

ICS 11.060.10
C 33



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0914—2015/ISO 28319:2010

牙科学 激光焊接

Dentistry—Laser welding

(ISO 28319:2010, IDT)

2015-03-02 发布

2016-01-01 实施

国家食品药品监督管理总局 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 要求	1
4.1 化学成分	1
4.2 生物相容性	2
4.3 激光焊接接头的机械强度(拉伸强度)	2
4.4 耐腐蚀性	2
5 取样	3
6 试样制备	3
6.1 一般要求	3
6.2 拉伸试验试样	3
6.3 腐蚀试验试样	4
7 试验方法	5
7.1 外观检查	5
7.2 化学成分	5
7.3 拉伸试验	5
7.4 静态浸泡腐蚀试验	6
8 信息和说明书	7
9 标识和标签	7
9.1 标识	7
9.2 包装	7
10 检测报告	7
附录 A (资料性附录) 激光焊接的质量保证	8
参考文献	12

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 28319:2010《牙科学 激光焊接》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下：

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

——GB/T 9258.1—2000 涂附磨具用磨料 粒度分析 第 1 部分:粒度组成(idt ISO 6344-1:1998)

——GB/T 9937(所有部分) 口腔词汇 [ISO 1942(所有部分)]

——YY/T 0528—2009 牙科金属材料 腐蚀测试方法(ISO 10271:2001,IDT)

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准由国家食品药品监督管理总局提出。

本标准由全国口腔材料和器械设备标准化技术委员会(SAC/TC 99)归口。

本标准主要起草单位:国家食品药品监督管理局北大医疗器械质量监督检验中心、北京大学口腔医学院。

本标准主要起草人:郑刚、李媛、林红、袁慎坡、王涛。

牙科学 激光焊接

1 范围

本标准规定了在牙科技工室中,适用于对金属修复体和修复装置进行激光焊接的材料性能要求和试验方法。

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 3585 3.3 硼酸盐玻璃 性能(Borosilicate glass 3.3—Properties)

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)

ISO 6344-1 涂附磨具用磨料 粒度分析 第1部分:粒度组成(Coated abrasives—Grain size analysis—Part 1: Grain size distribution test)

ISO 10271 牙科金属材料 腐蚀测试方法(Dental metallic materials—Corrosion test methods)

ISO 22674:2006 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 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

激光焊接 laser welding

在使用或不使用金属填充材料(焊条)的情况下,利用激光束作为热源,将同类或不同类的金属材料连接起来的方法,通过熔化金属产生熔合区,使金属结合在一起形成连接。

3.2

钎焊 brazing

利用加热的方法以金属钎焊材料作为填充材料,将同类或不同类的金属材料连接起来的方法。

注1:所用钎焊材料的液相线温度大于450℃,但是小于被钎焊金属材料的熔化范围。钎焊材料通过毛细作用渗入到被焊金属材料的缝隙间,以冶金结合的方式将被焊金属材料连接起来。

注2:钎焊不同于熔化焊接,因为钎焊不需要熔化被焊接金属。

4 要求

4.1 化学成分

4.1.1 被焊接的金属材料

被焊接的金属材料应符合 ISO 22674:2006 中 5.1 和 5.2 的要求。

4.1.2 填充材料

4.1.2.1 化学组成

制造商应给出所有含量大于 1.0% (质量分数) 的成分, 并声明每一成分的百分含量, 精确到 0.1% (质量分数)。对于含量大于 0.1%, 小于 1.0% (质量分数) 的成分, 应标示其名称或元素符号。

4.1.2.2 与标称成分的允差

对于银基或贵金属基填充材料, 每种成分的含量与制造商使用说明书中标示值之间的偏差应不大于 0.5% (质量分数)。

对于非贵金属基填充材料, 所有含量大于 20% (质量分数) 的成分与制造商使用说明书中标示值之间的偏差应不大于 2% (质量分数)。含量大于 1%, 小于 20% (质量分数) 的成分与制造商使用说明书中标示值之间的偏差应不大于 1% (质量分数)。

按 7.2 试验。

4.1.3 填充材料的有害元素

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

填充材料中镉、铍和铅的含量应不大于 0.02% (质量分数)。如果填充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标签或内插页的标示值。

按 7.2 试验。

4.2 生物相容性

本标准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, 参考 ISO 10993-1 和 ISO 7405。

4.3 激光焊接接头的机械强度(拉伸强度)

激光焊接试样的拉伸强度应大于 350 MPa。若一种或两种被焊接金属的 0.2% 非比例延伸强度小于 350 MPa, 则激光焊接试样的拉伸强度应大于两种金属 0.2% 非比例延伸强度中的较低值。

按 7.3 试验。

4.4 耐腐蚀性

4.4.1 静态浸泡试验

激光焊接试样的耐腐蚀性应与被焊接金属的耐腐蚀性在同一级别范围内。释放的离子量不应大于金属材料释放量的两倍。如果焊接两种不同的金属, 则其释放的离子量应不大于耐腐蚀性较差者释放量的两倍。被焊接金属和激光焊接的试样应符合 ISO 22674:2006 中 5.6 的要求。

按 7.4 试验。

4.4.2 腐蚀后外观

腐蚀试验后,激光焊接区附近不应有任何镜下可见的腐蚀痕迹。

按 7.4 试验。

5 取样

使用同一批次的金属焊料和同一批次的金属材料,试验材料的用量应充分满足按照 6.1、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。根据 9.2 的要求,还要准备额外的样品和包装材料用于检查。

用激光焊接连接的一种或两种金属材料的 0.2% 非比例延伸强度值,可以采用按照 ISO 22674 测定的检验报告中的数据。如果没有此数据,可按照 ISO 22674 测定金属材料的 0.2% 非比例延伸强度。

6 试样制备

6.1 一般要求

试样由用激光焊接在一起的金属材料构成,焊接时,按照制造商说明书可以使用或不使用焊料焊接。通过熔模铸造的“失蜡法”制备合金试样。如果制造商推荐了铸造法以外的其他成型方法,则用该方法评价用激光焊接金属材料的适用性。按照制造商说明书中有关金属材料,若适用也包含焊料的加工工艺,其中包括有关必要的辅助手段以及铸造和焊接设备的使用方法。

应剔除并替换带有肉眼可见缺陷的试样。去除试样上的直浇道、铸造瘤/横浇道、散热口和其他突起。去除表面污染物。

试样应处于预期用途的冶金状态。

如果制造商推荐进行热处理,则试样应根据制造商说明书进行热处理后再进行试验。

如果制造商推荐在烤瓷烧结后进行激光焊接,则试样的模拟烤瓷烧结程序应按照 ISO 22674:2006 7.2.3 的要求进行,并应在激光焊接之前完成。

6.2 拉伸试验试样

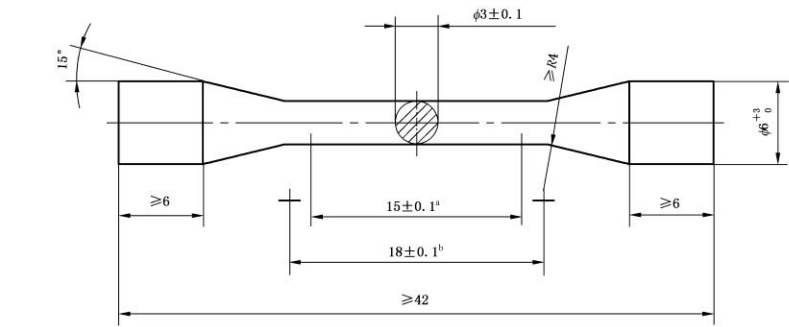
按照图 1 或图 2 的要求,制备 6 个金属材料的试样进行激光焊接。用细齿锯在垂直于试样长轴且位于标距中点的位置,切开每一个试样。

剔除并替换带有可见的收缩、缺陷或气孔的试样。

将试样的边缘预备成推荐的接头形状。推荐的接头形状见第 A.7 章。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。如果用激光焊接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。如果使用推荐的焊料,需按照制造商的说明书进行操作(见第 8 章)。

激光焊接后,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。

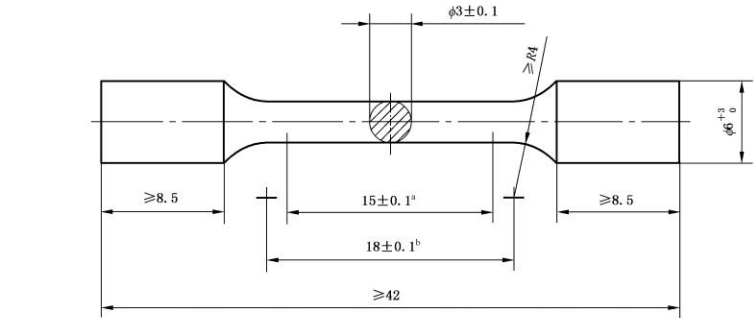
单位为毫米



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

图 1 锥面过渡试样

单位为毫米



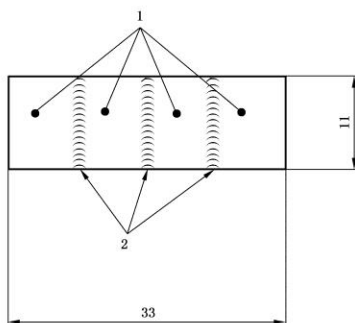
- ^a 标距为(15±0.1)mm。
^b 试样的平行部分为(18±0.1)mm。

图 2 圆弧面过渡试样

6.3 腐蚀试验试样

按照 ISO 10271 制备试样片。
制备 2 个尺寸为 33 mm×11 mm×1 mm 的试样(见图 3),用于激光焊接接头的腐蚀测试。
将每个被焊金属试样切成四个小板(每件尺寸为 11 mm×8.25 mm)。试样切割后,每个部分应
按照金属材料[可以是 AAAA 或 ABAB,(ABAB)中 A 和 B 代表不同材料的金属板]制造商的说明书,用
激光焊接连接起来进行测试。激光焊接后用标准金相处理过程,磨除试样所有表面至少 0.1 mm。最终
再用符合 ISO 6344-1 的 P1200 碳化硅砂纸湿磨一遍。制备每一试样时要使用新的砂纸。

单位为毫米
所有公差为 ± 2 毫米



说明:

1——金属小板;

2——激光焊缝。

图3 腐蚀试验试样,由四个用激光焊接在一起的金属小板组成

7 试验方法

7.1 外观检查

肉眼检查,应符合第8章和第9章的要求。

7.2 化学成分

使用分析方法测定焊料的化学组成,其灵敏度需适于测定每一成分的含量以及测定值与标示值的偏差或限度。

7.3 拉伸试验

7.3.1 一般要求

按照 ISO 22674 对按 6.2 制备的 6 个试样进行拉伸强度测试。在力学试验机上,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。

通过载荷-变形曲线得到断裂时的拉伸力,除以试样的原始横截面积,计算得到断裂强度。

7.3.2 拉伸试验结果评价

如果 4 个、5 个或 6 个试样的测试结果大于 4.3 给出的最小值,则激光焊接接头符合本标准中拉伸强度的要求。

如果 2 个或更少的试样的测试结果符合 4.3 给出的最小值要求,则激光焊接接头不符合本标准中拉伸强度的要求。

如果 3 个试样的测试结果符合 4.3 给出的最小值要求,则用第二套 6 个试样重新试验。

如果第二次试验中,5 个或 6 个试样的测试结果大于 4.3 给出的最小值,则激光焊接接头符合本标准中拉伸强度的要求。

7.3.3 计算拉伸强度

用第一次试验得到的4个、5个或6个符合4.3的值,计算拉伸强度的平均值,或者,若适用,用第一次试验得到的3个加上第二次试验得到的5个或6个符合4.3的值计算平均值。拉伸强度结果精确到5 MPa。

7.4 静态浸泡腐蚀试验

7.4.1 试剂

7.4.1.1 90%乳酸($C_3H_5O_3$),化学纯。

7.4.1.2 氯化钠(NaCl),分析级。

7.4.1.3 水,符合ISO 3696中的2级水。

7.4.1.4 乙醇或甲醇(C_2H_5OH 或 CH_3OH),分析级。

7.4.2 仪器

7.4.2.1 硼硅玻璃容器,符合ISO 3585,直径约16 mm,深约160 mm。

7.4.2.2 pH计,精度 ± 0.1 pH单位。

7.4.2.3 分析仪器,例如:原子吸收光谱仪(AAS)或电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP)。

7.4.2.4 千分尺,精度0.01 mm。

7.4.3 试验溶液

每次试验均需制备新鲜的浸泡溶液。将 (10.0 ± 0.1) g,90%乳酸(7.4.1.1)和 (5.85 ± 0.05) g氯化钠(7.4.1.2)溶解于约300 mL的水(7.4.1.3)中。用水稀释到 $(1\ 000 \pm 10)$ mL,此时的pH应为 2.3 ± 0.1 ,否则弃之。用合适的试剂重新配制正确pH的溶液。

7.4.4 步骤

测量每个试样的表面积,精确到 0.1 cm^2 。在乙醇或甲醇(7.4.1.4)中超声清洗试样2 min,之后将试样在水(7.4.1.3)中清洗。

将每个试样单独放在一个硼硅玻璃容器(7.4.2.1)中。

记录溶液的pH。按照每 1 cm^2 试样表面积加入1 mL溶液的比例,向每一个容器内加入溶液,并且完全浸没试样。记录溶液的体积,精确到0.1 mL。封闭容器,避免溶液蒸发。保持 $37\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 环境 $7\text{ d} \pm 1\text{ h}$,取出试样,记录溶液的pH。

7.4.5 分析

按照ISO 22674定量分析每个试验溶液中如8a)规定的金属焊料的成分和被焊接金属材料的成分。另外,还要分析镍、镉、铍和铅的含量。

7.4.6 镜下检查

10倍放大镜下检查激光焊接接头经过7.4.4腐蚀试验前后的外观。记录镜下激光焊接接头的表面影像。

7.4.7 报告

记录分析的方法和所有被测元素的检出限。以 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 为单位分别记录每个试验溶液中检测到的

每个元素的浸出量。计算每个试验溶液中浸出离子的总量,报告两个溶液的平均值。

8 信息和说明书

激光焊接所用金属焊料(焊条)的制造商说明书中应至少包括如下有关激光焊接的应用和加工步骤的下列信息:

- a) 含量大于 1.0%(质量分数)的所有合金元素都应定量标明其含量。所有含量为 0.1%~1.0% 的合金元素,应标明名称或元素符号;
- b) 如果金属焊料中含有大于 0.1% 的镍,则应在包装或附带的文献材料中充分详细的说明预防措施;
- c) 有关吸入金属粉尘的潜在健康危险的一般警示;
- d) 制备和加工说明;
- e) 被推荐与焊料一起使用的金属材料(和)材料的组合。

9 标识和标签

9.1 标识

金属焊料的直接包装上应清晰地标示制造商和材料名称。

9.2 包装

包装中的标签或内插页中应至少标示下列信息:

- a) 制造商或经销商的名称或商标和地址;
- b) 焊料的名称或商品名;
- c) 焊料中的三种主要成分和其质量分数;
- d) 批号;
- e) 最小净重,单位为克(g);
- f) 如果焊料中包含镍[见 8b)],要给予警示,并标示镍的质量分数。

10 检测报告

为了以文件的形式记录本标准中规定的用于激光焊接的金属材料的适用性,应制作检测报告。检测报告应至少包括以下信息:

- a) 用于测试拉伸强度和腐蚀的接头几何形状;
- b) 焊料(若使用);
- c) 使用的激光焊接设备;
- d) 激光焊接的参数设置(脉冲能量、电流、脉冲长度、频率、焦点设置、保护气);
- e) 报告按照条款 7 测定的拉伸强度和腐蚀试验的结果。

附 录 A
(资料性附录)
激光焊接的质量保证

A.1 一般要求

本附录就如何操作激光焊接给出了一些建议,以确保金属和合金的恰当的、可以重复的焊接,以达到本标准的要求。

建议包括以下方面:

- a) 按照 A.2 的要求,对激光焊接装置操作者进行训练。
- b) 符合 A.3 要求的仪器和设备;
- c) 符合 A.6 要求的材料的选择;
- d) 符合 A.7 要求的连接技术;
- e) 按照 A.9.1 的要求,准备激光焊接装置;
- f) 按照 A.9.1 的要求,进行激光焊接;
- g) 检查激光焊接的结果,以符合 A.8, A.9.2 和 A.9.3 的要求。

A.2 激光焊接装置操作者的训练

使用激光焊接设备的操作者宜具有下列方面的足够知识和经验:

- a) 焊接准备工作;
- b) 材料的相容性;
- c) 质量要求;
- d) 质量检测;
- e) 焊接车间和设备。

A.3 焊接车间和设备

所用的激光焊接装置宜适合即将开展的焊接工作。

宜以氩气作为焊接的保护气[符合 ISO 14175 要求的 I 组氩气,代码 No.1 (纯度 $\geq 99.99\%$)]。

通过对激光焊接装置的合理设置(例如:脉冲电压和脉宽),使焊接能量和性能可控。

需要一台放大倍数不小于 15 倍的显微镜。

A.4 保护装置和安全措施

A.4.1 一般要求

在焊接过程中,所有前述的保护装置都必须放在指定的位置,而且所需的任何保护措施均应明示。

A.4.2 激光辐射的个人防护

定期检查激光辐射遮蔽物(比如遮板)的功能性和有效性。

A.4.3 粉尘和废气的个人防护

可运转的排气系统必须在指定的位置并进行充分维护。

A.5 维护和运转状态

A.5.1 焊接设备的维护

宜按照激光焊接装置供应商使用说明的要求,定期维护焊接设备。维护宜予文件化。

A.5.2 运转状态

在焊接之前宜按照 A.9.1 的要求对激光焊接装置的运转状态进行充分的检查。

A.6 材料的选择

按本标准规定,所使用的材料的组合,包括添加剂,宜适合激光焊接的要求。

A.7 连接技术

为了达到预期用途,宜使用合适的接头几何形状(例如:V 型接头、I 型接头、X 型接头、Y 型接头)。如图 A.1 所示。

宜避免激光焊接位于高应力区。

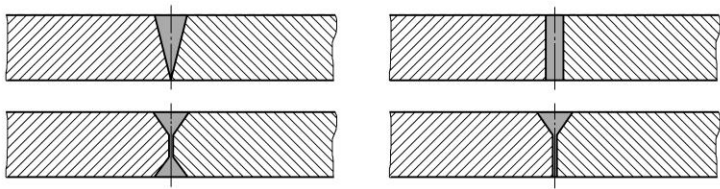


图 A.1 接头的几何形状(V 型、I 型、X 型、Y 型)

A.8 检查焊接结果

焊接结果宜显示 A.9.2 和 A.9.3 要求的所有质量和安全特性。

A.9 试验

A.9.1 激光焊接装置的运转状态

A.9.1.1 一般要求

为了证明焊接参数的可调性,宜按照激光供应商的使用说明书进行核查。

A.9.1.2 肉眼检查

激光焊接装置的所有功能显示宜发出全部运转状态信号。

可以释放并调整保护气的输送,操作压力可以被反复调整。

用合适的眼镜清洁剂清除护目镜上妨碍观察的任何覆盖物。

A.9.1.3 工作显微镜的设置

带有十字线的目镜宜准确聚焦。

通过垂直方向的重复调节(比如升降台),将工件表面移动到聚焦面。目镜聚焦到该第二平面。

操作者的视觉障碍可能会导致聚焦误差,因此要按照激光装置供应商说明书矫正。

A.9.1.4 激光束的检查

通过黑色的感光纸检查激光束。将感光纸铺平,放在焊接室底部的正确位置上。采用供应商提供的规定范围的中等能量和时间参数,发射一个试验光束,使感光纸的表面烧焦。消失的感光层宜呈圆形并且完整。可以允许消失区域有一些小瑕疵。

A.9.1.5 保护气区域的设置

可调节的保护气输送装置中所使用的保护气宜能直接、均匀地流经焊接区域。

保护气的流动宜符合激光焊接装置供应商的说明书。

A.9.1.6 焊接参数的设置和控制

一旦激光装置的焊接参数已经确定,这些参数宜通过反复烧入同一叠纸的相邻焊点的深度而被记录下来。这样,随后的控制可以通过在同一叠纸上已储存的数据来检查。

A.9.1.7 焊接参数的优化

考虑到焊接条件的改变,焊接参数宜按下列方式进行优化:

- a) 测试焊接宜精确地聚焦到平面上进行(比如:手动升降平台);
- b) 焊接参数宜通过预试验确定和调整,焊接参数随焊接工作和被焊接材料而定。

注:用激光焊点熔合的合金小板出现焊接破裂后,记录所用焊接参数的穿透深度和熔化区域外径。破裂的表面宜无可见的空隙,(管)孔和裂缝。目视检查可在激光设备的工作显微镜下进行。

A.9.2 显微镜检查

焊接开始前和结束后宜用工作显微镜对焊接结果进行外部检查,以发现或排除下列缺陷(按照 ISO 6520-1 分组):

- a) 裂纹;
- b) 孔洞(空隙);
- c) 侧壁未熔合缺陷;
- d) 外形变化/几何形状误差(偏心率);
- e) 其他缺陷。

焊接点宜均匀地搭接,重叠率至少为 70%。

宜根据设计的结合点检查焊接点的位置是否适当,对不足予以矫正。如果证明矫正是不可能的,则焊接工作未能满足要求。

A.9.3 适合性

在模型上检查是否满足牙科所需的适合性。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6417.1—2005 金属熔化焊接头缺欠分类及说明(ISO 6520-1:2008, IDT)
 - [2] GB/T 16886.1 医疗器械生物学评价 第1部分:风险管理过程中的评价与试验(GB/T 16886.1—2011, ISO 10993-1:2009, IDT)
 - [3] YY/T 0268—2008 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 0268—2008, ISO/FDIS 7405:2008, NEQ)
 - [4] ISO 14175 焊接消耗品 熔焊及相关工艺用气体和气体混合物(Welding consumables—Gases and gas mixtures for fusion welding and allied processes)
-