



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0772.4—2009/ISO 5834-4:2005

外科植入物 超高分子量聚乙烯 第4部分：氧化指数测试方法

Implants for surgery-ultra-high-molecular-weight polyethylene
Part 4: Oxidation index measurement method

(ISO 5834-4:2005, IDT)

2009-12-30 发布

2011-06-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 测试样品 2

5 材料和仪器 2

6 意义和用途 3

7 步骤 3

8 计算 3

9 报告 5

参考文献..... 6

前 言

YY/T 0772《外科植入物 超高分子量聚乙烯》分为五个部分：

——第 1 部分：粉料；

注 1：目前该部分为 GB/T 19701.1—2005《外科植入物 超高分子量聚乙烯 第1 部分：粉料》，等同采用 ISO 5834-1:1998。

——第 2 部分：模塑料；

注 2：目前该部分为 GB/T 19701.2—2005《外科植入物 超高分子量聚乙烯 第 2 部分：模塑料》，等同采用 ISO 5834-2:1998。

——第 3 部分：加速老化方法；

——第 4 部分：氧化指数测试方法；

——第 5 部分：形态评价方法。

本部分为 YY/T 0772 的第 4 部分。

本部分等同采用 ISO 5834-4:2005《外科植入物 超高分子量聚乙烯 第 4 部分：氧化指数测试方法》(英文版)。

为便于使用,本部分做了下列编辑性修改：

- a) “本国际标准”一词改为“本部分”；
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；
- c) 删除国际标准的前言和引言。

本部分由国家食品药品监督管理局提出。

本部分由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会(SAC/TC 110)归口。

本部分起草单位：国家食品药品监督管理局天津医疗器械质量监督检验中心。

本部分主要起草人：姜熙、马春宝、焦永哲。

外科植入物 超高分子量聚乙烯 第4部分：氧化指数测试方法

1 范围

YY/T 0772 的本部分规定了超高分子量聚乙烯(UHMWPE)相对氧化程度的测试方法。

此方法适用于外科植入物用超高分子量聚乙烯(UHMWPE)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 YY/T 0772 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 19701.2 外科植入物 超高分子量聚乙烯 第2部分:模塑料(GB/T 19701.2,ISO 5834-2:1998,IDT)

GB/T 21461.1 塑料—超高分子量聚乙烯(PE—UHMW)模塑和挤塑材料—第1部分:命名系统和分类基础(GB/T 21461.1—2008,ISO 11542-1:2001,IDT)

GB/T 21461.2 塑料—超高分子量聚乙烯(PE—UHMW)模塑和挤塑材料—第2部分:试样制备和性能测定(GB/T 21461.2—2008,ISO 11542-2:1998,MOD)

3 术语和定义

GB/T 21461.1、GB/T 21461.2 确立的以及下列术语和定义适用于 YY/T 0772 的本部分。

3.1

光阑尺寸 aperture size

L_a

红外光谱仪进行光谱测试时使用的矩形光阑的长度和宽度或者圆形光阑的直径。

3.2

本体氧化指数 bulk oxidation index

$I_{ox,b}$

在试样的氧化指数曲线中心附近大约 1.5mm 范围内采集的试样氧化指数平均值。

注:通常测定本体氧化指数的区域是含有最小氧化指数的稳定区域。对于厚度小于 8mm~10mm 的样品,当氧化状态不同时中心区域可能呈现最高氧化指数。

3.3

定位深度 depth locator

d_1

测量从关节面或研究表面到采集光谱并计算对应 I_{ox} 的采集点之间的平均距离。

3.4

增益尺寸 increment size

L_i

试验膜上采集连续红外光谱的两个相邻采集点间的距离。

注:对于给定试样这个距离一般是个定值。

3.5

归一化峰面积 normalization peak area

A_{norm}

在 1330cm^{-1} 和 1396cm^{-1} 之间的归一化峰的总面积。

注:此指标是计算基线和光谱曲线之间的面积,如图 1 所示。

3.6

氧化 oxidation

氧通过化学共价键与另一个分子(如 UHMWPE)结合。

3.7

氧化指数 oxidation index

I_{ox}

1650cm^{-1} 和 1850cm^{-1} 之间吸收峰面积(A_{ox})与 1330cm^{-1} 和 1396cm^{-1} 之间吸收峰面积(A_{norm})的比值,见图 1。

3.8

氧化指数曲线 oxidation index profile

试样氧化指数随着从关节面或研究表面的距离变化而变化的图形。

注:此曲线是 I_{ox} 对 d_1 作图。图形可以反映试样全部厚度的氧化指数变化。

3.9

氧化峰面积 oxidation peak area

A_{ox}

在 1650cm^{-1} 和 1850cm^{-1} 之间的氧化吸收峰总面积。

注:此指标是计算基线和光谱曲线之间的面积,如图 1。

3.10

表面氧化指数 surface oxidation index

$I_{\text{ox},s}$

从试样关节面或研究表面到 3mm 深的亚表面之间的氧化指数平均值。

4 测试样品

测试样品应由 GB/T 19701.2 中规定的 1 型、2 型或 3 型¹⁾超高分子量聚乙烯模塑料制造。

注:用于测试的超高分子量聚乙烯成品没有添加光稳定剂,因此应避免紫外线的影响。

5 材料和仪器

5.1 材料

用于氧化指数测试的试样应由符合 GB/T 19702.2 要求的超高分子量聚乙烯模塑料制造。

5.2 仪器

5.2.1 经校准的红外光谱仪,在分辨率 4cm^{-1} , $0.2\text{mm} \times 0.2\text{mm}$ 的光阑条件下,对厚度为 $0.15\text{mm} \sim 0.25\text{mm}$ 的薄膜在 $1200\text{cm}^{-1} \sim 2000\text{cm}^{-1}$ 范围内进行透射吸收光谱测量。推荐样品的增益尺寸为 0.2mm 。如果可以证明其他采集形式[如百分比反射、衰减全反射(ATR)等],光阑和增益尺寸能产生相同结果,则可以用来采集样品的吸收光谱。光阑太大可能会导致氧化指数曲线失真。

¹⁾ 不再制造 3 型聚合物。然而,为了涵盖库存中的现有储备,本部分中仍保留 3 型材料,直到下次修订。

当使用傅立叶变换红外光谱时,每个光谱应最少扫描 32 次。红外光谱仪和样品仓应用除湿和除二氧化碳的惰性气体(如氮气、氦气或氩气)吹扫,从而将这些因素对光谱干扰最小化。

5.2.2 试样架,能够在光阑下准确定位样品的设备。

5.2.3 显微切片机,能够切制与关节面或研究表面垂直的厚度为 0.15mm~0.25mm 的切片或薄膜的设备。

6 意义和用途

本部分描述的方法可以用来测试在实时条件下储存老化、植入后以及发生加速氧化时超高分子量聚乙烯部件的氧化指数。

7 步骤

7.1 试样的制备

使用切片机或其他适当的设备,制备厚度为 0.15mm~0.25mm 的切片。切片一般在关节面中心或研究表面取材。切片的取向一般垂直于关节面或研究表面。

7.2 试样在光谱仪中的定位

经过背景校正后,将试样薄膜(切片)首先置于光谱仪中,使光阑对准薄膜上从关节面开始的第一个 0.2mm 处。随后在膜宽方向上以 0.2mm 的采点间隔连续采集从关节面到相反表面之间光谱。可以使用较大的采点间隔,然而间隔太大可能导致氧化指数曲线失真。

7.3 红外光谱仪的准备

准备红外光谱仪用于采集超高分子量聚乙烯试样薄膜的透射吸收光谱,按照制造商的建议和 7.1 中描述的条件,按照 7.2 采集连续谱图。

8 计算

8.1 概述

从以下计算中得出的结果可以描述试样的氧化特性或者比较不同试样的氧化特性。

8.2 氧化峰面积

对于每一个吸收光谱而言,应计算在 1650cm^{-1} 到 1850cm^{-1} 之间的吸收峰总面积(如图 1, A_{ox})。此面积是从试样的吸收曲线以下,在相同起点和终点之间的校正基线以上,起点和终点分别是 1650cm^{-1} 、 1850cm^{-1} 。

8.3 归一化峰面积

对于每一个吸收光谱而言,应计算在 1330cm^{-1} 到 1396cm^{-1} 之间的吸收峰总面积(如图 1, A_{nom})。此面积是从试样的吸收曲线以下,在相同起点和终点之间的校正基线以上,起点和终点分别是 1330cm^{-1} 、 1396cm^{-1} 。

8.4 氧化指数

对于每一个吸收光谱,通过将氧化峰面积(8.2)除以归一化峰面积(8.3)来计算其 I_{ox} ,如图 1。

8.5 定位深度

利用以下公式计算从关节面到每个光谱和其对应 I_{ox} 采集点间的平均距离(d_1):

$$d_1 = 0.5L_a + nL_i \dots\dots\dots (1)$$

其中:

L_a : 指步进方向上的光阑尺寸(μm);

n : 指光阑从关节面起始位置开始移动的增益次数;

L_i : 指增益尺寸(μm);

注: 通过仪器记录的吸收与红外光束扫描的试样(光阑)面积相对应。等式中 $0.5L_a$ 这项是将相对于试样膜起始点或边缘的光阑中心位置计算在内。

8.6 试样的表面氧化指数

通过计算定位深度(d_1)值在 $0\text{mm} \sim 3\text{mm}$ 之间的试样氧化指数(I_{ox})平均值来计算试样的 $I_{ox,s}$ 。

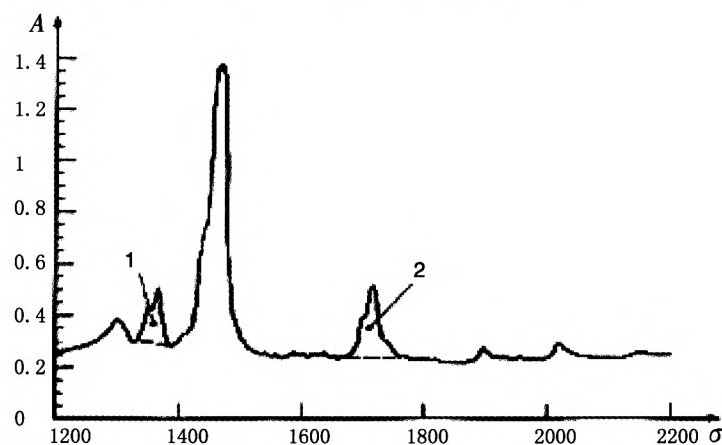
注: 试样亚表面到试样关节面的最初 3mm 在真实使用过程中一般会经历最大程度的真实氧化和最大应力。在这一重要区域, $I_{ox,s}$ 是反映试样氧化程度的一种方法。

8.7 试样的本体氧化指数

通过计算对应于材料中心大约 1.5mm 的试样氧化指数(I_{ox})平均值来计算试样的 $I_{ox,b}$ 。

8.8 试样氧化指数曲线

将试样的氧化指数(I_{ox} , y 轴)对相应的定位深度(d_1 , x 轴)作图。



关键词:

A : 吸收值;

σ : 波数 cm^{-1} ;

1 归一化峰面积, $A_{\text{norm}}(1370\text{cm}^{-1})$;

2 氧化峰面积, A_{ox} 。

$$I_{ox} = A_{ox} / A_{\text{norm}}$$

图1 氧化超高分子量聚乙烯的典型红外光谱图,
图中定义了用 1370cm^{-1} 作为归一化峰的氧化指数峰面积

9 报告

9.1 概述

关于试样制备、材料前处理历史和光谱仪操作参数的细节记录是非常重要的。报告应至少包括9.2~9.8的信息。

9.2 关于材料的信息

报告中应包括树脂类型、树脂批号、固化方式、制造商和制造商批号。报告中应包括固化后的任何特殊处理,例如热等静压(HIP)、退火、灭菌、交联、稳定剂的加入、加速老化和贮存条件。

9.3 试样信息

每个试样都应按矫形植入物或外固定器械或实验室测试样品来明确区分。应详细描述试样的几何形状,并注明试样膜相对于其几何形状的取向情况。报告中应包括原始试样的任何特殊后处理,例如退火、灭菌、交联、稳定剂的加入、加速老化和贮存条件。

报告中应包括试样膜的厚度和总宽度以及试样膜的任何特殊后处理,例如退火、灭菌、交联、稳定剂的加入、加速老化和贮存条件。

9.4 红外光谱仪参数

报告中应包括光谱仪的制造商和型号以及光阑尺寸、增益尺寸、光谱分辨率和扫描次数。

9.5 计算方法

报告中应明确描述计算 I_{ox} 、 $I_{ox,s}$ 、 $I_{ox,b}$ 、 I_{ox} 曲线的方法。

9.6 试样的计算表面氧化指数

报告中应包括每个试样的表面氧化指数。

9.7 试样的计算本体氧化指数

报告中应包括每个试样的本体氧化指数。

9.8 试样的计算氧化指数曲线

报告中应包括每个试样的氧化指数曲线。

参 考 文 献

- [1] ISO 5834-1 Implants for surgery—ultra — high molecular weight polyethylene—Part 1; powder form
 - [2] ISO 5834-3 Implants for surgery — ultra—high molecular weight polyethylene—Part3; Accelerated ageing methods
 - [3] ISO 14242(all parts) Implants for surgery — wear of total hip—joint prostheses
 - [4] ISO 14243(all parts) Implants for surgery — wear of total knee—joint prostheses
-

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
外科植入物 超高分子量聚乙烯
第 4 部分:氧化指数测试方法

YY/T 0772.4—2009/ISO 5834-4: 2005

*

中国医药科技出版社出版发行
北京市海淀区文慧园北路甲 22 号
邮政编码:100082

网址 www.cmstp.com

电话:发行:010—62227427 邮购:010—62236938

三河市腾飞印务有限公司印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 18 千字

2011 年 5 月第一版 2011 年 5 月第一次印刷

*

书号:145067·28 定价 15.00 元

如有印装差错 由本社发行部调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)62214756