



中华人民共和国国家标准

GB 30367—2025/ISO 6872:2024

代替 GB 30367—2013



牙科学 陶瓷材料

Dentistry—Ceramic materials

(ISO 6872:2024, IDT)

2025-03-28 发布

2027-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

 3.1 材料 1

 3.2 加工工艺 2

 3.3 性能 3

4 分型、分类及其标识 3

5 要求 4

 5.1 均匀性 4

 5.2 无外来异物 4

 5.3 I 型陶瓷的混合及压实性能 4

 5.4 理化性能 5

 5.5 收缩因子 5

6 取样 5

 6.1 I 型陶瓷 5

 6.2 II 型陶瓷 5

7 试验方法 5

 7.1 试样制备 5

 7.1.1 总则 5

 7.1.2 试样组分(I 型陶瓷) 5

 7.1.3 调和器具 5

 7.1.4 调和方法 6

 7.1.5 试样制备过程 6

 7.1.6 烧制 6

 7.2 牙科陶瓷的放射性 6

 7.2.1 试样准备 6

 7.2.2 计数步骤 6

 7.2.3 结果评价 6

 7.3 弯曲强度 6

 7.3.1 总则 6

 7.3.2 三点弯曲试验和四点弯曲试验 7

7.3.3 双轴弯曲试验(活塞-三球试验) 9

7.4 线胀系数 11

7.4.1 器具 11

7.4.2 试样制备(Ⅰ型和Ⅱ型陶瓷) 11

7.4.3 热膨胀测量 11

7.4.4 结果评价 12

7.5 玻璃化转变温度 12

7.5.1 操作步骤 12

7.5.2 结果评价 12

7.6 化学溶解性 12

7.6.1 试剂 12

7.6.2 器具 12

7.6.3 试样制备 13

7.6.4 试验步骤 13

7.6.5 结果计算和评价 13

8 信息和说明书 13

8.1 信息 13

8.1.1 通则 13

8.1.2 Ⅰ型陶瓷 13

8.1.3 Ⅱ型陶瓷 13

8.2 使用说明书 14

9 包装、标识和标签 14

9.1 包装 14

9.2 标识和标签 14

附录 A(资料性) 断裂韧性 15

附录 B(资料性) 韦布尔统计 21

附录 C(资料性) 钇稳定四方氧化锆(Y-TZP)水热稳定性评价方案 23

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—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了术语和定义(见 3.1、3.2、3.3, 2013 年版的 3.1、3.2、3.3)；
- 更改了陶瓷分类的描述(见表 1、表 A.1, 2013 年版的表 1、表 A.1)；
- 删除了要求中的“生物相容性”(见 2013 年版的 5.5)；
- 增加了“收缩因子”表述的要求(见 5.5)；
- 更改了对有多种色泽的瓷粉的取样的表述(见 6.1, 2003 年版的 6.1)；
- 删除了“采用 γ 能谱技术须注意排除干扰”(见 2013 年版的 7.2.2)；
- 更改了可测量载荷范围(见 7.3.2.1.1、7.3.3.1.1, 2013 年版的 7.3.2.1.1、7.3.3.1.1)；
- 增加了跨距测量的精度(见 7.3.2.1.2.1、7.3.2.1.2.2)；
- 将“挠曲强度试验固定装置”更改为“弯曲试验夹具”(见 7.3.2.1.2, 2013 年版的 7.3.2.1.2)；
- 对于薄试样，增加了对小厚度试样尺寸要求(见 7.3.2.2.1.1)；
- 增加了试样打磨方向和打磨时机的建议(见 7.3.2.2.1.1)；
- 试样制备增加了纵向研磨的建议，删除了“将试样在真空下和一个大气压的空气中至少各烧结 1 次。”(2013 年版的 7.3.2.2.2)；
- 增加了公式(3)及注(见 7.3.2.4.2)；
- 删除了由于试样尺寸的要求，对试样进行烧结的具体情况(见 2013 年版 7.3.3.2.1)；
- 增加了可以对“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)；
- 增加了“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)；
- 将热膨胀测量起始温度“从 25 °C 开始”更改为“从 25 °C 或 50 °C 开始”(见 7.4.3, 2013 年版的 7.4.3)；
- 将线胀系数测量范围“25 °C ~ 500 °C”改为“25 °C ~ 500 °C 或 50 °C ~ 500 °C”[见 7.4.3、7.4.4、8.2.2d), 2013 年版的 7.4.3、7.4.4、8.2.2d)]；
- 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 年版的 7.6.4)；
- 增加了计算公式(5)(见 7.6.5)；
- 增加了冷却速度[见 8.1.2a)]；
- 增加了对于需要进一步热处理的部分烧结陶瓷和玻璃陶瓷处理的建议(见 8.1.3)；
- 增加了预成的陶瓷片或陶瓷块的计量单位的数量[见 9.2.1e)]；
- 增加了部分烧结陶瓷材料的收缩因子[见 9.2.2c)]；

本文件等同采用 ISO 6872:2024《牙科学 陶瓷材料》。

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。

本文件由国家药品监督管理局提出并归口。

本文件及其所代替文件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

本文件未包括对无生物危害的具体定性和定量的要求,但建议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、建议,描述了相关的试验方法。
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。

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

注: GB/T 9937—2020 牙科学 名词术语(ISO 1942:2009,MOD)

ISO 3696 分析实验室用水规格和试验方法(Water for analytical laboratory use—Specification and test methods)

注: GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

ISO 13078 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)

ISO 13078-2 牙科学 牙科炉 第2部分:通过烧结上釉评估烧结炉程序的试验方法(Dentistry—Dental furnace—Part 2: Test method for evaluation of furnace programme via firing glaze)

ISO 13078-3 牙科学 牙科炉 第3部分:采用单独热电偶测量评估高温烧结炉的试验方法(Dentistry—Dental furnace—Part 3: Test method for the evaluation of high temperature sintering furnace measurement with a separate thermocouple)

3 术语和定义

ISO 1942 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

ISO 和 IEC 在以下网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 电子开放平台(电子百科、电工百科):<http://www.electropedia.org/>。

3.1 材料

3.1.1

着(彩)色牙本质瓷  chromatic dentin ceramic

色调(颜色)具有高强度或饱和度的牙本质瓷。

3.1.2

牙科陶瓷 dental ceramic

用于制作牙科修复装置和修复体的陶瓷材料。

3.1.3

牙本质瓷 dentine ceramic

轻微半透明、着色的牙科陶瓷(3.1.2),用于模拟牙科陶瓷修复体或修复装置中牙本质的自然外观。

3.1.4

牙釉质瓷 enamel ceramic

轻微半透明、着色的牙科陶瓷(3.1.2),用于模拟牙科陶瓷修复体或修复装置中的天然牙釉质。

3.1.5

荧光陶瓷 fluorescent ceramic

吸收辐射能并以不同波长带的辐射能形式发射的牙科陶瓷(3.1.2)材料,其全部或大部分波长超过所吸收能量(的波长)。

示例:吸收紫外线,发射蓝光。

3.1.6

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(3.1.2)材料。

3.1.7

成型液 modeling fluid

与牙科陶瓷(3.1.2)粉末混合的液体,以便在烧制前将其成型或塑型成所需的形状。

3.1.8

调整(修形)牙釉质瓷 modifying enamel ceramic

用于调整(修改)修复体的表面轮廓的牙釉质瓷(3.1.4)。例如,添加接触点,通常在比牙釉质瓷或牙本质瓷(3.1.3)更低的温度下烧制。

3.1.9

一体瓷块 monolithic ceramic

基本上由单一均匀材料制成的牙科陶瓷(3.1.2)。

注:可(染色技术)涂上一层薄薄的釉。

3.1.10

乳白色牙釉质瓷 opalescent enamel ceramic

含有微细颗粒的牙釉质瓷(3.1.4),其折射率与其所掺入的陶瓷基质明显不同。

注:这种材料散射较短波长的光(如蓝光),透射较长波长的光(如红光)。

3.1.11

可压铸块 pressable ingot

颗粒或铸块形式的牙科陶瓷(3.1.2),被设计采用专用熔炉,使铸块能够注入、铸造或压入到通过失蜡技术制备的模具中。

3.2 加工工艺

3.2.1

压实 condensation

在烧结前振动牙科陶瓷粉末的浆料以压实粉末牙科陶瓷(3.1.2)的工艺。

3.2.2

烧制 firing

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。

3.2.3

烧结 sintering

通过加热使生坯致密化和固结的过程，正在形成的多晶微结构的陶瓷颗粒内部和之间的原子运动，导致陶瓷颗粒的结合和接触界面的增加。

注：烧结可直接进行，也可通过第二阶段（例如，反应烧结和液相烧结）进行。

[来源：ISO 20507:2022,3.2.69]

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(3.1.2)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

T_g

玻璃在弹性和黏弹性行为之间转变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，牙科陶瓷被划分为五类。若为识别瓷粉而在陶瓷粉中添加颜色，宜使用表2中给出的颜色编码。

表1 按预期临床用途以及所需要的机械和化学性能规定值对修复和固定修复用陶瓷的分类

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)	化学溶解性 /($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) (见 7.6)
1	a)粘接粘固的用于单个单位前牙修复体、贴面、嵌体或高嵌体的一体瓷块；	50	<100
	b)覆盖金属基底或陶瓷基底的陶瓷	50	<100
2	a)粘接粘固的用于单个单位前牙或后牙修复体的一体瓷块；	100	<100
	b)全部覆盖的基底陶瓷，用于单个单位前牙或后牙修复体，采用粘接粘固	100	<2 000

表 1 按预期临床用途以及所需要的机械和化学性能规定值对修复和固定修复用陶瓷的分类（续）

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)	化学溶解性 ($\mu\text{g}/\text{cm}^2$) (见 7.6)
3	a)用于单个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一体瓷块,采用粘接或非粘接粘固;	300	<100
	b)全部覆盖的基底陶瓷,用于单个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	300	$<2\ 000$
4	a)用于涉及磨牙修复的三单位修复体的一体瓷块;	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	$<2\ 000$
5	用于四单位或四单位以上修复体的一体瓷块,或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陶瓷	800	<100

表 2 识别 I 型牙科瓷粉推荐的颜色编码

材料	颜色编码
牙本质瓷	粉色
牙釉质瓷	蓝色
荧光瓷	黄色
高着色牙本质瓷	橙色
乳白色牙釉质瓷	蓝色—绿色
调整(修形)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着色剂(用于颜色编码)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 试验,牙科陶瓷材料中铀 ^{238}U 的放射性活性浓度应不大于 $1.0\ \text{Bq}\cdot\text{g}^{-1}$ 。
- 5.2.3 表 2 所列的用于瓷粉颜色编码的任何着色剂,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

I 型牙科陶瓷与水或制造商推荐的成型液按 7.1.4 调和时,目测检查,牙科瓷粉不应结块或成颗粒状。

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。除所需的物理和化学性能外,还可报告其他重要的物理和化学性能,包括断裂韧性(见附录 A)、强度分布参数(见附录 B)和水热稳定性(见附录 C)。陶瓷的线胀系数与制造商标示值(见 8.2.2)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)相差应不大于 20 °C。

5.5 收缩因子

对于部分烧结材料,根据烧结前后尺寸相除计算得到的收缩因子[如 9.2.2c)所述]测量绝对不确定度应为 ± 0.002 。



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

根据本文件用于测试的所有材料应为同一批次。若牙科陶瓷有多种色泽,则使用最常用的颜色/色泽进行测试。

7 试验方法

7.1 试样制备

7.1.1 总则

具体描述见相应的试验方法。

I 型陶瓷试样(除另有说明或与本文件所述不一致外),7.1.2 中所述的,以及调和、压实和烧制的条件(7.1.3、7.1.4 和 7.1.5 以及 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,为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(推荐玻璃)制成。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)。能够以 50 Hz~60 Hz 的频率振荡,或符合制造商的说明。

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。避免剧烈搅拌以防糊状物中混入气泡,在调和过程中及调和后,观察糊剂是否符合 5.1 和 5.2.1 的要求。

7.1.5 试样制备过程

将牙科陶瓷糊剂过量填充入模具并振荡。当多余液体渗出试样自由表面时,在其表面放置一张吸水纸(或类似的吸水材料),一旦吸水纸饱和,应立即更换吸水纸,以不断除去多余液体。持续振荡和吸水,直到没有液体再析出,然后将试样自由表面用合适的器具(斜面玻璃载玻片最佳)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,以便进行均匀烧制。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针对给定试样的特定修复体或修复装置,这可能与说明书不同。

7.2 牙科陶瓷的放射性

7.2.1 试样准备

7.2.1.1 I 型陶瓷

按照 6.1 获取出厂态产品 50 g 是合适的。

7.2.1.2 II 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 50 g 粒径小于 75 μm 的粉末。

7.2.2 计数步骤

取 50 g 松散粉状试样,用中子活化法或 γ 能谱法测定 ^{238}U 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

可接受的三种弯曲试验方法是:

- a) 三点弯曲;
- b) 四点弯曲;
- c) 双轴弯曲(活塞-三球试验)。

7.3.2 三点弯曲试验和四点弯曲试验

7.3.2.1 试验器具

7.3.2.1.1 万能力学试验机

十字头速度 (1 ± 0.5) mm/min,能测量施加的载荷,其最大不确定度极限符合 ISO 7500-1。

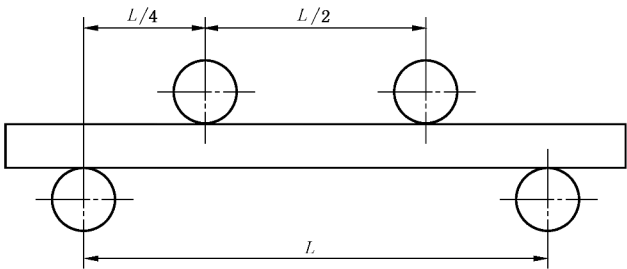
注：通常不需要超过 5 kN 的载荷。

7.3.2.1.2 弯曲试验夹具

7.3.2.1.2.1 三点弯曲夹具,包括两个直径 1.5 mm~5 mm(±0.2 mm)的支撑辊棒,两者中心的跨度为 12.0 mm~40.0 mm(±0.5 mm)。载荷由直径为 1.5 mm~5 mm(±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 40 HRC(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 μm 。测量支撑辊棒中心之间的实际间距(L)宜精确至 0.1 mm 以内。

7.3.2.1.2.2 四点弯曲夹具,由 1/4 点测试工装组成,使试件由位于距外支承辊棒总跨距(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为 1.5 mm~5 mm(±0.2 mm),两者中心的跨度 $L=16.0$ mm~40.0 mm(±0.5 mm)。支撑辊棒由硬度大于 40 HRC(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 μm 。两加载辊棒的材质、大小与支撑辊棒一致,加载辊棒位于两支撑辊棒跨距的四等分点(四分之一点处),形成的内跨距(图 1 中 $L/2$)为 8.0 mm~20.0 mm(±0.2 mm)。施加力的布局应确保对两加载辊棒施加相等的载荷,并且扭转载荷力最小。宜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。内跨距宜位于支撑跨距的中心,误差在 0.1 mm 以内。



注：力臂= $L/4$ 。

图 1 四点 1/4 弯曲夹具配置示意图

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

用于三点弯曲和四点弯曲试验的试样横截面为矩形,宜具有如图 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倒圆(磨圆),以尽量减少研磨损伤和碎裂。如果最终烧结后尺寸在下述范围内,则可在最终烧结前研磨边缘倒角。

试样尺寸:

宽度 $w=(4.0\pm0.2)$ mm(垂直于载荷方向的边长尺寸);

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

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

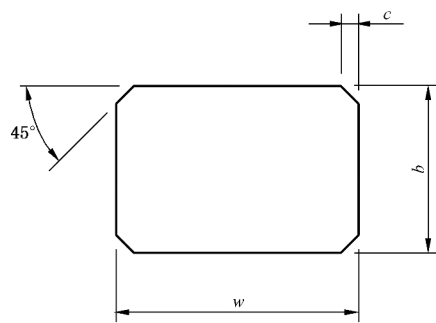


图2 试样截面尺寸示意图

7.3.2.2.1.2 试验参数

试验跨距:

对于四点弯曲, L , 单位为毫米(两外支撑辊棒之间的中心距, 见图 1。在指定的四点 1/4 配置中, 力臂 $= L/4$)。

对于三点弯曲, l , 单位为毫米(两支撑辊棒之间的中心距)。

断裂载荷, P , 单位为牛顿(N)。

试样长度应至少比试验跨距(L 或 l)长 $2b$ mm, 且厚度与长度之比(b/L 或 b/l)应小于或等于 0.1。

7.3.2.2.2 I 型陶瓷

按照 7.3.2.2.1 的规定, 制备至少 10 个, 最好是 30 个试样。使用适当尺寸的模具, 以补偿烧结和精加工引起的尺寸变化。按照因试样尺寸所需做适当修改的制造商的说明对试样进行烧制。研磨每个试样, 使制成的矩形试样符合 7.3.2.2.1 的规定。在标称粒度为 $30\ \mu\text{m} \sim 40\ \mu\text{m}$ 的金刚石嵌入介质上进行最终研磨, 用粒度为 $15\ \mu\text{m} \sim 20\ \mu\text{m}$ 的金刚石介质进行最终抛光。所有四个长面的研磨应尽可能平行于试样长轴纵向进行, 以尽量减少可能改变强度的研磨损伤。抛光并不总是能去除之前的研磨损伤, 除非抛光去掉了 $20\ \mu\text{m} \sim 30\ \mu\text{m}$ 的材料。确保试样的相对面平整且平行, 误差在 0.05 mm 以内。在适当的情况下, 只要形状和尺寸在规定的范围内, 就应对“烧制”试样进行测试(边缘或表面无须进一步研磨)。彻底清洁试件, 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 的尺寸规定, 制备至少 10 个试样, 最好是 30 个试样。若为机械加工而生产的(如可切削)陶瓷, 则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最终的测试试样。若适用, 只要形状和尺寸在规定的范围内, 就可对“烧制”的试样进行测试(无须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 ± 0.01 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 4 mm 宽的试样表面上。测定试样断裂所需的载荷, 数据精确至 ± 0.1 N。试验机十字头速度为 (1 ± 0.5) 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。平均值应大于或等于表1的要求。此外,如果测量了至少15个试样,宜按附录B报告韦布尔(Weibull)特征强度和韦布尔模数。

$$\sigma = \frac{3Pl}{2\gamma_{\text{eff}}h^2} \dots\dots\dots (1)$$

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。平均值应大于或等于表1的要求。此外,如果测量了至少15个试样,则宜按附录B报告韦布尔(Weibull)特征强度和韦布尔模数。

$$\sigma = \frac{3PL}{47\pi h^2} \dots\dots\dots (2)$$

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: 如果跨距使得加载点不是完全位于 $L/4$ 处, 则应使用公式(3)。

$$\sigma = \frac{3P(L_o - L_i)}{2\pi b^2} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

 L_0 ——外支撑辊棒跨距；

L_i ——内加载辊棒跨距。

7.3.3 双轴弯曲试验(活塞-三球试验)

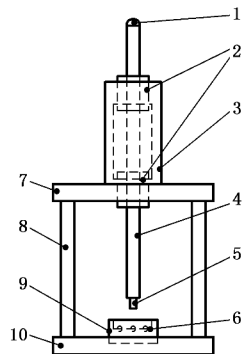
7.3.3.1 器具

7.3.3.1.1 万能力学试验机

十字头速度 (1 ± 0.5) mm/min,能测量 10 N~2 500 N($\pm 1\%$)之间的施加载荷。

7.3.3.1.2 双轴弯曲试验夹具

为支撑试样,应有 3 个同直径为 (4.5 ± 2) mm 的硬质钢球,它们以 120° 的角度分置于 1 个直径为 (11 ± 1) mm 的支撑圆环内。试样应同心地放置在这些支撑上,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 12.5 mm 钢球；
 - 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 ± 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 双轴弯曲试验夹具示意图

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，并用粒径 $15\ \mu\text{m} \sim 20\ \mu\text{m}$ 的金刚石磨料进行最终抛光。确保试样的两相对面平整且平行，且平行度误差小于 0.05 mm。彻底清洁试样，确保清除所有磨屑。若适用，只要形状和尺寸在规定的范围内，可对“烧制”的试样进行测试（无须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。按照 7.3.3.2.1 的规程研磨和抛光试样。若适用，只要形状和尺寸在规定的范围内，宜对“烧制”的试样进行测试（无须在边缘或表面进行进一步研磨）。

7.3.3.3 测试步骤

双轴弯曲强度试验，宜使用如图 3 所示的夹具。测量每个试样和所有其他相关变量的尺寸，精确至 ± 0.01 mm。然后将试样同心地放于试验机的支撑球上，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 0.05 mm），以均匀分布接触压力。

测定试样断裂所需的载荷，精确到 ± 0.1 N。十字头速度 (1 ± 0.5) 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。平均值应大于或等于表 1 的要求。此外，如果测量的试样数不少于 15 个，则宜按附录 B 报告韦布尔特征强度和韦布尔模数。

$$\sigma = -0.238 \, 7 P(X - Y)/b^2 \dots\dots\dots (4)$$

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)；
- X —— 计算方法见公式(5)；
- Y —— 计算方法见公式(6)；
- b —— 断裂起始处试样的厚度，单位为毫米(mm)。

$$X = (1 + \nu) \ln(r_2/r_3)^2 + [(1 - \nu)/2](r_2/r_3)^2 \dots\dots\dots (5)$$

$$Y = (1 + \nu)[1 + \ln(r_1/r_3)^2] + (1 - \nu)(r_1/r_3)^2 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- ν —— 泊松比(若陶瓷的泊松比未知，取 $\nu=0.25$)；
- r_1 —— 支撑圆环的半径，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：用于烧制 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 mm~50 mm，横截面积不超过 30 mm²。将 2 个试样在真空中烧制 1 次，再在大气压力下的空气中烧制 1 次。将另 2 个试样在真空中烧制 3 次，再在大气压力下的空气中烧制 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，使其平坦、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 15 min，使试样的温度与热膨胀仪炉腔的温度相同。

将试样的“预加载”设置为仪器制造商为测量陶瓷而规定的值。

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 ℃)，以便能够用作图法确定 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 25 ℃~500 ℃(或 T_g)或 50 ℃~500 ℃(或 T_g)之间的线胀系数。

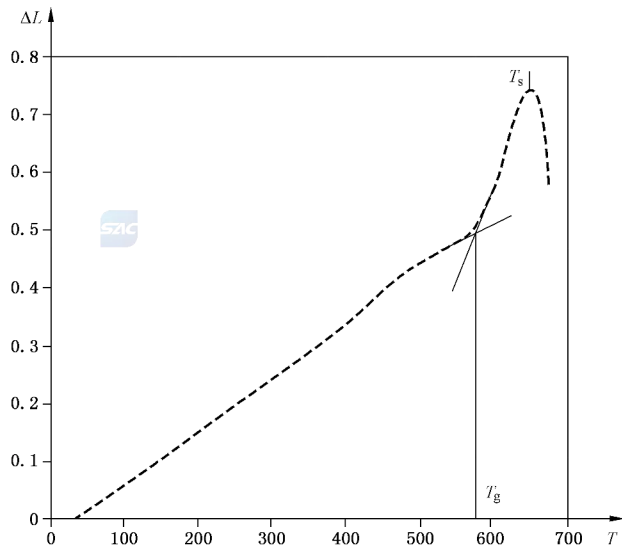
7.4.4 结果评价

报告 4 个试样(I 型陶瓷经 2 次烧制和 4 次烧制)在 25 ℃~500 ℃(或 T_g)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)。



标引符号说明:

- T —— 温度,单位为摄氏度(℃);
- ΔL —— 试样长度变化,单位为微米(μm);
- s —— 动态软化点;
- g —— 玻璃化转变点。

图 4 作图法确定玻璃化转变温度(T_g)的典型膨胀曲线

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,单位为摄氏度(℃)。

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 0.1 mg。

7.6.2.2 干燥箱:可控制温度在 $(150 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ 。

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。根据试样尺寸的需要,按照适当修改的制造商的说明烧制。制备的试样能自由暴露于测试液的总表面积至少为 30 cm²。

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 30 cm²。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表面进行合适的抛光,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±5) °C 干燥 4 h 后称重,精确至 0.1 mg。计算试样的总表面积,精确至 0.5 cm²。取一个 250 mL 耐热玻璃容器或多个 100 mL 的耐热玻璃或塑料瓶,内盛 100 mL 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)。预热至(80±3) °C 后将试样置于容器中。随即盖紧容器,并将其放入(80±3) °C 的烤箱中 16 h。用符合 ISO 3696 的 3 级水清洗试样,并置于(150±5) °C 烤箱干燥至恒重,再次称量试样。

7.6.5 结果计算和评价

按公式(7)计算试样单位表面积的质量损失,单位为微克每平方米(μg·cm⁻²)。检查是否符合表 1 的要求。

$$\frac{W_B - W_A}{SA}$$

..... (7)

式中:
W_B——化学溶解性挑战前试样的质量,单位为微克(μg);
W_A——挑战 16 h 并干燥后试样的质量,单位为微克(μg);
SA——试样的总表面积,单位为平方厘米(cm²)。

8 信息和说明书

8.1 信息

8.1.1 通则

制造商应在产品容器上或随附的资料中至少提供 8.1.2 和 8.1.3 中规定的信息。

8.1.2 I 型陶瓷

有关材料烧制条件的详细信息:
a) 烧制程序中的时间-温度循环(包括最终温度,保持时间以及加热和冷却的速度),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

的研磨和抛光设备类型的信息。

对于需要进一步热处理的部分烧结的陶瓷和玻璃陶瓷,应规定加热速率和保温时间,温度和保温时间分配应在依据 ISO 13078, ISO 13078-2 和 ISO 13078-3 或等效标准校准的熔炉的允许范围内。

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 说明书应附有以下信息:

- 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 °C 或 50 °C 至 500 °C (或 T_g) 之间的线胀系数和 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,如与吸入陶瓷粉尘相关的警示;
- h) 本版使用说明书的生效日期。

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密闭容器内供应,容器不会污染也不允许内容物被污染。

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附着在容器上的标签上:

- 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) 所含瓷粉的最小净质量,单位为克(g);净体积,单位为毫升(mL);或者剂量单位的数量(例如,预成的陶瓷片或陶瓷块);
- f) 关于潜在健康危害(如有)的一般警示,如与吸入陶瓷粉尘相关的警示。

9.2.2 下列信息应清晰标记在 CAD/CAM 陶瓷块上:

- 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(烧结前除以烧结后)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特性,是材料的“固有”特性,可用来预测材料的其他性能,如强度(对缺陷尺寸和缺陷数量敏感)。因此,断裂韧性值可在结构陶瓷之间进行有意义的比较。表 A.1 列出了牙科陶瓷的最小断裂韧性值,宜由每种临床适应症证实。目前有许多方法可很好地估计断裂韧性,不同方法的操作难度各异。

本文件推荐采用 ISO 23146:2012 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 μm 的细晶材料的断裂韧性,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 23146:2012 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钇-四方多晶氧化锆陶瓷。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 7 μm 的切口时,SEVNB 法还是可用于测定平均晶粒尺寸小于 1 μm 细晶材料的断裂韧性^[17]。

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 方法可用于氧化钇稳定的四方多晶氧化锆。每种方法都有优缺点,可能需要一些经验才能轻松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,根据与维氏压痕角相关的表面裂纹长度估算韧性)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:用于在试样的一个表面切割加工初始切口。

A.1.2.3 单刃剃须刀片:与金刚石抛光膏一起用于细化 V 型切口。

A.1.2.4 三点或四点弯曲试验夹具:见 7.3.2。

A.1.3 试样制备

A.1.3.1 5 个横梁形试样

5 个横梁形试样,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:

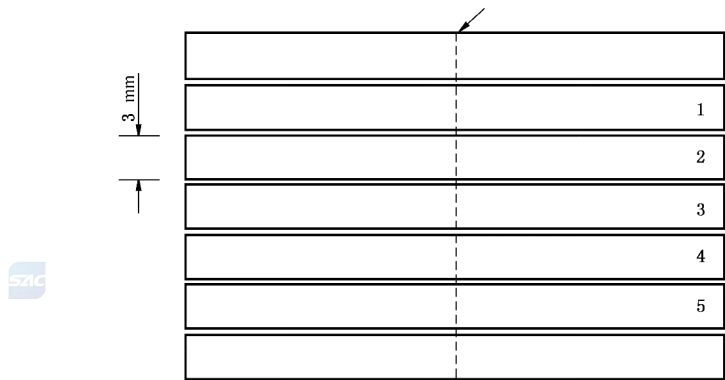
厚度: $w = (4.0 \pm 0.2) \text{ mm}$

宽度: $b = (3.0 \pm 0.2) \text{ mm}$

试样长度和支撑点跨距之间的差值应至少为试样厚度的两倍(例如,当 $w = 4 \text{ mm}$ 时为 8 mm)。该试样与强度试样成 90°角进行测试,使试样厚度超过试样宽度。

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),以便在金刚石锯中均匀切割。将宽为 3 mm 的面朝上,并固定样品,以便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)。

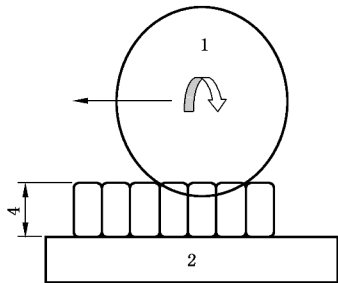


注：中间的垂直线(箭头)表示铅笔线。顶部和底部试样为模拟试样。

图 A.1 初始切口制备

将试样夹具安装到金刚石锯上,金刚石锯片的厚度与所用的剃须刀片的厚度相同或略厚,以便在抛光切口(如下所述)的过程中很好地引导刀片。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 0.5 mm。之后清洗试样,特别是清洗初始切口内的加工碎屑。

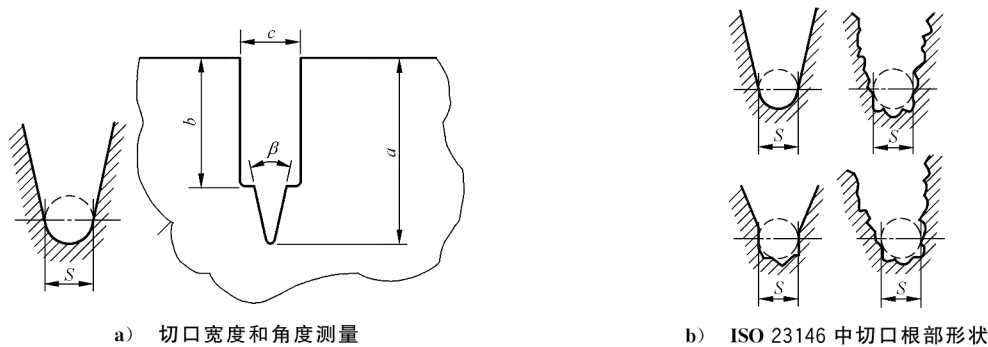
单位为毫米



标引序号说明：
1——金刚石锯；
2——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 $3\text{ }\mu\text{m}\sim 6\text{ }\mu\text{m}$ 的金刚石抛光膏,将剃须刀片放入初始切口中,轻微施加一定载荷(约 $5\text{ N}\sim 10\text{ N}$),前后往复直线运动加工制备 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, $a-c>b$, 如图 A.3 所示。从夹具中取出试样,用丙酮超声清洗。充分干燥试样,如加热至 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$,干燥 1 h 。



标引符号说明：

β ——约 30° 或者尽可能小；

S ——V 形切口根部宽度；

a ——0.8 mm~1.2 mm(V 型切口总深度)；

b ——约 0.5 mm(初始切口深度)；

c ——剃须刀片宽度, $a-b>c$ 。

图 A.3 V 形切口的几何示意图

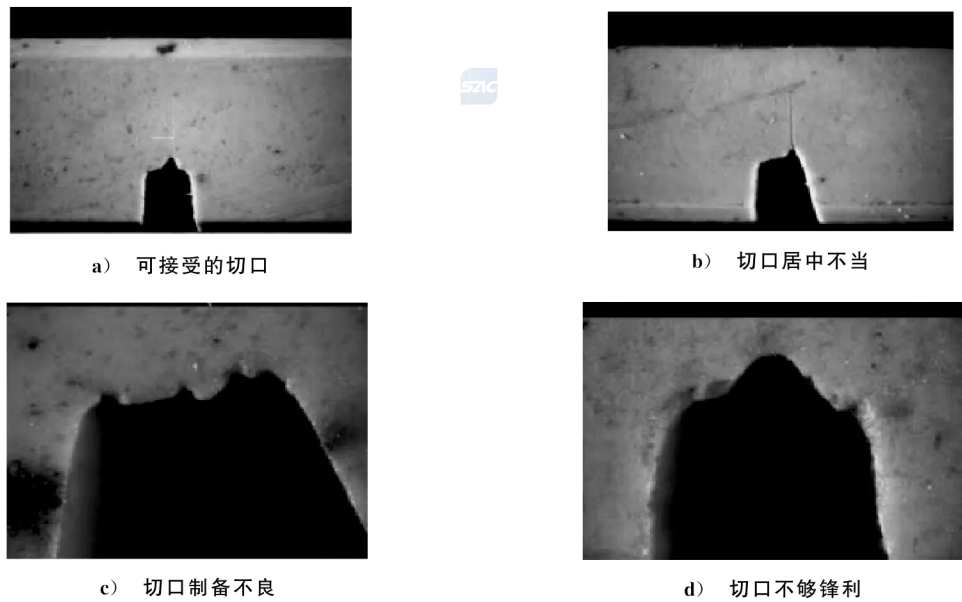


图 A.4 可接受和不可接受的切口几何形状示例

借助拍照控制 V 形切口的几何形状。报告与图 A.3 和图 A.4a) 所示几何形状的任何偏差。图 A.4 b)~d) 所示的切口几何形状是不可接受的。

用大约 300 倍的放大倍数对同样的 2 个试样的 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 宜小于或等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 $7\ \mu\text{m}$ 。

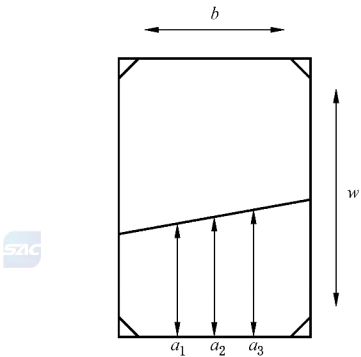
注 1: 平均晶粒尺寸可通过线性截距法确定, 如参考文献[9]和[13]中所述。

注 2: 在从夹具上取下试样之前, 从外侧观察试样切口宽度, 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珩磨加工。

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。

将宽为 3 mm, 带有 V 形切口的试样表面朝下。在室温空气中, 以 0.5 mm/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。用能够测量到小数点后三位的千分尺测量并记录每个试样的宽度(b)和厚度(w)。使用放大倍数大于或等于 50 倍(最好 100 倍以上)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纹扩展的迹象。如果发生了稳定的裂纹扩展并且可测量, 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, 则表明切口预裂纹可能缓慢扩展。



标引符号说明:

- b —— 试样宽度, 单位为米(m);
- w —— 试样厚度, 单位为米(m);
- a_1 、 a_2 、 a_3 —— 切口深度, 单位为米(m)。

图 A.5 V 形切口深度测量

A.1.3.4 结果计算

A.1.3.4.1 V 形切口深度的平均值(a)和 V 形切口相对深度(α)

根据公式(A.1)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。测量的正确位置如图 A.5 所示。

$$a = \frac{(a_1 + a_2 + a_3)}{3}$$
$$\frac{(a_{\max} - a_{\min})}{a} \leq 0.1 \text{ (假设满足这种关系)}$$

..... (A.1)

$$\alpha = a / w$$

式中:

- a —— V 形切口平均深度, 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 —— V 形切口相对深度;

w —— 试样厚度,单位为米(m)。

A.1.3.4.2 断裂韧性 K_{Ic} ,按公式(A.1)~公式(A.9)计算每个试样的断裂韧性:

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

注 1: 三点弯曲试验中, $S_2=0$ 。

四点弯曲试验中,见参考文献[1]、[7]和[13]。

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

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]、[7]和[13]。

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

对 $S_1/w=7.5$ (即 $S_1=30\text{ mm}, w=4$),用参考文献[1]和[7]。

$$Y = (1.964 - 2.837\alpha + 13.7714\alpha^2 - 23.250\alpha^3 + 24.129\alpha^4) \times (1-\alpha)^{3/2} \dots\dots\dots (A.5)$$

注 2: 此时无 α^5 。

对 $S_1/w=8$,用参考文献[13]。

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

对 $S_1/w=7$,用参考文献[13]。

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

对 $S_1/w=6$,用参考文献[13]。

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

对 $S_1/w=5$,用参考文献[13]。

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

式中:

K_{Ic} —— 断裂韧性,单位为兆帕($\text{MPa} \sqrt{m}$);

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(弯曲),单位为米(m);

S_2 —— 四点弯曲内跨距(加载跨距),单位为米(m);

Y —— 应力强度形状因子。

注 3: 三点弯曲试验的公式与参考文献[1]、[7]和[13]中的一致。最初一些公式被限制应用在 $0.35 < \alpha < 0.6$,但它们的使用范围已经扩大到包括 $0.2 < \alpha < 0.6$,测量不确定度仅略有增加。

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, $K_{Ic} = 7.42 \text{ MPa} \sqrt{m}$, 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, $K_{Ic} = 7.07 \text{ MPa} \sqrt{m}$, 当:

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

注: 上述所有计算单位均为兆牛(MN)和米(m)。

固定修复用陶瓷按预期临床用途的分类及断裂韧性推荐值见表 A.1。

表 A.1 固定修复用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)
1	a) 粘接粘固的用于单个单位前牙修复体、贴面、嵌体或高嵌体的一体瓷块; b) 覆盖金属基底或陶瓷基底的陶瓷	0.7
2	a) 粘接粘固的用于单个单位前牙或后牙修复体的一体瓷块; b) 全部覆盖的基底陶瓷, 用于单个单位前牙或后牙修复体, 采用粘接粘固	1.0
3	a) 用于单个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一体瓷块, 采用粘接或非粘接粘固; b) 全部覆盖的基底陶瓷, 用于单个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) 用于涉及磨牙修复的三单位修复体的一体瓷块; b) 部分或全部覆盖的基底陶瓷, 用于涉及磨牙的三单位修复体	3.5
5	用于四单位或四单位以上修复体的一体瓷块, 或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陶瓷	4.0

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

陶瓷的强度数据通常不是以平均值为中心的正态分布,在高强度部分经常出现偏斜。多数常见分布,如两参数韦布尔分布,可拟合偏斜的数据。

两参数韦布尔分布函数根据以下关系将拉伸应力曲线下的一个区域面积(或体积)的累计失效概率(P_f)与两个参数估计值相关联,即

- a) 韦布尔模数(见 B.1.2 的 m)和
- b) 根据公式(B.1)计算的韦布尔特征强度(见 B.1.3 的 σ_0)。

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

式中:
 P_f ——失效概率;
 σ ——特征强度;
 σ_0 ——韦布尔特征强度。

B.1.2 韦布尔模数

韦布尔模数(m)是描述强度分布形状(包括宽度)随失效概率变化的参数,它是失效概率的函数。它与正态分布中的标准差类似,但意义相反,也就是说,假设 σ_0 相同,韦布尔模数越小,表明数据的离散性越大。

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%时出现的强度。

B.2 韦布尔强度参数的计算

B.2.1 总体方案

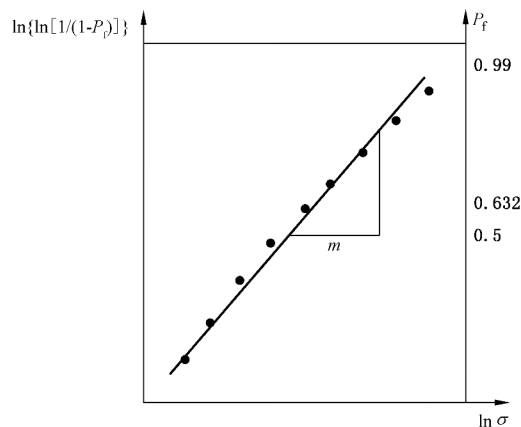
韦布尔模数和特征强度是使用 B.2.2~B.2.7 方案步骤,通过秩序统计(等级顺序统计)从弯曲强度数据估算得到的。

B.2.2 按升序对一批试样(至少 15 个,最好 30 个)的强度值进行排序,并根据单个试样排名(i)使用公式(B.2)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;
 N ——该批中试样的数量。

B.2.3 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。



标引符号说明：
 m ——回归曲线斜率。

图 B.1 韦布尔模数的测定

B.2.4 计算 B.2.3 中直线的线性回归拟合,即 $y = mx + \text{常数}$ 。

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

B.2.5 韦布尔模数(m)等于线性回归拟合的斜率(即 B.2.4 中的 m)。

B.2.6 韦布尔特征强度(σ_0)是通过在 B.2.4 中令 $y = 0$ 来计算的。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, $P_f = 63.2\%$)。

B.2.7 韦布尔参数也可根据 ISO 20501^[10]进行计算,它使用最大似然估计(MLE)方法。最大似然估计(MLE)方法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区间。 σ_0 的最大似然估计值与线性回归的估计值几乎相同,但韦布尔模数可能略有不同。如果使用 ISO 20501 的最大似然估计(MLE)方法,则应在报告中明确说明。

附录 C

(资料性)

钇稳定四方氧化锆(Y-TZP)水热稳定性评价方案

C.1 钇稳定四方氧化锆(Y-TZP)的水热稳定性

C.1.1 概述

本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)以及组成中钇含量更高(例如, 4 mol% ~ 6 mol%)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,可认为它是对 ISO 13356 中所述的一种方法的补充和扩展。

C.1.2 试验样品及其制备

C.1.2.1 试验应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.1.2.2 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, 试样应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)。包括着色氧化锆。至少在测试样品的一个表面应体现特殊表面状态。

C.2 试验方案

C.2.1 总则

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

C.2.2 加速老化

C.2.2.1 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 134 °C、0.2 MPa 的高压釜中 5 h。根据文献, 这可能代表在体内几年的时间^[15]。而在本文件的建议方案中, 样品将在 134 °C、0.2 MPa 的温度下老化 10 h。

C.2.2.2 老化将在高压釜中进行, 每次运行 10 h, 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)。

C.2.2.3 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。

C.2.2.4 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.2.3 X 射线衍射(XRD)和扫描电子显微镜(SEM)分析

根据 ISO 13356:2015 中 4.4.3 所述的方案, 用 XRD 对 3 个接收态圆盘和 3 个经过 10 h 老化的圆盘进行表征。衍射图在 27°~33°的 2 θ 范围(扫描速度为 0.2°/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:

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

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公式(C.2)确定:

$$f = \frac{1.311X_m}{1 + 0.311X_m} \dots\dots\dots (C.2)$$

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)。应沿着试样厚度切割,见图 C.1,之后用金刚石膏研磨至 $1\mu\text{m}$ 级,然后最好(可用时)经离子抛光,或用金刚石膏研磨至 $1\mu\text{m}$ 级,再用胶体二氧化硅(在后一种情况下,需要抛光时间短, $1\text{ min} \sim 5\text{ min}$,以避免表面进一步偏向转变)抛光。

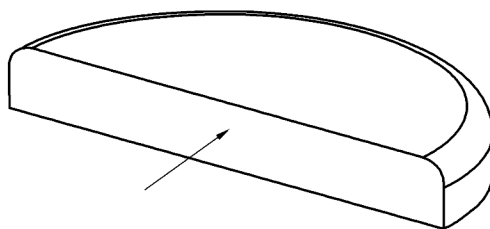


图 C.1 表面观察

应优先在没有任何金或金属涂层的情况下进行观察,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。宜在 SE(二次电子)和 BSE(背散射电子)模式下进行观测,可行时,阴极发光(CL)可研究降解层的厚度(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),见图 C.2 和图 C.3。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 和图 C.3 是转化层 SEM 观察的示例。

C.3 双轴弯曲强度变化

按照 7.3.3 进行,采用冲压杆-三球结构,十字头速度为 1 mm/min 。按 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 10 h 后的圆盘试样进行试验。

C.4 报告

试验报告应包括:

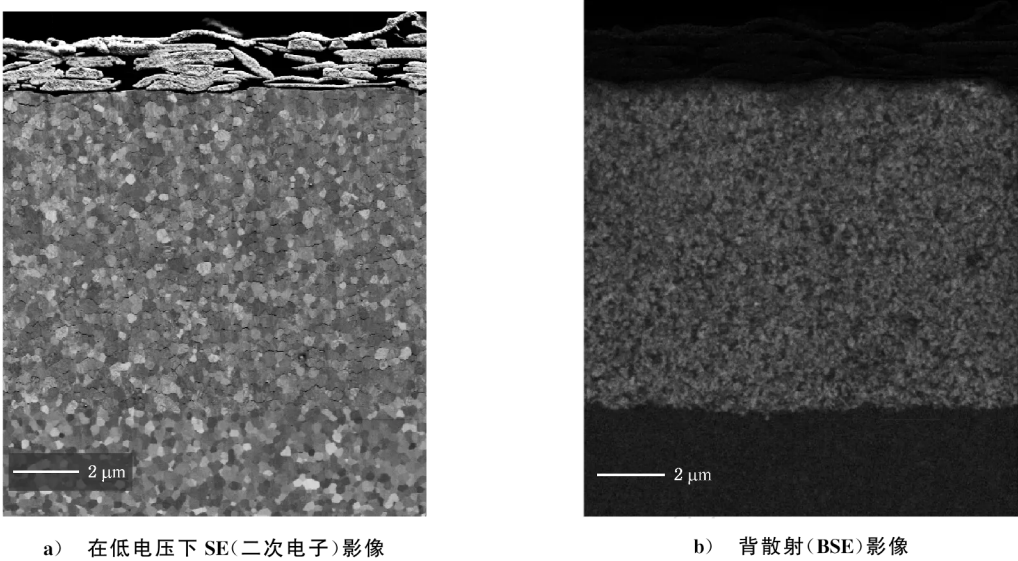
- 观察的 3 个试样中每个试样在 $134\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 0.2 MPa 下加速老化 10 h 前后的 XRD 单斜含量;
- 观察到的每个试样表面下的相转变区的厚度和微裂纹层的厚度,以及其平均值和标准差(在 10 个不同位置测量后);
- 老化前后的双轴弯曲强度和标准差。

注意如下几个方面。

- 双轴弯曲强度的变化可能是正的,也可能是负的。无论如何,强度的改变意味着材料随时间的某种演变。
- 氧化锆可被渗透。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

5 μm), 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。

——有 15 个接收态试样和 10 h 老化的方式不足以提供足够精度的韦布尔模数。因此, 可参考附录 B 韦布尔模数测量, 测试至少 30 个试样, 以提供老化前后的韦布尔模数的比较。



注：这两个图像显示用两种不同 SEM 探测器获得的相变区的特征。



图 C.2 均匀转变层的示例

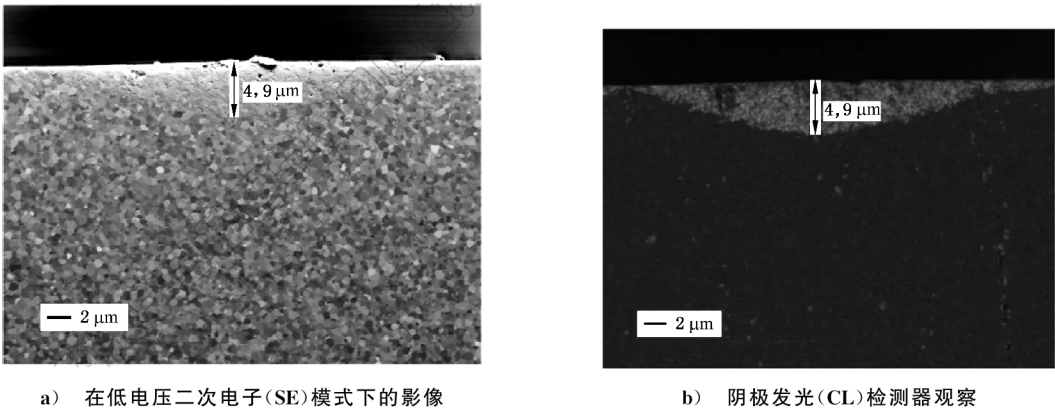


图 C.3 更不均匀的转变层的示例和在一个位置对转变区厚度测量的示例

参 考 文 献

- [1] GB/T 44547—2024 精细陶瓷断裂韧性试验方法 单边 V 形切口梁(SEVNB)法
- [2] ISO 23146 Fine ceramics(advanced ceramics,advanced technical ceramics)—Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics—Single-edge V-notch beam(SEVNB) method
- [3] ISO 6486-1 Ceramic ware,glass ceramic ware and glass dinnerware in contact with food—Release of lead and cadmium—Part 1:Test method
- [4] ISO 7405 Dentistry—Evaluation of biocompatibility of medical devices used in dentistry
- [5] ISO 7500-1 Metallic materials—Calibration and verification of static uniaxial testing machines—Part1:Tension/compression testing machines—Calibration and verification of the force-measuring system
- [6] ISO 10993-1 Biological evaluation of medical devices—Part 1:Evaluation and testing within a risk management process
- [7] ISO 13356:2015 Implants for surgery—Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia(Y-TZP)
- [8] 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
- [9] 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
- [10] 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
- [11] ISO 20501 Fine ceramics(advanced ceramics,advanced technical ceramics)—Weibull statistics for strength data
- [12] ISO 20507 Fine ceramics(advanced ceramics,advanced technical ceramics)—Vocabulary
- [13] ISO 10993-14 Biological evaluation of medical devices—Part 14:Identification and quantification of degradation products from ceramics
- [14] ASTM C1421-01b Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature
- [15] Kubler J.J.Round robin on fracture toughness of ceramics using the SEVNB method,VAMAS Report #37,ESIS #D2-99,EMPA,Dubendorf,CH,1999.
- [16] Deville S,Gremillard L,Chevalier J,Fantozzi G,A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia,J Biomed Mater Res B Appl Biomater,2005,72(2),239-45.
- [17] R.C.Garvie,P.S.Nicholson,Phase Analysis in Zirconia Systems,Journal of the American Ceramic Society,1972,55(6),303-305.

