

ICS XXX
CCS C XXX



中国医疗器械行业协会
China Association for Medical Devices Industry

团 体 标 准

T/CAMDI 001—2023

增材制造（激光选区熔化）口腔修复体纯钛 支（桥）架

Additive Manufacturing (Selective Laser Melting) Pure Titanium Framework for Dental Prosthesis

（征求意见稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中国医疗器械行业协会 发布

目 次

前言	II
引言	III
1 范围	I
2 规范性引用文件	I
3 术语和定义	I
4 要求	2
5 取样	4
6 试样制备	4
7 试验方法	6
8 信息和使用说明书	9
9 标识和标签	10
参考文献	10

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。

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。

本文件由中国医疗器械行业协会增材制造医疗器械专业委员会提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件指导专家：

增材制造医疗器械专委会

引 言

增材制造技术（Additive Manufacturing, AM）作为口腔修复体制作的一种新型方法，正在逐渐融入口腔医学的各个领域，并有逐渐取代传统的口腔修复体制作方法（如失蜡包埋铸造，数控切削加工等）的趋势。纯钛作为生物惰性材料，具有极佳的生物相容性、耐腐蚀性、比强度高、无磁性、质量轻，已用于口腔牙列缺损或缺失的修复治疗。激光选区熔化（Selective Laser Melting, SLM）技术在口腔修复体的金属支（桥）架制作领域具有较大的优势。它可以自由成型高度个性化、定制式的口腔修复体金属支架，而且成本更低，材料消耗更少，一次可以成型多个修复体金属支（桥）架。因此，为了保证 SLM 增材制造口腔修复体金属纯钛支（桥）架的质量，满足口腔临床修复体用金属支（桥）架的基本要求特制定本文件。

本文件不包含对可能的生物学危害的定性和定量的要求，本文件推荐在评价可能的生物学危害时，请参见 YY/T 0268 和 GB/T 16886。

增材制造（激光选区熔化）口腔修复体纯钛支架

1 范围

本文件规定了增材制造技术（SLM）制作的固定修复体或可摘修复体纯钛金属支（桥）架满足口腔临床应用的一般要求和检测方法等。

本文件适用于激光选区熔化工艺制造的口腔固定修复体或可摘修复体纯钛金属支（桥）架。

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 1479.1 金属粉末 松装密度的测定 第1部分 漏斗法检测标准

GB/T 4340.1 金属材料 维氏硬度试验 第1部分：试验方法

GB/T 5314 粉末冶金用粉末 取样方法

GB/T 13298 金属显微组织检验方法

GB/T 35351 增材制造 术语

GB/T 9937 牙科学 名词术语

GB/T 10610 产品几何技术规范(GPS) 表面结构 轮廓法 评定表面结构的规则和方法

GB/T 17168 牙科学 固定和活动修复用金属材料(Dentistry-Metallic materials for fixed and removable restoration and appliance)

YY/T 0528 牙科学 金属材料腐蚀试验方法 (Dentistry -Corrosion test methods for metallic materials)

ISO 9693 牙科金属烤瓷修复体系 (Metal-ceramic dental restorative systems)

3 术语和定义

GB/T 35351、GB/T 9937 和 GB/T 17168 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

成型室 Build chamber

增材制造系统中，用于试件成型制造的密闭空间。

3.2

激光选区熔化 Selective Laser Melting (SLM)

利用高能量的激光束，按照预定的扫描路径，扫描预先铺覆好的金属粉末，将其完全熔化，冷却凝固后成型的一种技术。

3.3

支（桥）架 Framework

用于支撑修复体的刚性框架结构。通常是用金属材料制作，固定或支撑在天然牙或牙科种植体基台上。通常可分为固定修复体支撑的桥架和可摘修复体连接的支架。

3.4

三维扫描 3D Scanning

获得物体表面三维标志 X, Y, Z 轴形状、大小的三维数字化方法，并通过软件将收集的点信息转化为数据资料。

3.5

精准度 Accuracy

测试结果与真实值之间的一致性程度。它包含了真实性（Trueness）和精密度（Precision）。

3.6

真空热处理 Vacuum Heat Treatment

通过真空热处理，消除激光选区熔化制造过程中金属内部产生的残余应力，降低薄壁试件的翘曲变形，提高金属材料的延展性。

4 要求

4.1 纯钛粉末（Pure Titanium Powder）

4.1.1 化学成分

制造商应标注粉末中的主要组成元素，报告精度 0.1%（质量分数）。任何超过 0.1%（质量分数），但不超过 1.0%（质量分数）的元素应通过名称或符号标识。粉末中钛元素的含量应 >99.0%。

4.1.2 有害元素

按 7.1.1 试验，应符合 GB/T 17168 中 5.2 的规定。

4.1.3 粉末松装密度

按 7.1.3 试验，纯钛粉不小于 $2.4\text{g}/\text{cm}^3$ 。

4.1.4 粉末包装随附文件、使用说明书、标识和标签

在本文件 8 和 9 中规定的所有要求都应包括并且准确，如果需要详细的说明或推荐，这些说明和推荐应足以达到其目的。

4.2 SLM 纯钛金属支（桥）架

4.2.1 成型室氧含量

增材制造系统中制造口腔修复体的成型室内，氧含量应严格控制在 $1.0 \times 10^{-3}\text{ppm}$ 以下，并在激光熔化纯钛金属粉末的全过程中均有高纯度氩气（99.99%）保护。

4.2.2 表面粗糙度

按 7.2.1 试验，打印后的试样（SLM 纯钛金属支（桥）架组织面）表面粗糙度满足临床要求。

4.2.3 密度

按 7.2.2 试验，应符合 GB/T 17168 中的 5.5 的要求。

4.2.4 机械性能

4.2.4.1 硬度

按 7.2.3.1 试验，SLM 纯钛的维氏硬度应不低于 150HV。

4.2.4.2 拉伸性能

按 7.2.3.2 和 7.2.3.3 试验，根据临床口腔修复体的使用类别和实验室研究结果，参照金合金在临床使用的强度要求，拟推荐下列数值。

修复体类型	抗拉强度 (R_m) MPa	屈服强度 ($R_{p0.2}$) MPa	断后延伸率
固定修复体 SLM 纯钛桥架	>350	>280	>25
可摘修复体 SLM 纯钛支架	>450	>380	>15

4.2.5 精准度

按 7.2.4 试验，采用逆向工程设计软件测试 SLM 纯钛实体金属支（桥）架与原有设计数字模型之间的差异，固定修复体纯钛桥架与基台（基牙）的适配性误差小于 $50\mu\text{m}$ ；可摘修复体纯钛支架与基牙的适配性误差均应小于 $100\mu\text{m}$ 。

4.2.6 耐腐蚀性

按 7.2.5 试验，应符合 GB/T 17168 中的 5.6 的要求。在 $(37\pm 1)^\circ\text{C}$ 的温度下， $7\text{d}\pm 1\text{h}$ 的时间内，金属材料释放到指定溶液中的金属离子总量不得超过 $200\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 。

4.2.7 抗变色性

只有在包装随附文件的“信息”中声明纯钛支架“抗变色”时，此要求才适用。

4.2.8 生物相容性

参见引言。

5 取样

粉末生产企业对粉末取样应符合 GB/T 5314 的规定。

样品量应能满足 6.3 制备试样所需，并且所取样品应是同批次的。此外，包装信息、使用说明书、标识和标签符合本文件 8 和 9 的要求。

6 试样制备

6.1 概述

按照产品包装随附文件和制造商使用说明书制备所有试样。

应充分考虑打印方向对性能的影响，拉伸性能、弯曲性能、耐腐蚀性。应制备两套试样，即试样长轴平行于打印生长方向（z 轴方向）和试样长轴垂直于打印生长方向（x 轴或 y 轴方向）。两个打印方向的两套试样性能均应符合相应条款的规定。

试样制备者应提供所用打印设备相关信息和主要打印参数（至少包括：激光功率、扫描速度、打印间距、光斑直径、铺粉层厚等）。

制造商提供的打印设备相关信息和主要打印参数应是经过确认，打印的产品性能应满足本文件的所有要求，如果更换打印设备和主要打印参数，则打印的产品性能应按 4.2 重新确认。

6.2 后处理

6.2.1 真空热处理

如果制造商推荐进行真空热处理，则应按照制造商使用说明书中规定的真空热处理条件进行热处理。为了保证 SLM 纯钛试样的质量，本标准推荐使用高真空热处理退火工艺，真空室内真空度应低于 $1.0 \times 10^{-3} \text{Pa}$ ，快速升温至 650°C ，保持 2h 后，真空保护下冷却至室温。

6.2.2 磨光、抛光处理

SLM 试样的制备应按照临床修复体使用要求采用钨钢磨头进行磨光，磨光后的试样采用电化学或等离子抛光，同时在进行表面处理过程中，勿使试样变形和表面污染。

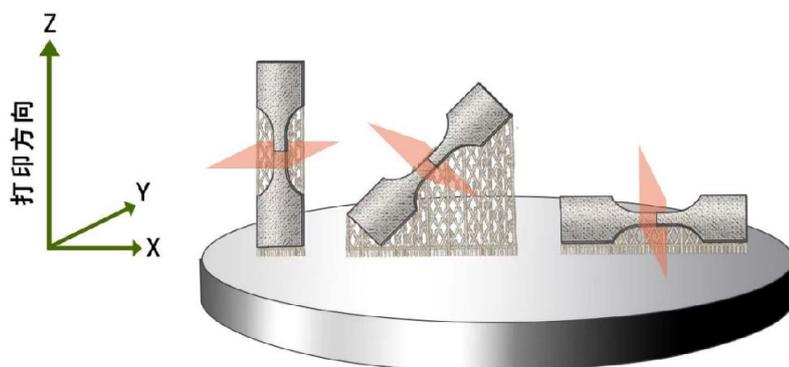
6.3 表面粗糙度

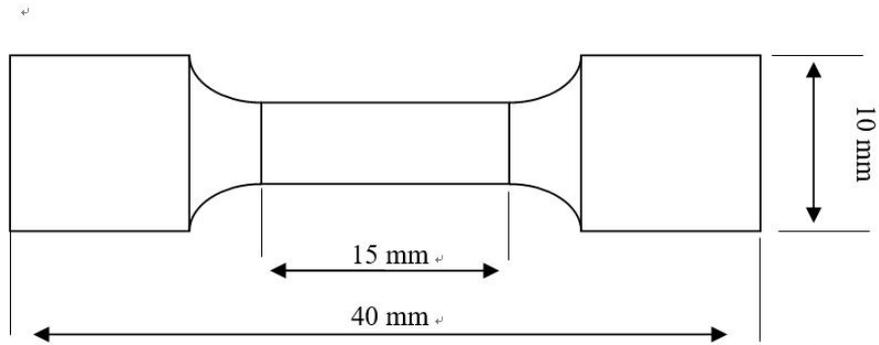
取三个不同打印支撑方向的拉伸试样，表面标明构建方向与水平面方向。打印 z 轴构建方向，xy 轴水平面方向。按照 6.2.1 进行热处理，各制备 3 个试样。

6.4 机械性能

6.4.1 拉伸强度

参照 GB/T 17168 中 7.3 和本文件 7.2.3.2 的要求，制作如下图所示的桨叶性试样。分别以试样长轴平行于打印生产方向（z 轴方向）、试样长轴垂直于打印生长方向（x 轴或 y 轴方向）、试样长轴与打印生长方向成 45° 交角，分别制备 3 套试样（每套 3 个试样）。试样按照 6.2.1 进行真空热处理。热处理完成后去除试样上的打印支撑，再用 1200 目碳化硅砂纸磨光试样。





注：打印试样拉伸测试区的规格 2mm×3mm×15mm

6.4.2 断后延伸率

选用合适的电子引伸计在试样标定区域内（15mm）进行测定。

6.5 耐腐蚀性

按照 GB/T 17168 中 7.7 的规定进行制样（34mm×13mm×1.5mm）。分别以试样长轴平行于打印生长方向（z 轴方向）和试样长轴垂直于打印生长方向（x 轴或 y 轴方向）各制备 2 片试样。试样按照 6.2.1 进行真空热处理，热处理后的试样逐级打磨、抛光至镜面。

6.6 抗变色性

根据 YY/T 0528 中 4.3.6 要求制备试样测试循环抗变色性；
根据 YY/T 0528 中 4.4.6 要求制备试样测试静态抗变色性。

7 试验方法

7.1 金属粉末

7.1.1 化学成分和有害成分

按照 GB/T 17168 中 8.2 试验，应符合 4.1.1 和 4.1.2 的规定。

7.1.2 包装随附文件、使用说明书、标识和标签

检查是否符合本文件 8 和 9 的要求。

7.1.3 粉末的松装密度

按照 GB/T 1479.1 的规定试验，应符合 4.1.3 的规定。

7.2 SLM 纯钛金属支（桥）架打印件

在进行表面粗糙度、密度、硬度、夹杂物试验过程中，为了避免因重复制样而给试样制备者带来

经济上的负担，可以使用同一组样品进行多项目试验。试验次序是，先进行表面粗糙度测试，然后再进行密度、硬度、夹杂物的测试。

7.2.1 表面粗糙度

按 6.3 制备试样，参考试样表面所标明构建方向（z 轴）正方向，扫描方向（xy 轴），用两个方向（z 轴，xy 轴）进行试验。按照 GB/T 10610 的规定试验，测量被测表面的 Ra 值。3 个试样均应符合 4.2.2 的规定。

7.2.2 密度

SLM 制备 5 个试样 $\varnothing 5\text{mm} \times 5\text{mm}$ ，按照 GB/T 17168 中 8.4 的规定试验，试样均应符合 4.2.3 的要求。相对密度达到 99.5%。

7.2.3 机械性能

7.2.3.1 硬度

将按 7.2.1 完成试验后的试样，参考试样表面所标明的 z 轴正方向，分别以试样长轴平行于打印生长方向（z 轴方向）和试样长轴垂直于打印生长方向（x 轴或 y 轴方向）各选取一个测试面，按 GB/T 13298 规定的程序，对选取的测试面进行打磨抛光。

按照 GB/T 4340.1 中的规定试验。

分别在每个试样的两个测试面进行试验，3 个试样的所有 6 个测试面均应符合 4.2.4.1 的规定。

7.2.3.2 拉伸强度

按照 GB/T 17168 中 8.3 的规定试验，应符合 4.2.4.2 的要求。

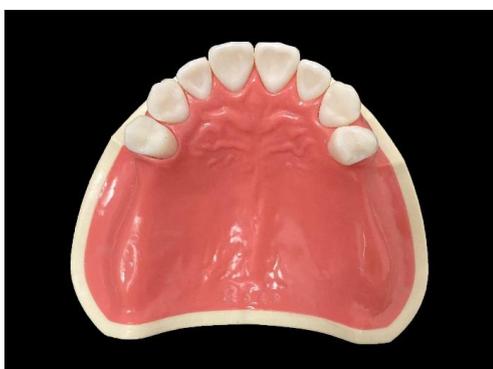
7.2.3.3 延伸率

按照 GB/T 17168 中 8.3 的规定试验，断裂后延伸率均应符合 4.2.4.2 的要求。

7.2.4 精准度测量

7.2.4.1 可摘修复体纯钛金属支架精准度

按下列图 A1 准备模型，经扫描转化为数字模型 B1，在 CAD 软件上设计成可摘修复体金属支架数字化模型 C1；经 SLM 制造成纯钛金属支架，扫描 SLM 纯钛金属支架实体，转化为数字化模型 D1。采用逆向工程软件拟合 SLM 纯钛金属支架实体扫描模型 D1 和原有设计模型 C1，计算其最大差异 E1。



A1 标准模型



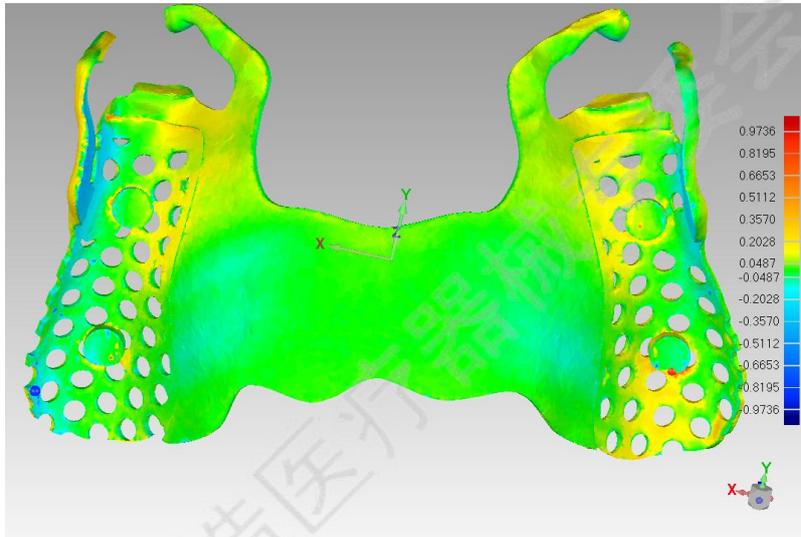
B1 数字化模型



C1 数字化设计试件



D1 SLM 实体扫描模型



E1 最佳拟合分析

7.2.4.2 固定修复体纯钛金属桥架精准度

按下列图 A2 准备模型，经扫描转化为数字模型后，在 CAD 软件上设计成固定修复体金属桥架数字化模型 B2；经 SLM 制造成纯钛金属桥架，再扫描 SLM 纯钛金属桥架实体，转化为数字化模型 C2。采用逆向工程软件拟合 SLM 纯钛金属桥架实体扫描模型 C2 和原有设计模型 B2，计算其最大差异 D2。



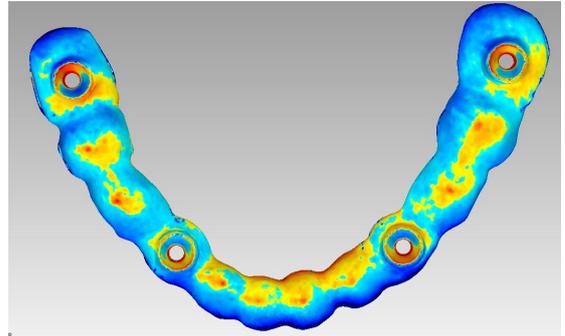
A2 标准模型



B2 数字化修复体设计



C2 SLM 实体扫描模型



D2 最佳拟合分析

7.2.5 耐腐蚀性试验

按照 YY/T 0528 中 4.1 静态浸没程序的耐腐蚀性试验要求进行。

7.2.5.1 试样的制备

根据 6.5 制作的试样。

7.2.5.2 试剂

符合 YY/T 0528 中 4.1.3 的试剂。

7.2.5.3 仪器

符合 YY/T 0528 中 4.1.4 的仪器。水 pH 计的灵敏度应为 ± 0.05 pH 单位。

7.2.5.4 试验溶液

根据 YY/T 0528 中 4.1.5，为每次试验准备一份新溶液。

7.2.5.5 试验程序

测定每个试样或样品的表面积，精确至 0.1 cm^2 。将试样浸入乙醇或甲醇中，并在超声波浴中清洗 2 分钟。用水冲洗试样，并用无水和无油压缩空气干燥。然后，按照 YY/T 0528 中 4.1.7 的测试程序。

在制备样品溶液的同时，制备对照溶液，以确定溶液中各元素的杂质水平。取第三个玻璃容器，加入与用于制备样品溶液的体积大致相同的溶液。记录所用体积，精确到 0.1 ml 。关闭容器以防止蒸发。在 $(37 \pm 1)^\circ \text{C}$ 下保持 $7 \text{ d} \pm 1 \text{ h}$ 。

7.2.5.6 分析

使用具有足够灵敏度的仪器（例如 AAS 或 ICP-OES）进行定量分析溶液中元素。

7.2.5.7 数据处理

对于每个元素，从测试溶液中获得的值中减去对照溶液中元素的值。对于每个元素，将测量的金属离子释放量除以试样或样品的表面积。记录每个元素的值，单位为“7天内 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ”。使用这些值的总和获得总金属离子释放量。将两个试样的结果取平均值，报告此平均值。

7.2.6 硫化物变色试验（循环浸没）：按照 YY/T 0528 中 4.3 给出的试验方法。

7.2.6 硫化物变色试验（静态浸没）：按照 YY/T 0528 中 4.4 给出的试验方法。

8. 产品使用说明书

详细的使用说明书应作为包装随附文件由经销商及制造商提供给采购方。具体内容应包括：

- a) 支（桥）架加工和使用的建议和息；
- b) 如果纯钛支（桥）架用于制作钛-烤瓷修复体，应说明加工条件，并提供至少一种匹配（规定）的符合 ISO 9693 的陶瓷材料达到满意结合的说明；
- c) 如果纯钛支（桥）架用于制作钛-烤塑修复体，应说明加工条件，并提供匹配的烤塑材料说明。

9 标识和标签

9.1 标识

口腔修复体支（桥）架包装上应清楚标明制造商，以及产品名称。

9.2 包装标签

标签或包装的内插页上至少应包括以下信息：

- a) 制造商名称，以及地址；
- b) 明确产品作为口腔固定或可摘修复体使用，恰当地描述产品的用途；
- c) 产品编号；
- d) 包装内支（桥）架件数。

参 考 文 献

- [1] ISO 5832-2: 2018 Implants for surgery--Metallic materials-*Part 2* Unalloyed titanium.
- [2] ISO 10271:2020 Dentistry- Corrosion test methods for metal materials.
- [3] Edelmann A. Riedel L. Hellmann R. Realization of a Dental Framework by 3D Printing in Material Cobalt-Chromium with Superior Precision and Fitting Accuracy. *Materials* 2020;13, 5390.
- [4] ISO 5725-1:2023 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions.