

ICS 11.060.10  
C 33

YY

中华人民共和国医药行业标准

YY 0304-XXXX

代替 YY0304—2009

等离子喷涂

羟基磷灰石涂层-钛基牙种植体

**Plasma sprayed hydroxyapatite  
coated- titanium dental implant**

(征求意见稿)

20xx-xx-xx 发布

20xx-xx-xx 实施

国家药品监督管理局 发布



## 目 次

前言 .....	II
引言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 定义 .....	1
4 要求 .....	2
5 试验方法 .....	3
附录A（资料性）试样制备方法 .....	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。

本文件代替YY 0304-2009《等离子喷涂羟基磷灰石涂层-钛基牙种植体》，与YY 0304-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 定义部分，修改了“等离子喷涂羟基磷灰石涂层”、“等离子喷涂羟基磷灰石涂层-钛基牙种植体”和“骨内牙种植体”的定义（见3.2、3.3和3.4，2009年版3.2、3.3和3.4）；
- b) 删除了要求部分中的牙种植体类型和结构（见2009年版4.1）；
- c) “涂层中HA含量和结晶度”更改为“结晶度比”（见4.2.2.1.1，2009年版4.3.2.1.1），
- d) 增加条目“其它结晶相”（见4.2.2.2）；
- e) “钙磷原子比”的范围起始值由1.66更改为1.61（见4.2.2.1.3，2009年版4.3.2.1.3）；
- f) 增加条目“HA涂层的微观形貌”（见4.2.2.3）；
- g) 将“重要连接部位的尺寸和公差”更改为“牙种植体体部和基台的配合”（见4.1.4，2009年版4.2.6）；
- h) 在“机械性能”条目下增加了“抗扭性能”及“紧固性能”（见4.2.5.1及4.2.5.2）；
- i) 增加条目“细菌内毒素”（见4.4）；
- j) 删除了生物学评价相关内容，将生物相容性的表述移到引言；
- k) 增加了“抽样规则”（见6）；
- l) 增加了附录A。

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。

本文件由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会（SAC/TC99）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件于1998年10月首次发布，2009年第一次修订。

## 引 言

本文件不包括用于证明材料不存在不可接受的生物风险的定性和定量测试方法，如评价此类生物风险可参考GB/T 16886.1和YY/T 0268.

规范性引用文件部分，引用了ISO 13779.2-2018和ISO 13779.3-2018，这两个标准与2008版有实质性的修改，根据ISO 13779.2-2000版转化的国家标准GB 23101.2-2008也就不再引用。根据ISO 13779.3-2008版转化的GB 23101.3-2010的化学分析部分仍然可用，保留在引用文件中。

为了配合对于产品质量市场监管的需要，增加了“抽样规则”，通过抽检，达到客观反映厂家在市场流通产品的质量。本标准中与羟基磷灰石涂层无关的技术要求，与钛和钛合金牙种植体相同，抽样规则直接采用YY0315的相关规定，本标准仅制定有关羟基磷灰石涂层部分的抽样规则。作为厂家产品质量管理的重要组成部分，生产过程中半成品和成品的抽检规则应该根据厂家实际按照国家相关标准制定，不受此抽样规则限制。

由于根据ISO 13779.3转化的国家标准GB 23101.4尚未按照将ISO 13779.3-2018改版，故将ISO 13779.3-2018中试样制备的部分英文内容摘录整理成中文，放入附录中供参考。



# 等离子喷涂羟基磷灰石涂层-钛基牙种植体

## 1 范围

本文件规定了等离子喷涂羟基磷灰石涂层-钛基牙种植体的定义、技术要求和试验方法。

本文件适用于锻制钛或钛合金材料作为基体材料制作的等离子喷涂羟基磷灰石涂层-钛基骨内牙种植体。

## 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 1031-2009 产品几何技术规范（GPS） 表面结构 轮廓法 表面粗糙度参数及其数值

GB/T1804 一般公差 未注公差的线性和角度尺寸的公差

GB/T 13810-2017 外科植入物用钛及钛合金加工材

GB 23101.3外科植入物 羟基磷灰石 第3部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征

GB 23101.4 外科植入物 羟基磷灰石 第4部分：涂层粘结强度的测定

YY 0315 钛及钛合金牙种植体

YY/T 0521-2018 牙科学 骨内牙种植体 动态疲劳试验

YY/T 0988.14-2016 外科植入物涂层 第14部分：多孔涂层体视学评价方法

ISO/TS 13498 牙科学 骨内牙种植体体部-连接部件间的抗扭性能测量 (Dentistry-Torsion test of implant body/connecting part joints of endosseous dental implant systems)

ISO 13779.2-2018 外科植入物 羟基磷灰石 第2部分：热喷涂羟基磷灰石涂层 (Implants for surgery -Hydroxyapatite-Part 2: Thermally sprayed coatings of hydroxyapatite)

ISO 13779.3-2018外科植入物 羟基磷灰石 第3部分：化学分析和结晶度比及相纯度的表征 (chemical analysis and characterization of crystallinity ratio and phase purity)

中华人民共和国药典 2020版 四部

## 3 定义

### 3.1 等离子喷涂 plasma spraying

热喷涂工艺的一种，是使用非转移型电弧作为热源使气体离子化，从而产生高达10000℃以上的高温，使通过喷枪送入等离子焰的喷涂材料粉料熔融或表面熔融并高速喷射到基体表面上形成涂层的方法。

### 3.2 等离子喷涂羟基磷灰石涂层 plasma sprayed hydroxyapatite coating

利用等离子喷涂方法喷涂羟基磷灰石粉料，在钛或钛合金基体等金属表面上形成的羟基磷灰石(HA)薄层。

### 3.3 等离子喷涂羟基磷灰石涂层-钛基牙种植体 plasma sprayed hydroxyapatite coated-titanium dental implant

一类用外科手术植入颌骨内，用以固定支持义齿的医疗器械。牙种植体基体由钛或钛合金加工而成，其植入颌骨内的牙种植体体部表面为等离子喷涂羟基磷灰石涂层所覆盖，种植体的基台部分暴露在牙龈外，作为义齿附着部位。

3.4 骨内牙种植体 endosseous implant

牙种植体体部部分或全部植入颌骨内的牙种植体。

3.5 粘结强度 adhesive strength

涂层和基体间单位面积粘着力的大小。

3.6 结晶度比 crystallinity ratio

HA涂层中选定的HA峰的积分强度之和与经1000℃煅烧的HA标样的相同HA峰的积分强度之和的比值。

4 要求

4.1 几何尺寸精度

4.1.1 牙种植体体部的几何尺寸精度

牙种植体体部长度极限偏差为±0.2mm，直径极限偏差为±0.1mm。

圆锥角极限偏差应符合表1规定

表1 圆锥角尺寸公差

生产厂提供值	圆锥角范围分段	
	<11°	≥11°
圆锥角偏差	符合生产厂家规定，但不得大于±0.5°	不大于生产厂规定圆锥角值的±3%

4.1.2 连接螺纹

对基台可拆卸型牙种植体(两段式或多段式牙种植体)，连接螺纹应给出螺纹代号、公称直径、螺距和螺纹公差带。对于非标准螺纹，除了给出螺纹公称尺寸、螺距和公差外，必要时还应该给出螺纹大径、螺纹中径和螺纹小径。

4.1.3 颈部表面粗糙度

具有穿龈颈部设计的牙种植体(组织水平牙种植体)，颈部表面粗糙度Ra≤1.6μm。

4.1.4 牙种植体体部和基台的配合

4.1.4.1 牙种植体连接处的配合

牙种植体体部与基台的连接处应配合良好。

4.1.4.2 牙种植体体部与基台的配合间隙

牙种植体体部和基台间配合间隙应≤0.035mm。

4.2 物理化学性能

4.2.1 外观

牙种植体未涂层的钛表面应无裂纹、无毛刺和划痕等机械加工所致的缺陷。

羟基磷灰石涂层为灰白色薄层，涂层表面色泽均匀并严密覆盖钛基体，不得有斑点或裂纹。

4.2.2 HA 涂层

4.2.2.1 HA 涂层的化学组成

4.2.2.1.1 结晶度比

结晶度比≥45%。

4.2.2.1.2 杂质元素含量极限

砷≤3mg/kg，镉≤5mg/kg，汞≤5mg/kg，铅≤30mg/kg。

重金属元素总量(以铅计)≤50mg/kg。

4.2.2.1.3 钙磷原子比

1.61 ≤ Ca/P ≤ 1.76

4.2.2.2 其它结晶相

α-磷酸三钙、β-磷酸三钙和磷酸四钙这三个结晶相之和≤30.0%，CaO含量≤5.0%。

#### 4.2.2.3 HA涂层的微观形貌

根据产品的应用要求，规定HA涂层的平均厚度和表面粗糙度，涂层形貌和孔隙率仅做定性观测。

#### 4.2.3 钛和钛合金材料化学成分、显微组织及晶粒度

化学成分应符合GB/T 13810-2017中3.2的要求，也可以执行ISO 5832-2、5832-3、5832-11、ASTM F67、ASTM F136、ASTM F1295和ASTM F1472的相关规定。

显微组织应符合GB/T 13810-2017中3.3.2.5或3.3.3.5的规定；晶粒度应符合GB/T 13810-2017中3.3.2.6或3.3.3.6的相关规定。

#### 4.2.4 HA涂层和钛基体抗拉粘结强度

HA涂层和钛基体抗拉粘结强度 $\geq 15\text{MPa}$ 。

#### 4.2.5 机械性能

##### 4.2.5.1 抗扭性能

牙种植体体部与基台组合完成后，最大扭矩应符合：

- a) 外连接 $\geq 50\text{Ncm}$ ；
- b) 内连接 $\geq 70\text{Ncm}$ 。

##### 4.2.5.2 紧固性能

施加生产厂家规定紧固扭矩值120%的扭矩后，肉眼观察牙种植体及配套部件，不得出现变形、断裂现象。松开的最大扭矩应为最大紧固扭矩的75%以上。

##### 4.2.5.3 疲劳极限

用与正式产品相同的全部加工程序完成的牙种植体，按使用状态组装后，进行动态疲劳试验。加载生产厂家规定的动态负荷，经 $5 \times 10^6$ 次循环(2Hz $<$ 循环频率 $\leq 15\text{Hz}$ 时) 或  $2 \times 10^6$ 次循环(循环频率 $\leq 2\text{Hz}$ 时)后，所有测试试样应不发生部件断裂、涂层脱落、组装部件松动或部件材料屈服而致的永久性塑性形变。

#### 4.3 无菌要求

以无菌状态交付时，产品应无菌。

#### 4.4 细菌内毒素

每件牙种植体细菌内毒素限值不超过20.0EU。

### 5 试验方法

#### 5.1 几何尺寸精度

##### 5.1.1 牙种植体的体部尺寸

用经过法定计量检测单位检定，满足精度要求的通用量具、专用检具或测量仪器检测。由于不同生产厂家牙种植体形态设计和连接方式各不相同，其检测方法也可能不同，本文件不作具体规定，以适应不同的设计和不断涌现的先进检测方法和检测仪器。

##### 5.1.2 连接螺纹

用螺纹塞规和螺纹环规检测。

##### 5.1.3 颈部表面粗糙度

用粗糙度比较样块，借助5倍~10倍放大镜进行比较检测。

##### 5.1.4 牙种植体体部和基台的配合

###### 5.1.4.1 牙种植体连接处的配合

将牙种植体体部和基台组装好后，按照生产厂家规定紧固扭矩值，扭紧中心螺钉。此时的牙种植体应成为稳定的组合体，基台不松动旋转或摇晃。

###### 5.1.4.2 牙种植体体部与基台的配合间隙

对按照4.2.5.2规定组装好的牙种植体体部和基台进行包埋，然后沿牙种植体长轴切割成两半。将其中一半切割面进行打磨并抛光，用光学测量仪测量牙种植体与种植体基台的配合间隙，即端点到对

边的最大垂直距离（如适用，包括锥面间隙或端面间隙）。

也可使用电子计算机断层扫描（CT）或其他等效方法测量。

## 5.2 物理化学性能

### 5.2.1 外观

采用5倍~10倍放大镜目测。

### 5.2.2 HA 涂层

#### 5.2.2.1 HA 涂层的化学组成

##### 5.2.2.1.1 结晶度比

结晶度比的检测按照ISO 13779.3-2018的5.9的规定方法进行。

##### 5.2.2.1.2 杂质元素含量极限

微量杂质含量试验方法按照GB 23101.3-2010规定进行。重金属元素总量按《中华人民共和国药典》2020版四部 0821 重金属检查法进行。

##### 5.2.2.1.3 钙磷原子比

试验方法按照ISO 13779.3-2018的5.8的规定进行。

##### 5.2.2.2 其它结晶相

按照ISO 13779.3-2018的规定方法进行检测。

##### 5.2.2.3 HA涂层的微观形貌

按照YY/T 0988.14-2016规定方法进行HA涂层平均厚度检测。涂层粗糙度按照GB/T 1031-2009规定方法检测。HA涂层表面和横截面用SEM或光学观测，但ISO 13779.2-2018指出（5.6 Morphology），HA涂层表面和横截面SEM或光学观测目前无可标准，观测仅帮助定性了解涂层孔隙率和形貌。

### 5.2.3 钛和钛合金材料化学成分、显微组织及晶粒度

分别按照GB/T 13810中4.1，4.6和4.7指定的方法进行检测。

### 5.2.4 涂层和钛基体抗拉粘结强度

抗拉粘结强度检测按GB 23101.4-2008的规定进行。

### 5.2.5 机械性能

#### 5.2.5.1 抗扭性能

按照ISO/TS 13498的规定进行试验。

#### 5.2.5.2 紧固性能

使用测量精度至少为0.01N·m的扭矩测量仪测量，按照测量仪说明书操作，将初步组合好的牙种植体固定在扭矩测量仪上，用扳手逐步旋紧连接螺钉或基台（一体式基台），直到扭矩值达到牙种植体生产厂家规定的紧固扭矩值的120%，保持5秒。肉眼仔细观察，组合在一起的植入体、基台和连接螺钉是否出现变形和断裂。然后用扳手反方向松开中心螺钉或基台，读取扭矩测量仪上松开过程中的最大扭矩。

#### 5.2.5.3 疲劳极限

动态疲劳试验按YY/T 0521-2018的规定进行，共测试3个试样。

## 5.3 无菌要求

按照《中华人民共和国药典》2020版 四部 1101 无菌检查法进行。

## 5.4 细菌内毒素

按照《中华人民共和国药典》2020版 四部 1143 细菌内毒素检查法进行。

## 6. 抽样规则

### 6.1 HA涂层的外观

应从同一批号的同一型号、同一规格的终产品中抽取 5 个牙种植体，每一个测试结果均应符合4.2.1的规定。

### 6.2 HA涂层的化学组成（4.2.2.1）和其它结晶相（4.2.2.2）

#### 6.2.1 结晶度比

每年抽检一次或喷涂用HA粉料供应商变更时检测。检测3个样，都要符合4.2.2.1.1的规定。

**6.2.2 杂质元素含量极限**

每年抽检一次或喷涂用HA粉料供应商变更时检测。检测3个样,都要符合4.2.2.1.2的规定.

**6.2.3 钙磷原子比**

每年抽检一次或喷涂用HA粉料供应商变更时检测。检测3个样,都要符合4.2.2.1.3的规定.

**6.2.4 其它结晶相**

每年抽检一次或喷涂用HA粉料供应商变更时检测。检测10个样,都要符合4.2.2.2的规定

**6.3 HA涂层的微观形貌**

每年抽检一次或喷涂用HA粉料供应商变更时检测。按照产品相同个工艺参数在3个钛片上制作HA涂层供检测。结果应符合4.2.2.3的规定。

**6.4 涂层和钛基体抗拉粘结强度**

每年抽检一次或喷涂用HA粉料供应商变更时检测。测量试样完全按照产品生产的工艺和参数制备。检测10个试样,测量平均值应该符合4.2.4的规定。

**6.5 其它检测项目**

按照YY 0315的相关抽样规定。

**附 录 A**  
**(资料性)**  
**试样制备方法**

**A. 1 HA涂层的剥取方法**

用制作牙种植体涂层的相同工艺，在多片清洁钛片（比如5片，尺寸10×10cm以上，不要太厚，要容易弯曲）上是制作HA后涂层。喷涂多个钛片的目的是，一个钛片喷涂过程中温度升至300℃时，就转移喷涂另一片，防止钛片过热引起HA涂层结晶度比改变。当制作的HA涂层足够厚时，弯曲钛片涂层就会脱落。剥取HA涂层过程中要防止涂层污染。

**A. 2 结晶度比试样制备**

将剥离下来的HA涂层混合研磨至多数粉末颗粒尺寸≤40微米。用标准网筛选出颗粒尺寸≤40微米的粉末。选出的粉末分成两份，一份作为检测样，另一份装入氧化铝涂层或白金坩埚中，在(1000±25)℃煅烧15小时。煅烧后的试样作为100%结晶样，未煅烧试样与煅烧试样比较确定结晶度比。

**A. 3 钙磷原子比试样制备**

直接使用A. 2中煅烧后的HA涂层粉末作为试样。

**A. 4 其它结晶相试样**

直接使用A. 2中未煅烧后的HA涂层粉末作为试样，

**A. 5 HA涂层微观形貌观测试样制备**

选择厚度≥3mm的钛片（钛片太薄，涂层制作时容易过热引起HA涂层微观形貌变化），钛片的尺寸要适合SEM试样盘的大小(推荐10mm×20mm)。使用产品生产相同的喷涂工艺在钛片上制作涂层。对于涂层横截面观测，用硬组织切片机切出HA涂层横截面并抛光。