



团 体 标 准

T/CAMDI 0XX—2022

牙科学 增材制造（光固化）氧化锆陶瓷 材料要求

Dentistry - Requirements for Zirconia Material Made by Light-Cured Additive
Manufacturing

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2022-XX-XX 发布

2022-XX-XX 实施

中国医疗器械行业协会 发 布

增材制造医疗器械专委会

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 2

4 分类 3

5 要求 3

6 后处理 4

7 取样 4

8 试验方法 4

9. 信息和使用说明书 6

10. 包装、标识标签和运输贮存 6

增材制造医疗器械专业标准

前 言

本文件参照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：

本文件首次发布于2022年。

增材制造医疗器械专委会

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，并且目前关于光固化增材制造氧化锆陶瓷材料还没有相应的标准。综上所述，建立光固化增材制造氧化锆陶瓷材料的相关标准对推动产业发展具有重要的意义。

增材制造医疗器械专委会

增材制造医疗器械专委会

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（包括立体光刻成型技术 Stereolithography (SL) 及数字光处理 Digital Light Processing (DLP) 等）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、检验方法、制造、标识标签、包装、运输和贮存的要求。

本文件为针对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/T 10700 精细陶瓷弹性模量试验方法 弯曲法

GB 15982 医院消毒卫生标准

GB/T 16886 医疗器械生物学评价

GB 18599 一般工业固体废物贮存和填埋污染控制标准

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

GB/T 41230 牙科学 间接牙科修复体 CAD/CAM 系统数字化设备 准确度评价试验方法

QB/T 2578 陶瓷原料化学成分光度分析方法

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 0716 牙科陶瓷

T/CHSA 014 椅旁 CAD/CAM 全瓷修复指南

T/GAMA 09 增材制造 陶瓷牙加工及技术要求

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

ISO 22214 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for cyclic bending fatigue of monolithic ceramics at room temperature

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

陶瓷光固化增材制造 ceramic photopolymerization

通过计算机软件建立三维模型切片并设定打印参数，利用光致聚合作用选择性地固化光敏陶瓷浆料形成具有一定形状生坯的增材制造工艺。

3.2

立体光固化 stereolithography; SL

通过光致聚合作用选择性地固化液态光敏聚合物的增材制造工艺。

3.3

数字光处理 digital light processing; DLP

通过数字光投影源经微反射镜将整层图像直接投影到陶瓷浆料，使单层材料同时固化，固化后平台移动，浆料重新涂覆，此过程重复进行，直到 3D 对象构建完成。

3.4

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。

3.5

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。

3.6

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。

3.7

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。

3.8

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。

3.9

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采用加热并可能结合其他加工参数(如:加压、常压、等静压)，使陶瓷致密成所需形状的加工过程。

4 分类

本文件参照 GB 30367 及 T/CHSA 014，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二类，其性能要求见表 1：

表1 氧化锆陶瓷分类及力学性能要求

类型\力学性能要求	挠曲强度 MPa	弹性模量 GPa	断裂韧性 MPa·m ^{1/2}
高强氧化锆陶瓷	≥800	200~210	参照 GB 30367 中的推荐值
具有美学或高透氧化锆陶瓷	可接受 <800，根据不同临床用途， 需高于GB 30367 中的推荐值		

5 要求

5.1 氧化锆陶瓷粉体化学成分

按照 8.1 试验，氧化锆与稳定剂总质量分数 ≥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 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 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 贮存稳定性

按照 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 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不大于 ± 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 弹性模量

按 8.3.5 试验, 试样的弹性模量应符合表 1 的要求。

5.3.6 准确度

按 8.3.6 试验, 试样与生产厂家模型图谱所规定的数值应符合 T/GAMA 09 中要求 (相差不大于 6%)。

5.3.7 断裂韧性

按 8.3.7 试验, 试样的断裂韧性应符合表 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 的浓度应 $\leq 1.0 \text{ Bq/g}$ 。

5.3.9 微生物限度要求

按 8.3.9 试验, 以与终产品相同的消毒/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

6.1 后处理要求

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。针对脱脂、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。

6.2 废料处理

生产后的废料应当按照 GB 18599 规定进行报废处理, 处理过程应符合环境保护的相关要求, 保留处理记录。记录至少应当规定废料的名称、数量、处理措施等信息。

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 QB/T 2578 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 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 粘度

按照 ISO 19613 的规定试验，应符合 5.2.2 的要求。

8.2.4 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 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，弹性模量、挠曲强度测试样件应制备两套试样，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，厚度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 弹性模量

根据 GB/T 10700 的规定试验，应符合 5.3.5 的规定。

8.3.6 准确度

按照 GB/T 41230 的规定试验，应符合 5.3.6 的规定。

8.3.7 断裂韧性

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 的规定要求。

8.3.9 微生物限度要求

按 GB 15982 的规定试验，应符合 5.3.9 的规定要求。

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；

推荐最佳的脱脂曲线、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：

- a) 成型和加工的建议和信息；
- b) 应提供推荐的打印参数；
- c) 推荐的脱脂及烧结工艺；
- d) 推荐的浆料连续使用时间；
- e) 在使用时避免皮肤接触浆料的建议；
- f) 避免加工过程中吸入尘粒；
- g) 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：

- a) 产品的商品名或商标名；
- b) 制造商的名称、地址和/或经销商；
- c) 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）；
- d) 产品的批号；
- e) 净重量，单位克（或千克）；或净体积，单位是毫升（或升）；
- f) 储存条件和时间；
- g) 生产日期；
- h) 产品条形码；
- i) 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：

- a) 产品的商品名或商标名；
- b) 产品牌号；
- c) 产品批号；
- d) 瓶数和规格；
- e) 生产日期；
- f) 生产单位；
- g) “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

浆料一般在 10~30℃ 下避光贮存，贮存期限为 6 个月，特殊要求的，需供需双方协商，并在订货合同中注明，不得露天堆放，并定期检查环境。

增材制造医疗器械专委会