

中华人民共和国医药行业标准

YY/T XXXX-XXXX

牙科学 修复用金属材料中主要成分的快
速无损检测
手持式 X 射线荧光光谱法（半定量法）

Dentistry—Rapid Nondestructive Testing of Main Components in Metal Materials
for Prosthodontics—Handheld energy dispersive X-Ray fluorescence spectrometric
method (semiquantitative method)

（征求意见稿）

请将你们发现的有关专利的内容和支持性文件随意见一并返回

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家药品监督管理局 发布

前 言

本标准按照 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》的规则起草。

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承担识别这些专利的责任。

本标准由国家药品监督管理局提出。

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。

本标准起草单位：北京大学口腔医学院口腔医疗器械检验中心、有研医疗器械（北京）有限公司、北京大学口腔医学院。

本标准主要起草人：

征求意见

牙科学 修复用金属材料中主要成分的快速无损检测

手持式 X 射线荧光光谱法（半定量法）

1 范围

本文件规定了用手持式能量色散X射线荧光光谱法测定修复用金属材料中主要成分的无损检测的方法及要求。

本文件适用于制作牙科修复装置及修复体的金属材料，包括贵金属及其合金（金基合金、钯基合金等）、非贵金属及其合金（钴基合金、镍基合金、钛及钛合金、银基合金）。

本文件还适用于由金属材料制作的牙科修复装置及修复体，如冠/桥、金属支架、烤瓷内冠、桥等。

本文件不适用于元素含量<1%的金属元素。

本文件适用于表1 所列含量范围内的金属元素。

表1 适用元素及测定范围

元素名称	测定范围 ^a (质量分数) / (%)
Au	2.0~92
Ag	1~74
Pd	1~80
Pt	1~15
In	1~10
Co	55~65
Cr	20~30
Ni	60~71
Mo	2~13
W	4~10
Cu	5~20
Sn	1~5
Zn	1~10
Nb	1~3
Ti	88~100
Al	1~7
V	3.5~6.5
^a 适用元素及规定的含量范围表示已做过精密度试验，超出该范围的可能也适用，但需要实验室/使用者进行确认。	

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过中文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 223 (所有部分) 钢铁及合金化学分析方法
GB/T 4698 (所有部分) 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法
GB/T 15072(所有部分) 贵金属及其合金化学分析方法
GB 17168-2013 牙科学 固定和活动修复用金属材料
GB/T 31364 能量色散X射线荧光光谱仪主要性能测试方法
GB/T 36226-2018 不锈钢 锰、镍、铬、钼、铜和钛含量的测定 手持式能量色散X射线
荧光光谱法 (半定量法)

3 术语和定义

GB/T 9937、GB 17168-2013、GB/T 31364和GB/T 36226-2018界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

样品受到高能量 X 射线照射激发, 样品中各元素发出特征 X-射线荧光光谱。通过测量所产生的特征 X 射线强度, 根据校准曲线计算试样中主要成分的含量。

5 仪器

手持式 X 射线荧光光谱分析仪。X 射线光管功率 $\leq 2\text{W}$, 管电压最大 50 kV, 分辨率应不大于 180eV。

6 取样和制样

被测样品的有效待测区域直径应大于仪器所选测量区域直径。

被测样品应表面清洁, 平整, 无锈层及涂覆层, 样品厚度不小于所用仪器设备要求值, 推荐不小于 0.3mm, 且无物理缺陷。

屑状或粉状样品, 应装在仪器配套的样品杯中, 压紧, 不留缝隙, 选用较大及平整的表面进行测试。

7 仪器准备

警示——仪器有高压部分, 其初级激发X射线也会产生相当大的辐射剂量, 对使用者有可能造成损伤, 因此, 使用X射线仪器应符合国家有关法规的规定。应按照仪器厂家的安全说明书进行操作, 使用过程中严禁将设备对准人体进行照射。

7.1 环境条件应满足 GB/T 31364 的仪器基本要求, 避免在强磁场环境下使用。

7.2 仪器使用前应预先通电, 开机预热后, 经过初始化能量通道校正, 确认仪器各部分状态正常。预热时间应不少于 5min。

8 测试方法

8.1 仪器的校准

测量样品前，用有证标准物质检验仪器内置校准曲线的有效性。在选定的分析模块下，激发一系列有证标准物质，每个样品至少测定3次，每次测量时间不少于30s，以每个待测元素强度的平均值作为检测结果。若测量的结果处于其标准值的扩展不确定度范围内，则执行测量程序。

8.2 测量

在相同的工作条件下进行样品分析。每种样品至少测量3次，每次测量时间不少于30s，取平均值。

必要时，可选择组成成分相近的有证标准物质对待测样品的测量结果进行修正。根据经验，所选有证标准物质的接近程度可参考以下要求：

主量元素（≥1%）：与有证标准物质的含量相差不应超过±10%。

按仪器说明书的要求，对仪器定期进行校核，以校正仪器日常的漂移。

9 测量结果

根据样品中被测元素的荧光强度，通过仪器内置校准曲线计算出被测元素的含量。测量结果以质量分数（%）的形式报告，测量结果保留小数点后2位数字。

10 影响测量结果的因素

由于口腔修复用金属产品的特殊形状，受方法原理的限制，在使用本方法时检测人员应了解和熟悉以下影响测量结果的因素（这些影响因素在不同情况下将对特征谱线强度的采集产生很大的影响，甚至造成误判）：

- 被测样品与有证标准物质或经化学法或 ICP 定值的实物样品组分和含量有较大的差异
- 被测样品的表面有镀层或经化学处理
- 测量时间
- 样品的形状
- 样品测量的面积
- 被测样品的均匀程度

11 局限性

11.1 因存在标准样品/对照品与被测样品在组分、形状等方面的差异；测试元素范围不确定；表层测量等诸多影响因素，使用本标准判定符合的样品也存在一定的方法风险。

11.2 检验结果存在争议的，应依据 GB/T223（所有部分）、GB/T 4698（所有部分）、GB/T 15072（所有部分）中规定的仲裁方法进行检验和判定。