

中华人民共和国医药行业标准

YY 0621-XXXX

代替YY 0621.1-2016和YY/T 0621.2-2020

牙科学 金属-陶瓷和陶瓷-陶瓷
体系匹配性试验

Dentistry- Compatibility testing for metal-ceramic and ceramic-ceramic
systems

(ISO 9693:2019, MOD)

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家药品监督管理局发布

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 YY 0621.1-2016 《牙科学 匹配性试验 第1部分：金属烤瓷修复体系》和 YY/T 0621.2-2020 《牙科学 匹配性试验 第2部分：陶瓷-陶瓷体系》。

与 YY 0621.1-2016 和 YY/T 0621.2-2020 相比，除编辑性修改外，主要技术性变化如下：

——将生物相容性从要求中移到引言，因该条款无具体方法和指标要求（见引言，YY 0621.1-2018 的 4.1，YY/T 0621.2-2020 的 4.1）。

——因生物相容性在要求条款中的删除，第4章仅剩物理性能要求，因此将“4.2 要求”改为“4 要求”，其下所有序号依次变化；

——增加剥离试验仅适用于拉伸弹性模量 ≤ 250 GPa 的陶瓷基底材料的说明（见 4.3.2 中的注，YY 0621.1-2016 的 4.2，YY/T 0621.2-2000 的 4.2.3）；

——增加了对金属陶瓷体系进行热冲击试验的新要求，可以依据两个方法之一进行试验（见 4.4）；

——将“若遮色底瓷、牙本质瓷和牙釉质 瓷分别有不同的色泽，则各种瓷分别取等量不同色泽样品的混合物进行试验。”改为“对具有多种颜色/色调的产品，采用最常用的颜色/色调进行试验”（见 5.3，YY 0621.1-2016 的 5.2）；

——增加了失效标准是力突然下降 5% 或更多（见 6.4.3.1）；

本文件修改采用 ISO 9693：2019 《Dentistry-Compatibility testing for metal-ceramic and ceramic-ceramic systems》。本文件与 ISO 9693:2019 技术差异如下：

——将 4.1 生物相容性内容移到引言。因该条款无具体方法和指标要求（见引言）；

——因 4.1 的删除，第4章仅剩物理性能要求，因此将“4.2 要求”改为“4 要求”，其下所有序号依次变化。

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总局提出。

本文件由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会（SAC/TC 99）归口。

本文件的历次发布情况如下：

——YY 0621-2008 《牙科金属烤瓷修复体系》

——YY 0621.1-2016 《牙科牙科学 匹配性试验 第1部分：金属烤瓷修复体系》

——YY/T 0621.2-2020 《牙科学 匹配性试验 第2部分：陶瓷-陶瓷体系》。

引 言

牙科饰面瓷和金属合金或基底陶瓷是制造牙科修复体的合适材料。若作为义齿修复体结构行使功能，则饰面瓷和基底材料在机械负荷和热负荷下的匹配性至关重要。

本文件仅关注饰面瓷烧制到金属或陶瓷基底材料的匹配性。无论是金属基底还是陶瓷基底上的牙科饰面瓷本身的测试，已经包含在 ISO 6872 中，ISO 6872 已经转化为 GB 30367《牙科学 陶瓷材料》。某些条款适用于所有材料（例如线胀系数的测量）。

本文件给出了与咀嚼力和口腔环境相关的失效风险评估的要求和试验方法。

本文件中未包括证明无不可接受生物危害的具体定性和定量测试方法，但建议在评估可能的生物学危害时，参考 GB/T 16886.1 和 YY/T 0268

牙科学 金属-陶瓷和陶瓷-陶瓷体系匹配性试验

1 范围

本文件规定了评估用于牙科修复体的饰面瓷和金属或陶瓷基底材料之间热力学匹配性的要求和试验方法。

本文件仅适用于组合使用的材料。对单一材料不能声称符合要求。

陶瓷材料的要求见 ISO 6872。金属材料的要求见 ISO 22674。

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。

ISO 1942 牙科学 名词术语(Dentistry-Vocabulary)

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

ISO 22674:2016, 牙科学 固定和活动修复用金属材料 (Dentistry — Metallic materials for fixed and removable restorations and appliances)

3 术语及定义

ISO 1942、ISO 6872 和 ISO 22674 中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

饰面瓷 (veneering ceramic)

应用在基底材料上的，被烧制的陶瓷层的全部结构。

3.2

预处理 (conditioning)

处理基底以增加与饰面瓷 (3.1) 结合的过程。

3.3

底衬 (liner)

应用于基底（下部结构）的物质，在合适的时间和温度条件下烧制，能够改善饰面瓷的美观和/或增加与所涂覆的基底结构表面之间的结合。

4 要求

4.1 总则

单个组成材料应符合 ISO 6872 对陶瓷或 ISO 22674 对金属材料的要求。如果适用，材料还应符合 4.2~4.4 的要求。

YY 0621××××

特别是，应确定基底材料的弹性模量，以解释脱粘接试验中的测量结果。

4.2 热膨胀

基底陶瓷和饰面瓷的热膨胀系数应依据 ISO 6872 测试。

金属基底材料的热膨胀系数应依据 ISO 22674 测试。

饰面瓷和基底材料必须采用相同的方案进行测试（例如：同样的最低温度）。

试验按照 6.1 进行。

注：将线热膨胀系数的测量值与制造商声称值进行比较可以作为质量控制的一种手段，但这些值不能保证陶瓷或金属基底与饰面瓷是匹配的。

4.3 剥离/萌生裂纹试验

4.3.1 金属基底材料

金属基底材料与至少一种指定的牙科饰面瓷的剥离/萌生裂纹强度应大于 25 MPa。

按照 6.4 进行试验。

4.3.2 陶瓷基底材料

对于陶瓷-陶瓷组合，该试验仅适用于氧化锆-饰面瓷。

陶瓷基底材料与至少一种指定的牙科饰面瓷的剥离/萌生裂纹强度应大于 20MPa。

按照 6.4 进行试验。

注：根据 6.4，剥离试验仅适用于拉伸弹性模量 ≤ 250 GPa 的材料。因此排除了一些坚硬的陶瓷材料，如氧化铝。

4.4 抗热冲击性

应按照 6.5.3 或 6.5.4 完成至少一次抗热冲击的热循环试验，并按照第 7 章报告结果。

5 取样

5.1 金属基底材料

样品应足够，以满足按本文件制备试样。所有金属材料均应来自同一批次，且未曾使用过。

5.2 陶瓷基底材料

样品应足够，以满足按本文件制备试样。所有陶瓷材料均应来自同一批次。

5.3 饰面瓷

样品应包含足够数量的饰面瓷，以满足按照本文件进行的所有试验，包括根据 ISO 6872 进行的试验。对具有多种颜色/色调的产品，采用最常用的颜色/色调进行试验。所有被试样品均应来自同一批次。

6 试验方法

6.1 线胀系数

6.1.1 金属材料

金属材料的试验方法应根据 ISO 22674:2016 中 8.13 (GB 17168—2013 中 8.8)。

6.1.2 陶瓷材料

陶瓷材料的试验方法应根据 ISO 6872:2015 中 7.4 (GB30367—2013 中 7.4)。

6.2 玻璃化转变温度

玻璃化转变温度应根据 ISO 6872:2015 中 7.5 (GB30367—2013 中 7.5) 确定。

6.3 杨氏模量

金属材料弹性模量的试验方法应根据 ISO 22674:2016 中 5.5 (GB17186—2013 中 5.4.4)。

6.4 剥离 / 萌生裂纹试验

6.4.1 仪器

6.4.1.1 用于三点弯曲试验的**弯曲强度试验机**，两支点间跨距为 (20 ± 0.1) mm，十字头速度 (1.5 ± 0.5) mm/min。支点和压头刃口应倒圆至曲率半径为 (1.0 ± 0.1) mm，并应由硬度大于 40 HR (洛氏 C 级) 的硬化钢或其他硬质材料制成，表面光滑，粗糙度小于 $0.5 \mu\text{m Ra}$ 。

6.4.1.2 **烧结炉**，按照制造商的推荐，适合将饰面瓷烧制到基底的炉子。

6.4.2 试样制备

按照制造商对修复体基底的加工制作程序，制备 6 个试样 (6 个金属或 6 个氧化锆)，尺寸为 $(25 \pm 1) \text{ mm} \times (3 \pm 0.1) \text{ mm} \times (0.5 \pm 0.05) \text{ mm}$ 。按照使用说明书描述的程序对试样进行预处理 (例如清洁、喷砂、氧化)。

在将陶瓷应用于试样之前，根据制造商的推荐校准烧结炉并试烧制陶瓷材料，以获得适当的饰面瓷材料烧制程度和光泽度。如有必要，调整烧制温度或保温时间。

按照使用说明，将饰面瓷添加到每个试样上，使烧制后形成的陶瓷总厚度为 (1.1 ± 0.1) mm (见图 1)。陶瓷层应呈长方形并铺满整个 3mm 宽的基底。

若需要，再额外添加牙科饰面瓷以获得所需的厚度和形状，并再次烧制。用砂片仔细修整矩形外形。必要时，从基底结构的侧面去除陶瓷材料以保持其整体形状。

按制造商使用说明书对每个试样进行上釉烧结。

单位: mm

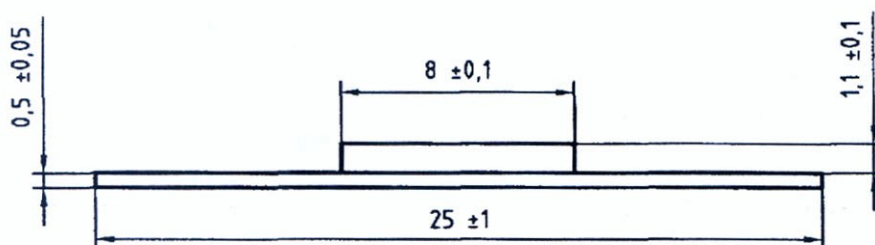


图 1 试样示意图

6.4.3 断裂力值的测定

6.4.3.1 试验步骤

YY 0621××××

将烧制完成的试样放在弯曲试验机上，饰面瓷对称地位于加荷面的反面。以 $(1.5 \pm 0.5) \text{ mm/min}$ 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裂纹而失效时的断裂力 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。

失效标准是力突然下降 5% 或更多。

6.4.3.2 剥离 / 萌生裂纹强度的评价

6.4.3.2.1 总则

将断裂力 F_{fail} 乘以系数 k 。系数 k 可从图 2 中读取。系数 k 是金属或陶瓷基体的厚度 d_z (0.5 ± 0.05) mm 和所用金属或陶瓷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 由公式 (1) 计算：

$$\tau_b = k \times F_{\text{fail}} \quad (1)$$

若 6 个试样中有 4 个或 4 个以上的试样符合本文件 4.3 的要求 ($\geq 66\%$ ，相当于 66% 符合要求)，则该体系该项试验合格。

若仅有 2 个或 2 个以下试样符合要求，则该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，则该体系该项试验合格 (即 12 个中 8 个以上符合或 66% 符合要求)。

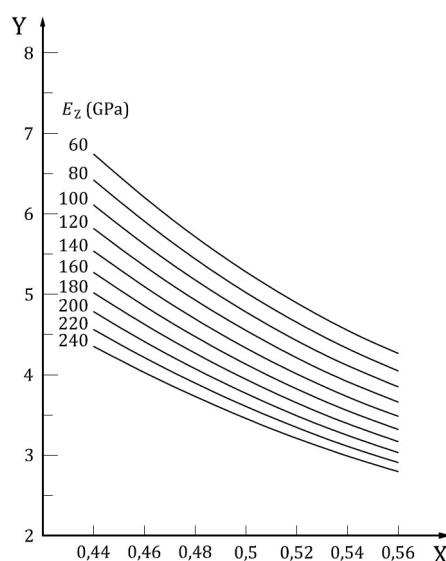


图2 确定系数 k 的曲线，系数 k 是基底厚度 d_z 和基底材料的杨氏模量 E_z 的函数

图中：

X d_z [mm]
Y k [mm⁻²]

6.4.3.2.2 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 (进行数值) 计算得出。

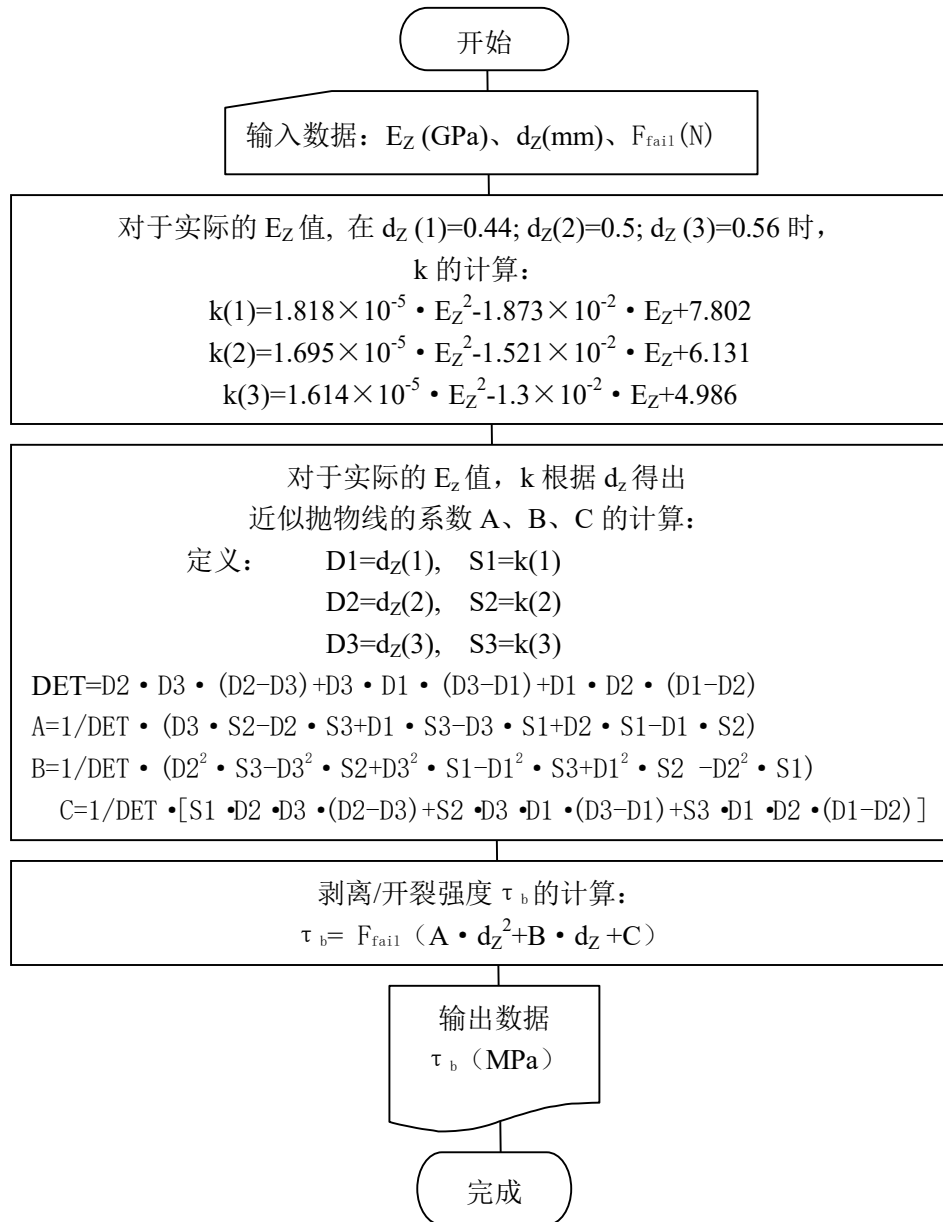


图3 剥离/开裂强度数值计算流程图

6.4.4 试验报告

按照第7章准备试验报告。

6.5 热冲击试验

6.5.1 概述

下面两个试验过程(6.5.3 和 6.5.4)可以作为如何正确进行试验的示例。然而具体试验设置可以根据被试材料组合和涉及的实验室的总体经验做相应修改。整个详细的试验设置和结果应作为试验报告的一部分(见第7章)。

6.5.2 试样制备

按照使用说明书制备至少1个三个单元的饰面瓷修复体(桥体,牙位11~13或14~16);或者如果没有明确是多单元的,则制备至少5个前牙冠(牙位11或21)。将饰面瓷在基底上至少烧制两次。

注:牙位的数字标示是依据ISO 3950。

6.5.3 固定温度差的冷热循环试验

6.5.3.1 器具

6.5.3.1.1 冷水槽 装有保持在 $(10 \pm 10)^\circ\text{C}$ 冷水的容器。

6.5.3.1.2 沸水槽 装有保持沸点水的容器。

6.5.3.1.3 网篮 可以使试样在容器之间快速转移,并能保证试样浸水时,试样与网篮的壁或底部均不发生接触。

6.5.3.2 试验步骤

- 将试样放入网篮中,使他们互不接触或不处于应力作用下。
- 将网篮放入沸水中,持续 $(30 \pm 5)\text{s}$ 。第一次执行此步骤时,该步骤被视为第一次热冲击。
- 在3s内,将网篮从沸水中转移至冷水中,并保持 $(30 \pm 5)\text{s}$ 。第一次执行此步骤时,该步骤计为第二次热冲击。
- 重复步骤b)和c)至少8次或直到材料明显失效。在3s内在容器之间转移试样。
- 最后一次浸水后,取出试样并干燥。
- 按照6.5.3.3检查试样。

6.5.3.3 检查

用光学显微镜放大10倍,在透射照明下检查每个试样是否有裂纹。

如果试验后没有即刻观察到裂纹,则在48h后再次检查,观察是否有迟发性裂纹。

6.5.3.4 试验报告

按第7章准备试验报告。

6.5.4 增大温度差的冷热循环试验

6.5.4.1 器具

6.5.4.1.1 冷水槽 通过外部温度控制元件保持水温 $(10 \pm 10)^\circ\text{C}$ 的容器。

6.5.4.1.2 加热炉(热空气) 能够将温度保持在 $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$ 到至少 $(165 \pm 5)^\circ\text{C}$ 之间。

6.5.4.1.3 网篮 可以使试样在冷水槽和加热炉间快速转移,并能防止试样浸没于水中时,试样与网篮的壁或底部发生接触。

6.5.4.2 试验步骤

- 将试样放入网篮中,使他们互不接触或不处于应力作用下。
- 将网篮放入加热炉中使试样加热到 80°C ,并保持至少10min。这个过程不计为热冲击。
- 在3s内,将网篮中的试样转移至冷水中,保持 $(30 \pm 5)\text{s}$ 。该步记为一次热冲击。
- 将试样从冷水中取出干燥。室温下,用光学显微镜放大10倍,在透射照明下检查试样裂纹。如果没有明显裂纹,继续步骤e)。如果任何试样出现裂纹,则按照6.5.4.3报告结果。
- 将炉温提升 $(12.5 \pm 2.5)^\circ\text{C}$,然后重复步骤b)~d)。

进行试验，直到所有试样最终失效（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，以上述两种现象中任何一个先出现为准。

可以使用高于 80℃ 的初始炉温。

注：炉内保持时间为 10 min，旨在确保试样具有均匀的温度。

6.5.4.3 试验报告

按照第 7 章准备试验报告。

7 试验报告

准备试验报告并报告以下内容：

- a) 被试材料的标识，包括产品名称和批号；
- 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 测得的基底材料的线胀系数；
- d) 按 6.4 获得的特征剥离强度：
 - 1) 试样的尺寸和厚度比；
 - 2) 用于测量分析的弹性模量 E_z 的值；
 - 3) 每次测量的结果 (MPa)；
- e) 热循环试样的制备细节，包括简图或带有标尺的照片，表明基底结构和饰面瓷的相对厚度；
- f) 根据 6.5.3（如适用）在固定温度差下进行热循环试验得到的结果，包括以下内容：
 - 1) 详细的试验设置，包括试样 (6.5.2) 的数量和制备、器具(6.5.3.1) 和步骤 (6.5.3.2)；
 - 2) 试验过程中失效的试样数量，包括他们失效时的热冲击次数；
 - 3) 在试验后立即检查发现失效的试样数量；
 - 4) 试验结束后 48 h 检查失效的试样数量；
- g) 根据 6.5.4（如适用）增大温度差的热循环试验结果，包括以下内容：
 - 1) 本试验所用试样的尺寸和厚度比；
 - 2) 详细的试验设置，包括试样 (6.5.2) 的数量和制备、器具(6.5.4.1) 和步骤 (6.5.4.2)；
 - 3) 有多少试样是在哪个温差下失效（以及经过多少次热冲击）；
- h) 负责人和检测实验室的名称；
- i) 检测报告日期及负责人签字；
- j) 对本文件的引用，即 ISO 9693:2019。

参考文献

- [1] ISO 3950, Dentistry — Designation system for teeth and areas of the oral cavity
 - [2] ISO 6892-1, Metallic materials — Tensile testing — Part 1: Method of test at room temperature
 - [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
-