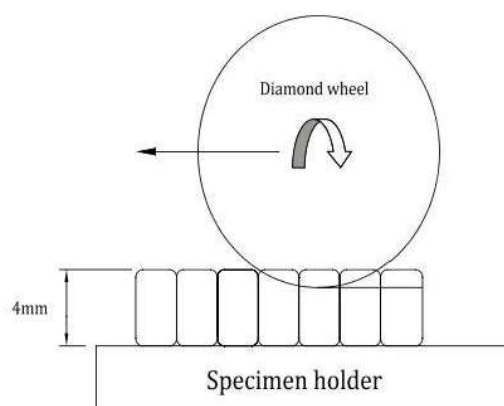
pencil line——铅笔线；

1~5——试样

Dummy——模拟试样。

图 A.1 初始切口制备

将试样夹具安装到金刚石锯上，沿铅笔线加工一个初始切口，使所有试样初始切口深度均匀，约0.5mm。之后清洗试样，特别是清洗初始切口内的加工碎屑。



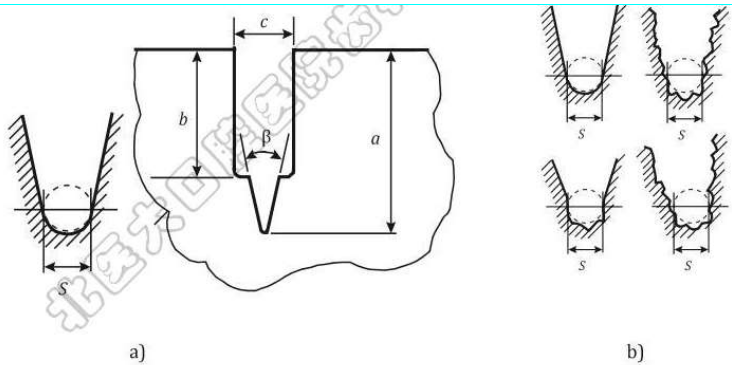
标引序号说明：

GB30367-xxxx

- 1——Diamond wheel 金刚石锯;
2——specimen holder 试样夹具。

图 A. 2 金刚石锯制备 V 形切口

试样清洁后，向初始切口中加入最大粒径 $3\mu\text{m}\sim 6\mu\text{m}$ 的金刚石抛光膏（加工初期推荐用 $5\mu\text{m}\sim 6\mu\text{m}$ 的抛光膏，当V形切口深度接近试验设定深度时，推荐用 $0.5\mu\text{m}$ 抛光膏），将剃须刀片放入初始切口中，轻微施加一定载荷（约 $5\text{N}\sim 10\text{N}$ ，推荐 $1\text{N}\sim 5\text{N}$ ），前后往复直线运动手动加工或机械加工制备V形切口，推荐采用ISO23146给出的机械设备加工V形切口。V形切口的加工过程中，多次用光学显微镜检查V形切口两端的深度是否均一。最终加工的V形切口深度应均匀一致，总深度在 $0.8\text{mm}\sim 1.2\text{mm}$ 之间。最终V形切口深度宜比初始切口深度更深，如下所示，V形切口总深度、初始切口宽度和初始切口深度宜满足 $a-c>b$ 的关系。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 干燥1h。

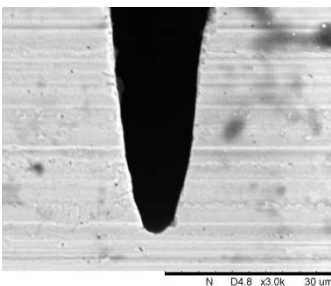


标引符号说明：

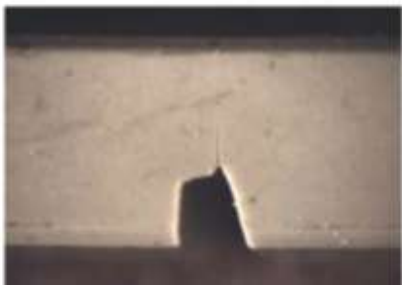
- a—— $0.8\text{mm}\sim 1.2\text{mm}$;
b——约 0.5mm ;
c——剃须刀片宽度 $a-b>c$
 β ——大约 30° 或者尽可能小;
S ——V 形切口根部宽度。

图 A. 3V 形切口的几何示意图：

(a) 切口宽度和角度测量; (b) ISO 23146 中切口根部形状



a)



b)

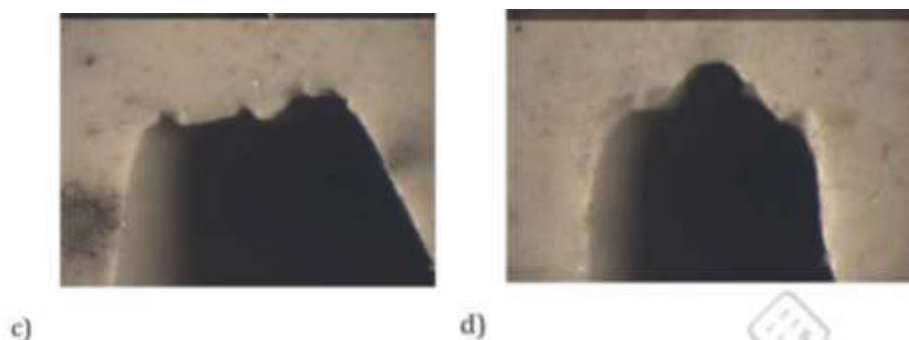


图 A.4 可接受和不可接受的切口几何形状示例:

(a) 可接受的切口, (b) 切口居中不当, (c) 切口制备不良, 以及 (d) 切口不够锋利

ISO 23146 的 SEVNB 方法 (第 6.5 段)

从 5 个试样中选择 2 个试样 (最好 5 个试样) 进行 V 形切口形貌和尺寸观察。对所选每个试样一侧的 V 形切口拍照, 如果切口尖端在该放大倍率下无法分辨, 则使用约 50 倍或更大的放大倍率 (如 100 倍) 拍摄。借助拍照控制 and 加工 V 形切口几何形状 (见图 A.4)。报告与图 A.3 所示几何结构的任何偏差。

放大至少约 300 倍 (若可能 1000 倍更好) 下, 对个试样 (最好 5 个试样) V 形切口尖端拍照。根据图 A.3 测量 V 形切口的角度和宽度。报告 V 形切口角度 β 和宽度 S 。

切口宽度 S 宜等于或小于试验材料平均晶粒尺寸的两倍。无论晶粒尺寸如何, 任何试验材料都不允许切口根部宽度大于 $20\ \mu\text{m}$ 。对于平均晶粒尺寸小于 $1\ \mu\text{m}$ 的陶瓷材料, 如: 氧化钇稳定的四方氧化锆陶瓷, 切口根部宽度不应大于 $10\ \mu\text{m}$ 。

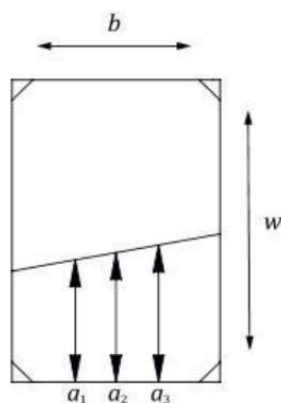
注 1: 平均晶粒尺寸可通过线性截距法确定, 如参考文献[7]和[10]中所述。

注 2: 在从夹具上取下试样之前, 从外侧观察切口宽度, 对其可接受性判定是很有帮助的。如果切口宽度和深度不满足要求, 这样方便继续对切口进行研磨加工。

A.1.3.3 断裂韧性试验

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载荷。

用千分尺测量并记录每个试样的宽度 (b) 和厚度 (w), 精确到小数点后三位。将宽为 3mm, 带有 V 形切口的试样表面朝下。在室温空气中, 以 0.5mm/min 的十字头速度对试样加载。记录断裂载荷, 保留三位有效数字。使用放大倍数 ≥ 50 倍 (如 100 倍) 的校准显微镜测量 V 形切口的深度。读取深度 a_1 、 a_2 和 a_3 至三位有效数字 (见图 A.5)。检查试样, 以确保断裂始于并贯穿 V 形切口底部 (否则试验无效)。在断裂表面, 检查试样是否存在在断裂前切口根部有稳定裂缝扩展的迹象。如果发生了稳定的裂纹扩展并且可以测量, 则在以下计算中包括稳定扩展部分。检查断裂试验的荷载-位移或荷载-时间记录曲线, 以检查试样是否在断裂前出现任何非线性现象。如果检测到非线性, 这是切口预裂纹可能缓慢裂纹扩展的迹象。



图中:

b 试样宽度, 单位米 (m)

w 试样厚度, 单位米 (m)

a_1 、 a_2 、 a_3 , 切口深度, 单位米 (m)

图 A. 5V 形切口深度测量

A.1.3.4结果计算

A.1.3.4.1V形切口深度的平均值(a)和V形切口相对深度(α)

根据下列公式 (A. 1-1、A. 1-2和A. 1-3) 计算每个试样V形切口深度的平均值 a 和相对深度 α 。V形切口的相对深度 α 宜介于0.2和0.3之间, 且应满足切口深度变化的关系。

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

$$\frac{(a_{\max} - a_{\min})}{a} \leq 0.1 \text{ (假设满足此关系)} \dots\dots\dots (\text{A.1-2})$$

$$\alpha = a/w \dots\dots\dots (\text{A.1-3})$$

式中:

a ——V形切口的平均深度, 单位为米 (m);

$a_{\max}$ —— a_1, a_2, a_3 中的最大值, 单位为米 (m);

$a_{\min}$ —— a_1, a_2, a_3 中的最小值, 单位为米 (m);

α ——相对V形切口深度。

w ——试样厚度, 单位为米 (m)

A.1.3.4.2断裂韧性 K_{Ic} , 按下式计算每个试样的断裂韧性:

$$K_{Ic} = \frac{F}{b\sqrt{w}} \cdot \frac{S_1 - S_2}{w} \cdot \frac{3\sqrt{\alpha}}{2(1-\alpha)^{1.5}} Y \quad (\text{A.2})$$

注: 三点弯曲试验中, $S_2=0$ 。

四点弯曲试验中, 用参考文献[1]、[5]和[10]。

$$Y = 1.9887 - 1.326\alpha - \frac{(3.49 - 0.68\alpha + 1.35\alpha^2)\alpha(1-\alpha)}{(1+\alpha)^2} \dots\dots\dots (A. 3)$$

三点弯曲试验中该公式取决于支撑跨度 S_1 与试样厚度的比值。

对 $S_1/w=10$, 用参考文献[1]、[5]和[10]。

$$Y = 1.9472 - 5.0247\alpha + 11.8954\alpha^2 - 18.0635\alpha^3 + 14.5986\alpha^4 - 4.6896\alpha^5 \dots\dots\dots (A. 4)$$

对 $S_1/w=7.5$ (即 $S_1=30\text{mm}$, $w=4$), 用参考文献[1]和[5]。

$$Y = 1.964 - 2.837\alpha + 13.7714\alpha^2 - 23.250\alpha^3 + 24.129\alpha^4 \dots\dots\dots (A. 5)$$

注: 此时无 α^5 。

对 $S_1/w=8$, 用参考文献[10]。

$$Y = 1.9381 - 5.0947\alpha + 12.3861\alpha^2 - 19.2142\alpha^3 + 15.7747\alpha^4 - 5.1270\alpha^5 \dots\dots\dots (A. 6)$$

对 $S_1/w=7$, 用参考文献[10]。

$$Y = 1.9322 - 5.1007\alpha + 12.3621\alpha^2 - 19.5510\alpha^3 + 15.9841\alpha^4 - 5.1736\alpha^5 \dots\dots\dots (A. 7)$$

对 $S_1/w=6$, 用参考文献[10]。

$$Y = 1.9230 - 5.1389\alpha + 12.6194\alpha^2 - 19.5510\alpha^3 + 15.9841\alpha^4 - 5.1736\alpha^5 \dots\dots\dots (A. 8)$$

对 $S_1/w=5$, 用参考文献[10]。

$$Y = 1.9109 - 5.1552\alpha + 12.6880\alpha^2 - 19.5736\alpha^3 + 15.9377\alpha^4 - 5.1454\alpha^5 \dots\dots\dots (A. 9)$$

式中:

K_{Ic} ——断裂韧性, 单位为 $\text{MPa}\sqrt{m}$

F ——断裂载荷, 单位为兆牛 (MN)

b ——试样宽度, 单位为米 (m)

w ——试样厚度, 单位为米 (m)

S_1 ——支点跨距, 三点和四点, 单位为米 (m)

S_2 ——四点弯曲内跨距, 单位为米 (m)

Y ——应力强度形状因子

注: 三点弯曲试验的公式与参考文献[1]、[5]和[10]中的一致。最初一些公式被限制应用在 $0.35 < a < 0.6$, 但它们的使用范围已经扩大到包括 $0.2 < a < 0.6$, 仅精度略有损失。

所有计算结果均保留三位有效数字。计算 K_{Ic} 的平均值和标准差, 并报告四舍五入到小数点后两位的结果。

A.1.3.4.3 校准计算值

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

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

三点弯曲的校准计算值 $K_{Ic}=7.07\text{MPa}\sqrt{m}$, 当:

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

上述所有计算单位均为兆牛 (MN) 和米 (m)。

表A.1 中列出了陶瓷的断裂韧性推荐值。

表A.1—固定修复陶瓷按预期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 $\text{MPa}\sqrt{m}$ (最小值)
----	--------	------------------------------------

GB30367-xxxx

1	a) 粘接粘固的用于单一单位前牙修复体、贴面、嵌体或高嵌体的全瓷。 b) 覆盖金属基底或陶瓷基底的陶瓷。	0.7
2	a) 粘接粘固的用于单一单位前牙或后牙修复体的全瓷。 b) 部分或全部覆盖的基底陶瓷, 用于单一单位前牙或后牙修复体, 采用粘接粘固。	1.0
3	a) 用于单一单位前牙或后牙修复体以及不涉及磨牙修复的三单位修复体的全瓷, 采用粘接或非粘接粘固。 b) 完全覆盖的基底陶瓷, 用于单一单位前牙或后牙修复体以及不涉及磨牙修复的三单位修复体, 采用粘接或非粘接粘固。	2.0
4	a) 涉及磨牙修复的三单位修复体的全瓷。 b) 完全覆盖的基底陶瓷, 用于涉及磨牙修复的三单位修复体。	3.5
5	用于四单位或四单位以上修复的全瓷, 或用于四单位或四单位以上修复的完全覆盖的基底陶瓷。	5.0

附录 B (资料性)

韦布尔统计

B.1 韦布尔统计

B.1.1 韦布尔分布

陶瓷的强度值通常不是以平均值为中心的正态分布,而是向高强度部分偏移。多数常见分布,如韦布尔两参数分布,可适用于偏态(非对称)分布和正态分布的数据。

韦布尔两参数分布函数根据以下关系将拉伸应力曲线下的面积(或体积)的累计失效概率(P_f)与两个参数估计值联系起来,即(i)韦布尔模量(见B.1.2的 m)和(ii)韦布尔特征强度(见B.1.3的 σ_0)。

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

B.1.2 韦布尔模量

韦布尔模量(m)是以失效概率的函数描述强度分布的形状(包括宽度)的参数。它与正态分布中的标准差相似,但意义相反,也就是说,假设 σ_0 相同,韦布尔模量越小,表明数据的分散性就越大。

B.1.3 韦布尔特征强度

韦布尔特征强度(σ_0)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.2 韦布尔强度参数的计算

韦布尔模量和特征强度由弯曲强度数值通过等级顺序统计(秩序统计)估算得到。

B.2.1 首先按升序对一批试样(至少15个,最好30个)的强度值进行排序,并根据排序为每个试样分配失效概率:

$$P_f = \frac{i - 0.5}{N} \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

i ——1,2,3,4.....第 i 个(试样)

N ——该批中试样的数量。

B.2.2 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。如图B.1所示,以 $\ln \ln[1/(1-P_f)]$ 为纵坐标(y 轴),对应的 $\ln \sigma$ 为横坐标(x 轴)作图。

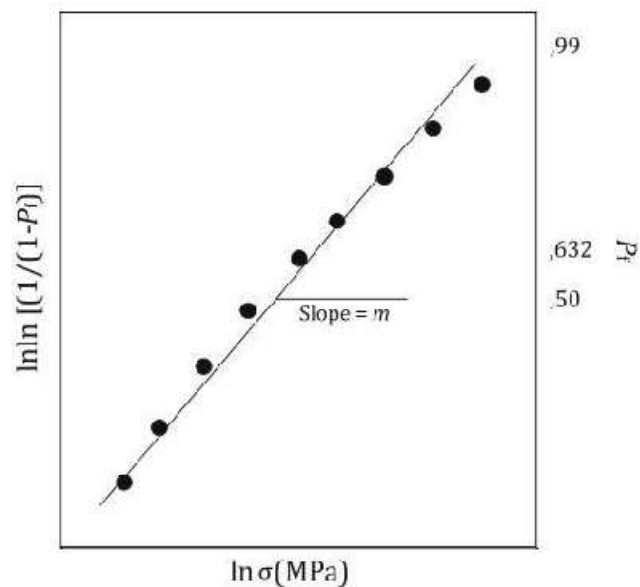


图 B. 1 韦布尔模量的测定

B.2.3 计算B. 2. 2中直线的线性回归拟合，即 $y=mx$ +常数。

宜进行回归，以使数据点与直线的垂直偏差的平方最小化。换句话说，将概率的双对数函数回归到应力的对数上。

B.2.4 韦布尔模量 m 等于线性回归拟合的斜率（即B.2.3 中的 m ）。

B.2.5 韦布尔特征强度 σ_0 通过在B.2.3中令 $y=0$ 来计算。设 $y=0$ ，求相应 x 值。因 $y=0$ 时， x 是特征强度的自然对数，并通过取 x 的指数来计算，即 $\sigma_0=e^x$ （ $\sigma=\sigma_0$ 时， $P=63.2\%$ ）。

B.2.6 韦布尔参数也可以根据 ISO 20501^[8]进行计算，它使用最大似然估计（MLE）程序。MLE 程序受到许多统计学家的青睐，因为它对韦布尔参数的估计给出了更严格的置信界限。 σ_0 的 MLE 估计与线性回归的估计几乎相同，但韦布尔模量可能略有不同。如果使用 ISO 20501 的 MLE 程序，则必须在报告中明确说明。

附录 C

(资料性)

钇稳定的四方氧化锆 (Y-TZP) 水热稳定性的评价方案

C.1 概述

本资料性附录是提供一份控制钇稳定氧化锆牙科产品水热稳定性 (通常称为耐老化性) 的方案。该方案可以应用于 3 mol.% 氧化钇掺杂的氧化锆 (通常称为 3Y-TZP) 以及组成中钇含量 (例如 4mol.%~6mol.%) 更高的产品。本附录的主要目的是评估牙科氧化锆对老化的敏感性, 介绍了一种给定的、具有代表性的表面处理方法及其对机械性能的潜在影响。因此, 可以认为它是对 ISO 13356 标准中所述的一种方法的补充和扩展。

注: 本方法源自参考文献 [12]。

C.2 试验样品及其制备

C.2.1 试验必须在双轴弯曲圆盘试样上进行。圆盘试样直径为 (14 ± 0.1) mm, 厚为 (1.2 ± 0.05) mm。平行度在 0.05 mm 以内。用 6 个圆盘研究老化敏感性 (从四方晶体向单斜晶体转换的数量), 30 个圆盘将用于力学试验 (双轴弯曲试验), 以比较老化前后的强度。

C.2.2 为了获得具有相关 (商业) 成分和表面状态的牙科氧化锆陶瓷, 试样必须在尽可能接近拟评估目标产品的条件下进行制备。“表面状态”是指通常用于生产 (产品) 给定的表面处理, (例如, 研磨、抛光或喷砂, 有或没有美观陶瓷层)。组成可以理解为特定的钇含量 (建议钇含量在 3mol.% 至 6mol.% 之间)。包括着色氧化锆。在测试样品的一侧应体现特殊表面状态。

C.3 试验方案

(氧化锆) 圆盘将在接收态下进行测试, 而无需进一步准备, 以便保持其相关的处理状态和准备状态。

C.3.1 加速老化

按照 ISO 13356 中已经描述的方案进行老化, 但老化时间更长, 以便深入了解更长的产品寿命。ISO 13356 建议将试样放在在 134°C 、2 巴 (200kpa) 的高压釜中 5h。根据文献, 这可能代表在体内几年的时间 [1]。而在本文件的建议方案中, 样品将在 134°C 、2 巴 (200kpa) 的温度下老化 10h。

注意, 老化将在高压釜中进行, 每次运行 10h, 试样暴露在蒸汽中 (样品不浸在水中, 但在水位以上。样品不被任何包装包裹, 而是直接与蒸汽接触)。

对 3 个试样进行老化, 以进行进一步的 SEM 和 XRD 测量, 从而获得重复性信息。后续将它们与接收态的 3 个圆盘进行比较。

对 15 个圆盘试样进行老化, 以进行进一步的力学测试 (双轴弯曲), 并与接收态的 15 个圆盘试样进行比较。

C.3.2 X射线衍射 (XRD) 和扫描电子显微镜 (SEM) 分析

根据 ISO 13356 (第 4.4.3 条) 中所述的方案, 用 XRD 对 3 个接收态圆盘和 3 个经过 10h 老化的圆盘进行表征。衍射图在 27° - 33° 的 2θ 范围 (扫描速度为 $0.2^\circ/\text{min}$, 步长为 0.02°) 获取。使用 Garvie 和 Nicholson 给出的公式 C.1 计算单斜含量:

$$X_m = \frac{I_{m(\bar{1}11)} + I_{m(111)}}{I_{m(\bar{1}11)} + I_{m(111)} + I_{t(101)}} \quad (\text{C.1})$$

式中:

X_m ——积分强度比;

$I_{m(hkl)}$ ——单斜相的 (hkl) 峰的面积;

$I_{t(hkl)}$ ——减去基线后四方相的 (hkl) 峰的面积。

这个单斜相 f 的实验体积含量通过以下公式 C.2 确定:

$$f = \frac{1,311 \leftrightarrow X_m}{1 + 0,311 \leftrightarrow X_m} \quad (C.2)$$

选择1个接收态样品和1个老化试样进行SEM观察(除非测量的XRD单斜含量分散性很大,在此情况下,所有3个老化试样均应纳入观察)。沿试样厚度切割,然后用1微米级金刚石膏打磨,然后最好(可用时)经离子抛光或用1微米级金刚石浆抛光,再用胶体二氧化硅(在后一种情况下,需要抛光时间短,1min~5min,以避免表面进一步偏向转变)。

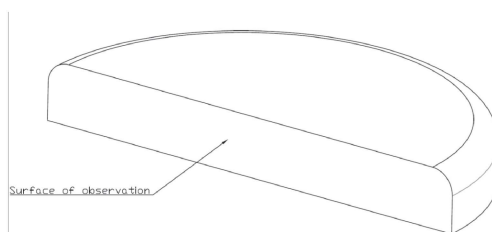


图 C.1 —表面观察

应优先在没有任何金或金属涂层的情况下进行,使用碳作为导电层观察或在低真空模式下不涂层或在低电压下不涂层进行观察。在SE(二次电子)和BSE(背散射电子)模式下进行观测,当阴极发光(CL)可用时,可以研究降解层的厚度(观察相转变-孪晶晶粒以测量单斜区深度,可观察到的微裂纹区深度)。报告中注明最佳观测条件(分辨率/散射/均匀性)以及降解层的厚度。在10个不同的位置测量相转变的厚度,在报告中报告其平均值和标准差。图 C.2 是转化层SEM观察的示例。

C.4 双轴弯曲强度变化

按照本文件第7.3.3条进行,采用冲压杆-三球结构,十字头速度为1 mm/min。按本文件7.3.3.4给出的公式计算强度。

对15个接收态圆盘试样和15个在高压釜中加速老化10h后的圆盘试样进行试验。

C.5 报告

试验报告应包括:

- 观察的3个试样中每个试样在134° C、2巴下加速老化10h前后的XRD单斜含量;
- 观察到的每个试样表面下的相转变区的厚度和微裂纹层的厚度,以及其平均值和标准差(在10个不同位置测量后);
- 老化前后的双轴弯曲强度和标准差。

注1: 双轴弯曲强度的变化可能是正的,也可能是负的。无论如何,力量的改变意味着材料随时间的某种演变。

注2: 氧化锆可以上釉或贴面。在这种情况下,XRD检测结果可能不相关(如果釉料/贴面厚度大于5μm),因为与氧化锆相关的峰将观测不到。然而,在这种情况下,扫描电镜观察可能仍然是可能的。

注3: 有15个接收态试样和10h老化的方式不足以提供足够精度的韦布尔模量。因此,可以参考本文件附录B韦布尔模量测量,测试至少30个试样,以提供老化前后的韦布尔模量的比较。

参考资料: DEVILLE, S., GREMILLARD., CHEVALIER, J. and FRANTOZZI, G. *Critical comparison of methods for the determination of aging sensitivity in biomedical Yttria Stabilized Zirconia*, J. Biomed. Mater. Res., part B, applied biomaterials, Vol. 72.b, No.2, pp. 239-245, 2005

下面这两张显微照片是用两个 SEM 探测器显示转变区的特征。图片来源: Douillard T, Reveron H,

Chevalier J, MATEIS, UMR CNRS 5510, France

EHT 1 KeV - E-T 探测器 (SE2) EHT 3 KeV - CL 探测器(60 μm HC, SS 12)

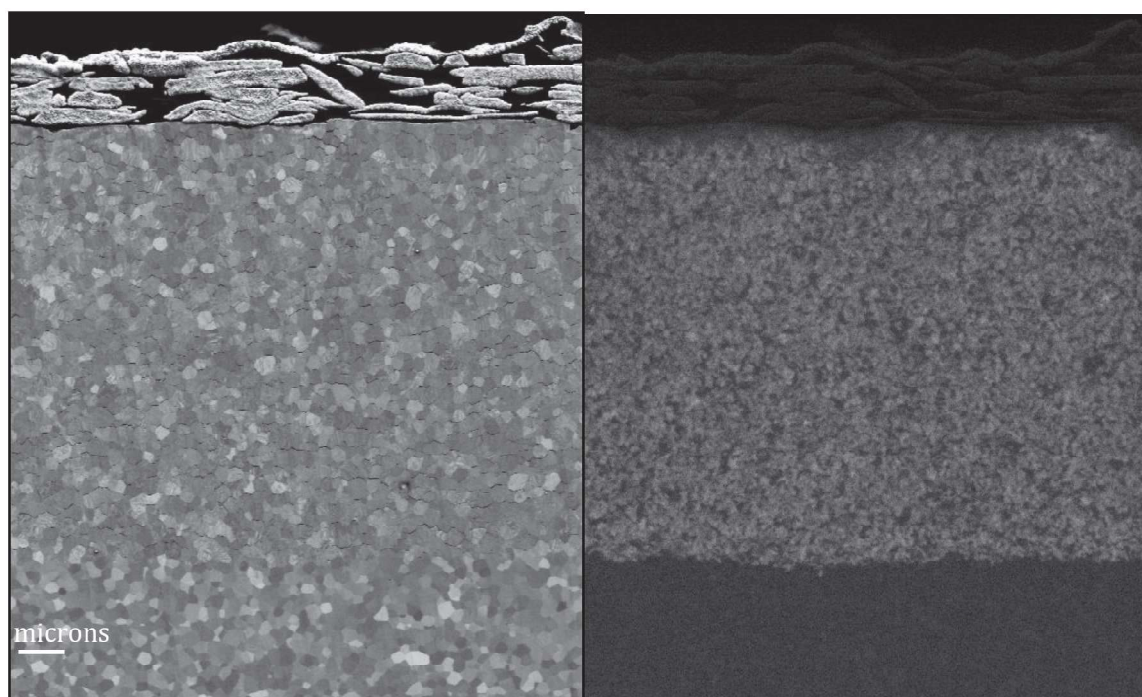


图 C.2——均匀转变层的示例，通过 SEM 在 SE 模式下在低电压下观察（左）和用 CL 检测器观察（右），显示了表面下的转变区/微裂纹区

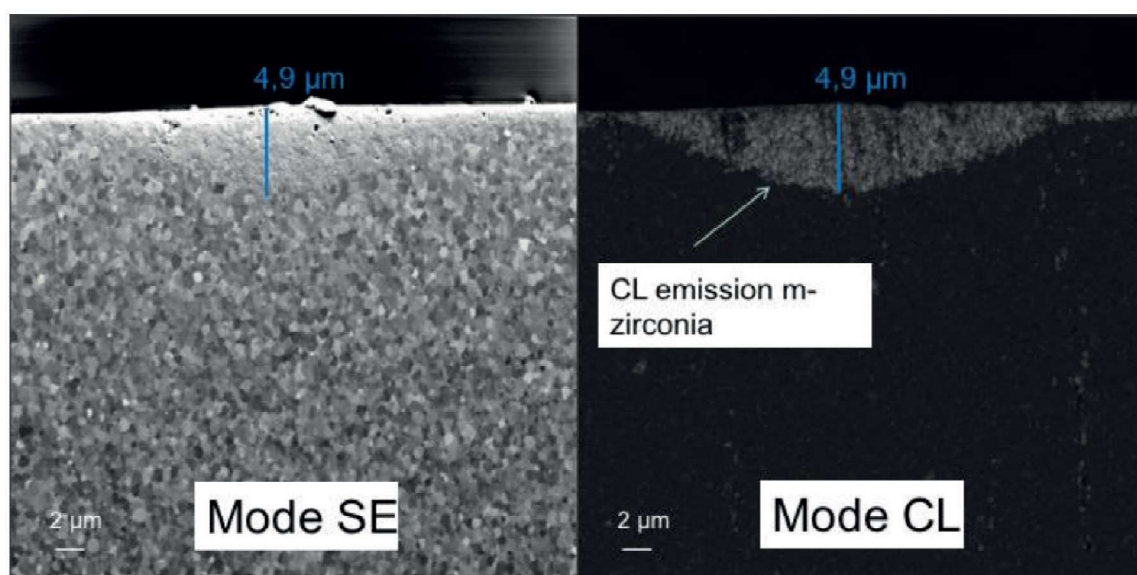


图 C.3——更不均匀的转变层的示例和在一个位置对转变区厚度测量的示例。通过 SEM 在 SE 低电压模式中观察（左）和用 CL 检测器观察（右）

来源: *Douillard T, Reveron H, Chevalier J, MATEIS, UMR CNRS 5510, France*

GB30367-xxxx

参考文献

- [1] ISO 23146, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics — Single-edge V-notch beam (SEVNB) method*
 - [2] ISO 6486-1, *Ceramic ware, glass ceramic ware and glass dinnerware in contact with food — Release of lead and cadmium — Part 1: Test method*
 - [3] ISO 7405, *Dentistry — Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry*
 - [4] ISO 10993-1, *Biological evaluation of medical devices — Part 1: Evaluation and testing within a risk management process*
 - [5] ISO 15732, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by single edge precracked beam (SEPB) method*
 - [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] ISO 20501, *Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Weibull statistics for strength data*
 - [9] ISO 10993-14, *Biological evaluation of medical devices — Part 14: Identification and quantification of degradation products from ceramics*
 - [10] ASTM C1421-01b, *Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature*
 - [11] Kubler J. J. "Round Robin on fracture toughness of ceramics using the SEVNB method," VAMAS Report #37, ESIS #D2-99, EMPA, Dubendorf, CH, 1999
 - [12] DEVILLE, S., GREMILLARD., CHEVALIER, J. and FRANTOZZI, G. *Critical comparison of methods for the determination of aging sensitivity in biomedical Yttria Stabilized Zirconia, J. Biomed. Mater. Res., part B, applied biomaterials, Vol. 72.b, No.2, pp. 239-245, 2005*
 - [13] ISO 18675 *Dentistry Machinable ceramic blanks.*
-