

ICS 11.060.10

C 33

备案号:

YY

# 中华人民共和国医药行业标准

YY/T ××××—××××/ISO 9333:2022

## 牙科学 钎焊材料

Dentistry-Brazing materials

(ISO 9333:2022, IDT)

(草稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家药品监督管理局 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T1.1-2020《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。

本文件等同采用 ISO 9333:2022《牙科学 钎焊材料》。

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。

本文件由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会归口。

本文件起草单位:

本文件主要起草人:

# 牙科学 钎焊材料

## 1 范围

本文件规定了用于制备金属修复体的钎焊材料的性能要求和试验方法。  
本文件不包括以银为主要成分的钎焊材料。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 口腔词汇 (Dentistry - Vocabulary)

ISO 6344-3 涂附磨具用磨料 粒度分析 第3部分：微粉尺寸P240-P5000 (Coated abrasives - Grain size analysis - Part 3: Microgrit size P240-P5000)

ISO 10271:2020 牙科金属材料 腐蚀测试方法

ISO 15223-1:2021 医疗器械. 与制造商提供的信息一起使用的符号. 第1部分：通用要求 (Medical devices - Symbols to be used with information to be supplied by the manufacturer - Part 1: General requirements)

ISO 22674:2022 牙科学 固定和活动修复用金属材料 (Dentistry—Metallic materials for fixed and removable restorations and appliances)

## 3 术语和定义

ISO 1942 和 ISO 22674 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

国际标准化组织 (ISO) 和国际电工委员会 (IEC) 在以下地址维护用于标准化的术语数据库：

——IEC 电子百科全书：可查阅 <http://www.electropedia.org/>

——ISO 在线浏览平台：可查阅 <https://www.iso.org/obp>

### 3.1

#### 钎焊材料 **brazing material**

在将牙科合金通过钎焊连接起来形成牙科修复装置和修复体的过程中填充的合金材料。

### 3.2

#### 助焊剂 **flux**

化学清洁，流动或净化剂，该剂支持熔融钎焊材料 (3.1) 的流动以润湿基板。

### 3.3

#### 工作温度 **working temperature**

基于液体温度加 X 的温度 [其中 x 由钎焊材料 (3.1) 的制造商给出]

## 4 要求

### 4.1 化学成分

#### 4.1.1 所焊接的金属材料

所焊接的金属材料需要符合 ISO 22674:2022 5.1 和 5.2 的要求。

#### 4.1.2 标示成分

制造商应声明所有含量大于 1.0%（质量分数）的成分，并应按照 8c) 的规定标示，精确到 0.1% (质量分数)。

对于含量大于 0.1%（质量分数），但小于 1.0%（质量分数）的成分，制造商应按照 8c) 的规定标示其名称或元素符号。

#### 4.1.3 与标称成分的允差

每种成分的含量与制造商或经销商说明书中标示值的允许偏差见表 1。

表 1 化学成分中元素的允许偏差

合金	元素含量	
	$1.0\% < w \leq 20\%$	$w > 20\%$
非贵金属	最大 1.0%	最大 2.0%
贵金属	最大 0.5%	最大 0.5%
关键词：w：质量分数		

#### 4.1.3 有害元素

##### 4.1.3.1 已知有害元素

根据本文件的用途，将镍、镉、铍和铅规定为有害元素。

##### 4.1.3.2 有害元素限量

钎焊材料中镉、铍和铅的含量应不大于 0.02%（质量分数）。如果钎焊材料中镍的含量大于 0.1%（质量分数），则测定的百分含量应不大于包装或内插页的标示值。

#### 4.2 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，但推荐在评价可能的生物学危害时，请参考 ISO 10993-1 和 ISO 7405。

#### 4.3 钎焊区的机械强度（拉伸强度）

拉伸强度应大于 250MPa。若用钎焊材料连接的一种或两种金属材料的 0.2% 非比例延伸强度。

拉伸强度小于 250MPa，则钎焊材料的拉伸强度应大于两种金属中 0.2% 非比例延伸强度的较低值。按 7.3 试验。

#### 4.4 耐腐蚀性

##### 4.4.1 静态浸泡实验

当焊接的为同种金属材料时，浸泡  $7d \pm 1h$  后金属离子的应不超过  $200 \mu g/cm^2$ 。

焊接的金属应符合 ISO 22674:2022 5.7 的要求。

按 7.4 试验。

##### 4.4.2

腐蚀暴露后的外观

比较被测试样表面与未测试样表面，被测试样表面不应有任何可见的证据表明已经发生化学反应。

按 7.4 试验。

#### 4.5 熔化范围

钎焊材料的固相线温度和液相线温度与制造商说明书中标示值的偏差应不大于  $\pm 20^\circ C$ 。

按 7.5 试验。

## 5 取样

试验材料的用量应充分满足按照 6.2 和 6.3 制备试样的需要,其中包括准备第二套拉伸试样的用量。

## 6 试样制备

### 6.1 一般要求

#### 6.1.1 试验样品

试样由制造商说明书中推荐的用钎焊材料连接的金属材料构成。

#### 6.1.2 铸造

通过熔模铸造的“失蜡法”制备试样。制造商可以推荐除铸造法以外的其他方法,制备拟用焊接材料焊接的金属试样。如果制造商推荐这种方法,则应采用。按照制造商说明书中涉及金属材料和钎焊材料的处理步骤进行试验,包括如 8f) 和 8g) 给出的必要的辅助手段以及铸造和钎焊设备。

#### 6.1.3 其他方法

所测试材料的制造商可以提供除铸造以外的其他适用于焊接材料的成型方法,包括增材制造和 CAD/CAM 切削加工程序。

#### 6.1.4 样品处理

有明显缺陷的标本应丢弃并更换。试样应与浇口、铸珠、流道、翅片和其他突起分开。应清除表面污染物。试样应处于适合其预期用途的冶金状态。

如果制造商建议进行热处理,请按照使用说明在热处理状态下进行测试。

如果建议在陶瓷烧成后进行钎焊,则试样的模拟陶瓷烧制应符合 ISO 22674: 2022,7.2.3, 并应在钎焊之前或之后进行。

## 6.2 腐蚀试验试样

### 6.2.1 一般要求

预备 4 片尺寸约为  $34\text{mm} \times 13\text{mm} \times 1.5\text{mm}$  的试样,并清洁其表面。将试样切成两半 ( $17\text{mm} \times 13\text{mm} \times 1.5\text{mm}$ )。

将试样的两半钎焊在一起。如果要钎焊两种不同的金属材料,需要两种金属材料各制备一个半片。使两个半片间的缝隙距离为  $(0.2 \pm 0.1)$  mm。

### 6.2.2 程序

使用推荐的助熔剂,并按照制造商说明书进行钎焊。焊接后用标准金相处理步骤,磨除试样所有表面至少 0.1mm。最后,再用符合 ISO 6344-1 的 P1200 碳化硅砂纸湿磨一遍。同一张砂纸只能湿磨同一成分的试样。

对于两种不同合金的钎焊,仅使用同一张砂纸来制备试样。

制备后样品的总表面积应至少为  $10\text{ cm}^2$ 。

## 6.3 拉伸试验试样

### 6.3.1 一般要求

准备一组六个待钎焊金属材料的试样,这些试样符合图 1 或图 2。使用细锯将试样在标距长度的中点与其长轴成直角切割。去除粗糙的边缘。将切割表面磨平、平坦并垂直于试样的轴线。

### 6.3.2 方法

支撑试样的两半,并将它们对准成熔模或刚性夹具。如果要钎焊两种不同的金属材料,则两半使用每种材料中的一种。将裁切件之间的间隙设置为  $(0.2 \pm 0.1)$  mm。使用推荐的助熔剂并按照制造商的说明进行钎焊。

在钎焊时,确保每个拉伸试样的直径在图 1 或图 2 中给出的公差范围内,并且在旋转时不会显示径向跳动的视觉迹象。

### 6.3.3 附加测试

按照图 1 或图 2 的要求, 制备一套 6 个金属材料钎焊试样。剔除带有可见收缩、缺陷或气孔的试样。用细锯沿试样的长轴, 在标距的中点, 垂直切开全套试样。打磨飞边并沿垂直于试样长轴的方向将切面磨光、磨平。将试样的两个断端切面对齐, 用包埋材料包埋或用坚固的夹具固定。如果要钎焊两种不同的金属材料, 需要两种金属材料各制备一个半截试样。调整两个半截试样断端切面间的缝隙距离为  $(0.2 \pm 0.1)$  mm。使用推荐的助焊剂, 并按照制造商说明书进行钎焊。

钎焊后, 确保每个拉伸试样的直径在图 1 或图 2 要求的公差范围之内。并且, 当旋转时, 不应出现可见的径向跳动。

如果钎焊材料被推荐用于焊接非比例延伸强度小于 250MPa 的金属材料, 则用该金属材料再制备一套 6 个试样, 以测定其 0.2% 非比例延伸强度。

单位为毫米

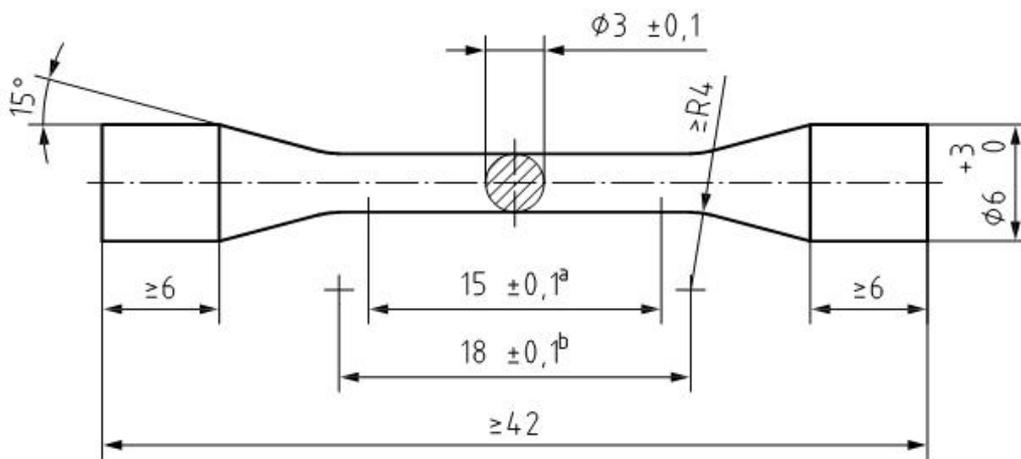


图 1 锥面过渡试样

- a 标距为  $(15 \pm 0.1)$  mm。
- b 试样的平行部分为  $(18 \pm 0.1)$  mm。

单位为毫米

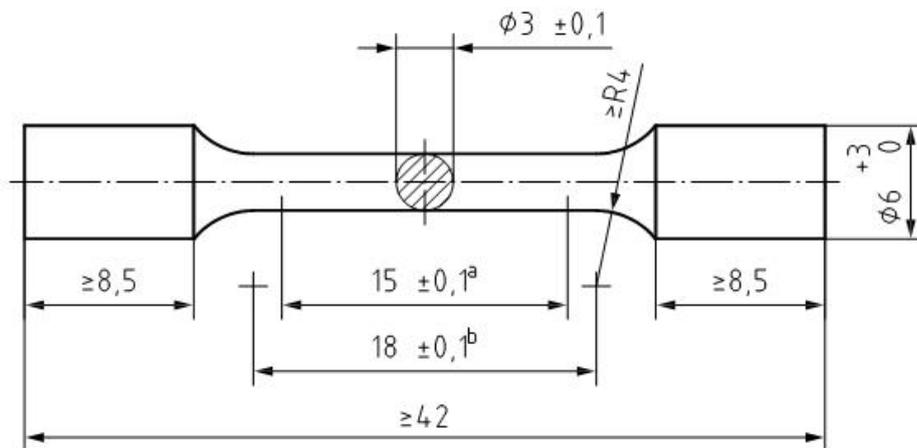


图 2 圆弧面过渡试样

- a 标距为(15±0.1) mm。
- b 试样的平行部分为(18±0.1) mm。

## 7 试验方法

### 7.1 外观检查

#### 7.1.1 试样

不借助放大设备，观察被试样品表面的可见缺陷，剔除任何有缺陷的试样。

#### 7.1.2 信息和说明书，包装和标签

目测检查，应符合 8 和 9 的要求。

### 7.2 化学成分

使用分析方法测定化学组成，确保其灵敏度适于测定每一成分的含量和与标示值的偏差或限度。

### 7.3 拉伸试验

#### 7.3.1 器具

7.3.1.1 千分尺，精度为 0.01mm，量程为 25mm。

7.3.1.2 万能力学试验机，具有承载能力大于 4kN 的框架和传感器，十字头速度可以达到 2mm/min。

选择适合被测试样的夹具。在做拉伸试验时，要保证系统的弹性系数（定义为载荷与弹性变形之比）明显大于试验中试样的载荷-延伸率的比值。（系统包含试验机框架、传感器和附件）。记录试样的伸长量，不应包含机器的变形。

#### 7.3.2 试验步骤

按照 6.3 制备试样，测试一套 6 个钎焊试样的拉伸强度。

若适用，测试被钎焊的金属材料的 0.2%非比例延伸强度。测试一套 6 个试样。

用千分尺（7.4.1.1）测量每个试样的直径，精确到 0.01mm。

试验在室温下进行。

在万能力学试验机（7.4.1.2）上，以（1.5±0.5）mm/min 的十字头速度对试样施加拉力，直到试样断裂。连续记录载荷和变形量。

检查断裂的试样，确认断裂是否发生在试样的标距内。如果断裂发生在标距外，舍弃试样及其结果。替换试样重新试验。

通过载荷-变形曲线得到最大拉伸力，除以试样的原始横截面积，计算得到每个试样的拉伸强度。

若适用，通过金属材料的载荷-变形曲线得到 0.2%非比率延伸极限拉力，除以试样的原始横截面积，计算规定非比例延伸强度。

#### 7.3.3 拉伸试验结果评价

##### 7.3.3.1 判定原则

如果 4 个，5 个或 6 个被钎焊试样的测试结果大于 4.4 给出的最小值，则钎焊材料符合本文件中拉伸强度的要求。

如果 2 个或更少的被钎焊试样的测试结果大于 4.4 给出的最小值，则钎焊材料不符合本文件中拉伸强度的要求。

##### 7.3.2 重复试验和判定原则

如果 3 个被钎焊试样的测试结果大于 4.4 给出的最小值，则制备第二套 6 个试样重新试验。

如果第二次试验中，5 个或 6 个被钎焊试样的测试结果大于 4.4 给出的最小值，则钎焊材料符合本文件中拉伸强度的要求。

## 7.4 腐蚀测试

### 7.4.1 一般要求

采用 ISO 10271:2020, 4.1 规定的试验溶液和试验方法，完成 2 个钎焊试样的静态浸泡试验。

### 7.4.2 分析

定量分析每种测试溶液，以确定第 9 c) 条中规定的钎焊材料的成分和要连接的金属材料的成分，如 IISO 22674: 2022,10.1 a) 中规定。此外，还分析镍、镉、铍和铅。

### 7.4.3 微观观察

在腐蚀测试之前和之后，以至少 10 倍的放大倍率对钎焊接头进行显微镜检查。通过适当的显微摄影记录钎焊接头的表面。

### 7.4.4 腐蚀试验报告

应准备腐蚀试验的检测报告。检测报告应包括以下信息：

- a) 所用分析方法的描述；
- b) 所研究元素的检出限；
- c) 钎焊接头腐蚀的显微照片；
- d) 对于在每个测试溶液中发所现有的元素，分别以 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 为单位记录其值；
- e) 计算每个测试溶液中浸出离子的总量，并报告平均值。

## 7.5 熔化温度范围

通过冷却曲线法或其它具有相同精度的方法测量熔化范围。利用冷却曲线法测得的固相线温度和液相线温度精确到  $10^\circ\text{C}$ 。

报告结果精确到  $10^\circ\text{C}$ 。

## 8 试验报告

测试结束后应编制一份测试报告，呈现文件中列出的测试程序。该报告应包括至少以下细节：

- a) 钎焊材料的产品名称或品牌名称；
- b) 制造商名称；
- c) 钎焊材料的批次号；
- d) 关于试样如何生产的信息，例如通过铸造、增材制造、减材制造；
- e) 使用的材料和设备；
- f) 进行的热处理（例如模拟陶瓷烧制、应力消除）；
- g) 单个值和描述性统计，例如平均值、最小值/最大值、标准偏差；
- h) 对是否符合要求的判定；
- i) 成分按照 4.1.3 中规定的精度，给出 4.1.2 中的给出元素的质量分数值，对于 4.1.4 中给出的有害元素，给出质量分数精度为 0.001% 的值；
- j) 腐蚀：7 d 内所有释放离子的数值，单位为  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ；
- k) 固相线/液相线温度或熔点（以  $^\circ\text{C}$  为单位）；
- l) 拉伸强度：报告最接近的 5 MPa 的平均值；
- m) 断裂后伸长率：报告最接近的 1% 的平均值；
- n) 测试日期；
- o) 测试机构名称；
- p) 使用的国际标准（包括其公布年份）；
- q) 使用的方法（如果标准包括几种）；
- r) 任何偏离程序的行为；
- s) 观察到的任何不寻常特征。

## 9 信息和说明书

制造商或经销商的使用信息和说明书中应至少包括关于钎焊材料的应用、化学和物理性能以及加工的下列信息：

制造商或经销商的名称或商标和地址；

钎焊材料的名称或商品名；

钎焊材料的成分：应声明含量大于 0.1 %（质量分数）的所有成分，含量大于 1.0%（质量分数）的所有成分都应注明其含量；

如果牙科钎焊材料中镍的含量大于 0.1%（质量分数），应给出警示以及其具体的百分含量（质量分数）；包装或附带的材料中应给出预防安全隐患的适合的、详尽的说明；

熔化温度范围（固相线温度和液相线温度），单位为℃；

工作温度（摄氏度）；

推荐的助焊剂和用于钎焊的金属材料和/或材料的组合；

金属材料或建议与钎焊材料一起使用的组合，或两者兼而有之；

钎焊推荐的金属材料的详细说明。

IFU 的发布日期。

## 10 标识和标签

### 9.1 标识

钎焊材料或钎焊材料的初包装或其它形式的包装上，应清晰地标示出制造商或经销商和钎焊材料的名称。

### 9.2 包装

钎焊材料应按照可以接受的商业惯例进行包装，以防止污染或破坏。

包装的标签或内插页中应至少有如下信息：

a) 制造商或经销商的名称或商标和地址；

b) 钎焊材料的名称或商品名；

c) 预期用途

d) 批号；

e) 最小净重，单位为 g；

f) 钎焊材料中质量分数超过 1% 的所有元素均应定量说明，质量分数在 0.1% 至 1% 之间的所有元素应用名称或符号说明；

g) 如果牙科钎焊材料中含有镍[见 8d) ]，要给予警示，并标明镍的百分含量（质量分数）；

h) 可选：工作温度。

参 考 文 献

- [1] ISO 22674:2006 牙科学 固定和活动修复用金属材料
  - [2] YY 0621 牙科金属烤瓷修复体系
-