



团 体 标 准

T/CAMDI 088—2022

牙科学 增材制造（光固化）氧化锆陶瓷 材料要求

Dentistry - Requirements for Additive Manufacturing (Vat Photopolymerization) of
Zirconia Ceramic Materials

2022-12-30 发布

2023-01-01 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 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 分类 2

5 要求 2

6 后处理 3

7 取样 3

8 试验方法 4

9. 信息和使用说明书 5

10. 包装、标识标签和运输贮存 6

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：温州医科大学附属口腔医院、嘉兴饶稷科技有限公司、上海富奇凡机电科技有限公司、成都科宁达材料有限公司、深圳市翔通光电技术有限公司、上海慧丰牙科技术有限公司、爱迪特（秦皇岛）科技股份有限公司、浙江迅实科技有限公司。

本文件主要起草人：麻健丰、姚永霞、王宣、李宁、陈闪闪、薛姗姗、张佳新、张思财。

本文件指导专家：卢秉恒、戴尅戎、王迎军、杨华勇、冷劲松、周永胜（组长）、于海洋（组长）、孙健（组长）、骆小平、袁墩、窦睿、杨晓庆、陈张伟、苏健、林继兴、吴甲民、王醴、徐昕荣、黄盛斌、熊宇、焦婷、刁静静、乔士冲。

引 言

氧化锆陶瓷材料具有良好的生物相容性、耐腐蚀性、耐磨损性以及美学性能，因此，在口腔修复领域中被广泛应用。目前口腔修复体中应用的氧化锆陶瓷材料通常通过减材制造技术获取。随着增材制造技术的发展，光固化增材制造氧化锆陶瓷材料对新型口腔修复材料的发展具有重要的推动作用，是口腔修复未来发展的重要方向。然而，光固化增材制造氧化锆陶瓷在原材料、成型工艺、烧结工艺及检测手段等方面与传统的减材制造氧化锆陶瓷材料存在较大差异，并且目前面向口腔修复领域的光固化增材制造氧化锆陶瓷材料还没有相应的标准。因此，建立相关标准对光固化增材制造氧化锆陶瓷在口腔修复领域的应用与推动产业发展具有重要意义。

牙科学 增材制造（光固化）氧化锆陶瓷材料要求

1 范围

本文件规定了通过光固化增材制造工艺成型的氧化锆陶瓷材料的术语与定义、陶瓷粉体原材料、陶瓷浆料、产品性能要求、试验方法、制造、标识标签、包装、运输和贮存的要求。

本文件适用于光固化增材制造技术成型的牙科氧化锆陶瓷材料生产质量提出的特殊要求，其他生产质量通用要求仍应满足《医疗器械生产质量管理规范》的相关规定，本文件不再重复阐述。

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 5314 粉末冶金用粉末 取样方法

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 9937 牙科学 名词术语

GB 15982 医院消毒卫生标准

GB/T 16886 医疗器械生物学评价

GB/T 25995 精细陶瓷密度和显气孔率试验方法

GB/T 27761 热重分析仪失重和剩余量的试验方法

GB 30367 牙科学 陶瓷材料

GB/T 33327 紫外光固化涂料 贮存稳定性的评定

GB/T 35351 增材制造 术语

YY/T 0268 牙科学 口腔医疗器械生物学评价 第1单元：评价与试验

YY/T 1715 外科植入物 氧化钇稳定四方氧化锆（YTZP）陶瓷材料

ISO 19613 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Measurement of viscosity of ceramic slurry by use of a rotational viscometer

3 术语和定义

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

3.1 氧化锆陶瓷浆料 zirconia ceramic slurry

由氧化锆陶瓷粉末、溶剂、光引发剂和其他的一些添加物（包括交联剂、分散剂、消泡剂等）等组成的一种满足增材制造要求的浆状物。

3.2 氧化锆陶瓷浆料的粘度 viscosity of zirconia ceramic slurry

氧化锆陶瓷浆料流体内阻碍一层流体与另一层流体作相对运动的特性的度量。

3.3 氧化锆陶瓷浆料的固相含量 solids content of zirconia ceramic slurry

氧化锆陶瓷浆料中固相成分的总和占氧化锆陶瓷浆料总质量的比例，以质量分数表示。

3.4 氧化锆陶瓷浆料的贮存稳定性 storage stability of zirconia ceramic slurry

氧化锆陶瓷浆料在规定条件下贮存，保持稳定的时间。

3.5 氧化锆陶瓷生坯的脱脂 debinding of zirconia green body

按照氧化锆陶瓷浆料规定的脱脂工艺，去除增材制造陶瓷坯体所含树脂材料的加工过程。

3.6 氧化锆陶瓷的烧结 sintering of zirconia ceramic

对经增材制造氧化锆陶瓷牙科生坯，在脱脂完后，采用一定的烧结程序和工艺，使陶瓷致密，并形成所需形状的加工过程。

4 分类

本文件参照 GB 30367，根据其临床用途，口腔固定修复用增材制造氧化锆陶瓷分为 4 类，其性能要求见表 1。

表 1. 固定修复陶瓷按临床用途的分类

分类	推荐临床用途	机械性能和化学性能		
		最小挠曲强度（平均值） MPa	断裂韧性（最小值） MPa·m ^{1/2}	最大化学溶解性 μg·cm ⁻²
1	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	2.0	100
2	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	300	3.0	100
3	包含磨牙的三单位修复体的基底陶瓷	500	3.5	100
4	包含四单位及四单位以上修复体的基底陶瓷	800	5.0	100

5 要求

5.1 氧化锆陶瓷粉体化学成分

按 8.1 试验，氧化锆与稳定剂总质量分数应 ≥99.0 wt%，其中稳定剂的摩尔分数在 3~5 mol% 之间（稳定剂为氧化钇、氧化铈等过渡金属或稀土金属氧化物中的一种或多种），其他成分总量不超过 1.0 wt%。

5.2 氧化锆陶瓷浆料

5.2.1 氧化锆陶瓷浆料的固相含量

按 8.2.2 试验，氧化锆陶瓷浆料的固相含量应满足产品性能要求（要求氧化锆浆料中氧化锆质量分数 ≥80 wt %，如各性能满足本标准，可适当降低固相含量条件）。

5.2.2 氧化锆陶瓷浆料的粘度

按 8.2.3 试验，应符合制造商提供的成型设备要求的粘度范围。

5.2.3 氧化锆陶瓷浆料的贮存稳定性

按 8.2.4 的实验方法试验, 氧化锆陶瓷浆料贮存至规定时间, 浆料不发生沉降、粘度变化等改变浆料性能的变化。

5.2.4 氧化锆陶瓷浆料的均匀性

按 8.2.5 规定的测定方法, 应符合打印成型需求。

5.3 增材制造氧化锆陶瓷试样

5.3.1 外观

增材制造氧化锆陶瓷试样按照制造商推荐的打印、脱脂烧结等流程处理后应符合产品设计制造的外观要求。

5.3.2 尺寸

按 8.3.2 试验, 烧结件与原始设计尺寸偏差 $\leq \pm 0.05$ mm。

5.3.3 致密度

按 8.3.3 试验, 烧结后试样致密度 ≥ 99 %。

5.3.4 挠曲强度

按 8.3.4 试验, 试样的挠曲强度应符合表 1 的要求。

5.3.5 线胀系数

按 8.3.5 试验, 试样的线胀系数应符合 GB 30367 中的要求。

5.3.6 断裂韧性

按 8.3.6 试验, 试样的断裂韧性应符合表 1 的要求。

5.3.7 化学溶解性

按 8.3.7 试验, 试样的化学溶解性应符合表 1 的要求。

5.3.8 放射性

按 8.3.8 试验, 临床应用前试样中铀 238 的活性浓度应 ≤ 1.0 Bq/g。

5.3.9 微生物限度要求

按 8.3.9 试验, 与最终产品相同的消毒/灭菌方法处理后细菌菌落总数应小于 20 CFU/件, 不得检出致病性微生物。

5.3.10 生物相容性

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, 参考 YY/T 0268 和 GB/T 16886。

6 后处理

后处理应保证产品以外的支撑结构完全去除, 同时所需功能结构保持完整。针对氧化锆陶瓷生坯的脱脂、氧化锆陶瓷的烧结等对产品性能产生影响的后处理工艺, 应配备随炉样件同步进行测试并做好记录, 应对测试结果与产品技术指标的一致性进行确认。

7 取样

生产企业对陶瓷粉体、浆料的取样应分别符合 GB/T 5314 和 GB/T 6680 的要求; 从同批号包装中抽取制备试样所需足够量的样品, 包括必要时重复试验所需样品; 所取样品应是同批次的。

8 试验方法

8.1 氧化锆陶瓷粉体

氧化锆陶瓷粉体的化学成分检测按照 YY/T 1715 规定试验,应符合 5.1 的规定。

8.2 氧化锆陶瓷浆料

8.2.1 生产环境

除生产厂家另有规定外,氧化锆陶瓷浆料的生产及试样制备应在适宜温度及无环境辐射活化条件下进行,若为冷藏保存的材料,试验前应使其达到制备温度后进行测试。

注:环境中的自然光和人造光源均能使这些材料活化。为了控制材料不被活化,试样制备应在有黄色滤光片过滤光源的暗室内进行。

8.2.2 氧化锆陶瓷浆料的固相含量

按照 GB/T 27761 的规定试验,升温至除 5.1 规定外物质的完全挥发温度,实验结束与开始测得样品质量的比值即固相含量,应符合 5.2.1 的要求。

8.2.3 氧化锆陶瓷浆料的粘度

按照 ISO 19613 的规定试验,应符合 5.2.2 的要求。

8.2.4 氧化锆陶瓷浆料的贮存稳定性

按照 GB/T 33327 的规定试验,应符合 5.2.3 的要求。

8.2.5 氧化锆陶瓷浆料的均匀性

按照生产商要求混合后,牙科氧化锆陶瓷粉末应均匀分散在光敏树脂等分散介质中。特别地,用于产生烧结后牙科氧化锆陶瓷颜色的无机颜料及染料等也应均匀分散在光敏牙科陶瓷浆料中。

8.3 增材制造氧化锆陶瓷试样

8.3.1 试样制备

按照产品包装随附文件(见 9.1)和制造使用说明书(见 9.2)制备所有试样。

打印浆料应充分搅拌均匀,不得引入杂质,无气泡残留。

生坯打印应充分考虑打印方向对性能的影响,挠曲强度、断裂韧性等测试样应制备两套,即试样长轴平行于打印方向(沿z轴方向)和试样长轴垂直于打印方向(沿x轴或y轴方向)。两种打印方向的两套试样性能均应符合 8.3.2 ~ 8.3.9 条款的规定。

试样制备应提供所用打印设备的相关信息和主要打印参数。

制造商提供的打印设备相关信息和主要打印参数应经过确认,打印产品性能应满足本文件的所有要求。

试样目测检查应无变形、开裂或破碎,无设计外的气孔、划痕等宏观缺陷。

8.3.2 尺寸

使用分辨率至少为 0.01 mm 的测量器具测量,测量尺寸与设计尺寸的偏差均应符合 5.3.2 的要求,且测试试样不少于 10 个。

8.3.3 致密度

按照 GB/T 25995 的规定试验,应符合 5.3.3 的规定。

8.3.4 挠曲强度

按照 GB 30367 的规定试验,应符合 5.3.4 的规定。

8.3.5 线胀系数

按照 GB 30367 的规定试验,应符合 5.3.5 的规定。

8.3.6 断裂韧性

按照 GB 30367 的规定试验,应符合 5.3.6 的规定。

8.3.7 化学溶解性

按照 GB 30367 的规定试验,应符合 5.3.7 的规定。

8.3.8 放射性

按照 GB 30367 的规定试验,应符合 5.3.8 的规定。

8.3.9 微生物限度要求

按照 GB 15982 的规定试验,应符合 5.3.9 的规定。

9. 增材制造用氧化锆陶瓷浆料信息和使用说明书

9.1 信息

以下信息应包括在包装随附文件中

氧化锆陶瓷浆料的组成:标明大于1.0% (质量分数)的陶瓷成分,精确至 0.1 %。

氧化锆浆料的描述,可参考第 3 部分和第 4 部分的术语和分类,例如:

- 牙科增材制造(光固化)氧化锆陶瓷浆料;
- 推荐最佳的氧化锆陶瓷生坯脱脂曲线、氧化锆陶瓷的烧结曲线;
- 推荐的储存条件;
- 推荐用于冠、桥、嵌体或者贴面具体的适用范围及禁忌症范围。

9.2 使用说明书

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

- 成型和加工的建议和信息;
- 应提供推荐的打印参数;
- 推荐的氧化锆陶瓷生坯的脱脂及氧化锆陶瓷的烧结工艺;
- 推荐的浆料连续使用时间;
- 在使用时避免皮肤接触浆料的建议;
- 避免加工过程中吸入尘粒;
- 戴防护手套,防护眼镜和防尘口罩,防止刺激眼睛、皮肤和呼吸系统。

10. 增材制造用氧化锆陶瓷浆料的包装、标识标签和运输贮存

10.1 包装

检验合格的光敏牙科陶瓷浆料应分装在无污染的、带密封盖可避光的瓶子中。

包装瓶应耐浆料腐蚀、不易破损。

瓶口应密封,然后装入包装箱中。包装瓶四周应填充安全物质。

10.2 标识标签

10.2.1 包装瓶标识标签

每瓶打印浆料均应贴上标签,至少注明以下信息:

- 产品的商品名或商标名;
- 制造商的名称、地址和/或经销商;
- 产品型号,分类、性能及用途(明确产品为增材制造专用,并根据第4部分的分类,恰当地描述产品的用途,应该与 9.1 中的描述相同);

- 产品的批号；
- 净重量，单位克（或千克）；或净体积，单位是毫升（或升）；
- 储存条件和时间；
- 生产日期；
- 产品条形码；
- 对潜在健康危害应有的基本警示。

10.2.2 包装箱标识标签

包装箱上应贴上标签，至少注明以下信息：

- 产品的商品名或商标名；
- 产品牌号；
- 产品批号；
- 瓶数和规格；
- 生产日期；
- 生产单位；
- “易碎”、“防潮”、“避光”和“防热”标志。

10.3 运输和贮存

10.3.1 运输

产品在运输过程中应防火、防潮、防热、防晒。有特殊要求时，需在订货合同中注明。

10.3.2 贮存

浆料不得露天堆放，一般在低温干燥条件下避光贮存。有特殊要求的，需供需双方协商，并在订货合同中注明，且定期检查贮存环境。
