



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1655—2019

骨接合植入物 接骨板和接骨螺钉 微动腐蚀试验方法

Implants for osteosynthesis—Standard test method for measuring fretting
corrosion of osteosynthesis plates and screws

2019-05-31 发布

2020-06-01 实施

国家药品监督管理局 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 试验方法概述 1

4 意义和应用 1

5 仪器设备 2

6 试剂和材料 3

7 测试样品 4

8 试验步骤 4

9 计算或结果的解释 5

10 报告..... 5

附录 A（资料性附录） 原理 6

附录 B（资料性附录） 确定螺钉扭矩和轴向载荷之间关系的方法 7

参考文献..... 8

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法参考 ASTM F897-13《接骨板和接骨螺钉微动腐蚀试验方法》编制。

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。

本标准由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会骨科植入物分技术委员会(SAC/TC 110/SC 1)归口。

本标准起草单位:天津市医疗器械质量监督检验中心、北京市富乐科技发展有限公司、西北工业大学。

本标准主要起草人:赵丙辉、马金竹、仇万裕、郭子学、付增祥。

骨接合植入物 接骨板和接骨螺钉 微动腐蚀试验方法

1 范围

本标准规定了一种用于确定骨接合手术(骨折内固定术)中接骨板和接骨螺钉的接触区域由于发生微动腐蚀而导致的金属损失量的筛选试验方法。按照植入物临床使用的方式进行试验。试验机使接骨板和接骨螺钉发生相对运动,用以模拟其临床使用时可能出现的一种运动方式。

本标准可用于测试相同或不同合金成分的金属接骨板和金属接骨螺钉的微动腐蚀,也适用于测试金属—非金属组合。本标准也可用于非金属材料的磨损和降解研究。此外,本标准可作为生理盐水和蛋白质溶液腐蚀作用的分级筛选试验方法,或用于对金属—金属组合抗微动腐蚀的能力进行分级,或用于研究其他材料组合。

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。

YY 0017 骨接合植入物 金属接骨板

YY 0018 骨接合植入物 金属接骨螺钉

3 试验方法概述

一个两孔板通过接骨螺钉连接到两个塑料棒上,在接骨板和棒之间放置弹性垫片,将其放在一个玻璃烧杯中,烧杯用一个弹性橡胶盖密封。该组件使用蒸汽灭菌,然后将无菌溶液通过橡胶盖注入到烧杯。将该组件安装到一个产生摇摆运动的微动装置上,使得板和螺钉的啮合面发生一个微小的周期性位移。试验结束时通过测量接骨板和接骨螺钉的质量损失和分析溶液的化学成分得到微动腐蚀量。试验原理可参见附录 A。

4 意义和应用

4.1 通过检查植入物使用后的情况可以得知,骨接合术中使用的接骨板和接骨螺钉由于板—钉界面处发生腐蚀会产生金属损失。腐蚀作用的原理之一是由于螺钉头和板孔接触面相对运动(微动)产生的微动腐蚀。

4.2 腐蚀产物释放到植入物周围的组织中可能会对局部组织产生不良反应或发生全身效应。因此,减少组织中腐蚀产物是非常重要的。

4.3 螺钉和板可采用不同的配置,只要其符合 YY 0018 和 YY 0017 即可。本标准可用来评价不同螺钉和板组合设计的影响。由于骨折治疗中新的材料和产品设计不断地出现,确定这些新的改进对微动腐蚀产生的金属损失量的影响非常重要。

4.4 本标准提供了一种标准的筛选试验方法,可对金属接骨板和螺钉抵抗微动腐蚀的能力进行分级,以及确定不同溶液对微动腐蚀速率的影响。

4.5 本标准提供的试验方法也可以用于产生微动腐蚀产物,以便对该腐蚀产物进行化学成分分析,或使用动物或细胞培养方法测试其对腐蚀产物的生物学反应。

4.6 微动腐蚀速率与法向载荷或压强、频率、滑动幅度、材料、表面处理和环境因素有关。因此确定这些参数中的某个参数发生变化后的影响时(例如材料或环境),其余参数应保持不变,以便于对结果进行解释。

5 仪器设备

5.1 蒸汽灭菌器,应能保持 $(121\pm2)^{\circ}\text{C}$,并装有温度计、压力表、排气阀和一个用于固定试验装置的架子,以保证试验装置位于水面以上。

5.2 微量天平,精度为 0.01 mg。

5.3 微动腐蚀装置可参见 5.3.1~5.3.4 以及图 1 和图 2。试验装置在设计时应便于对试样和试验装置灭菌,因为试验中允许使用的蛋白质溶液在非灭菌条件时会因为微生物的生长而发生污染:

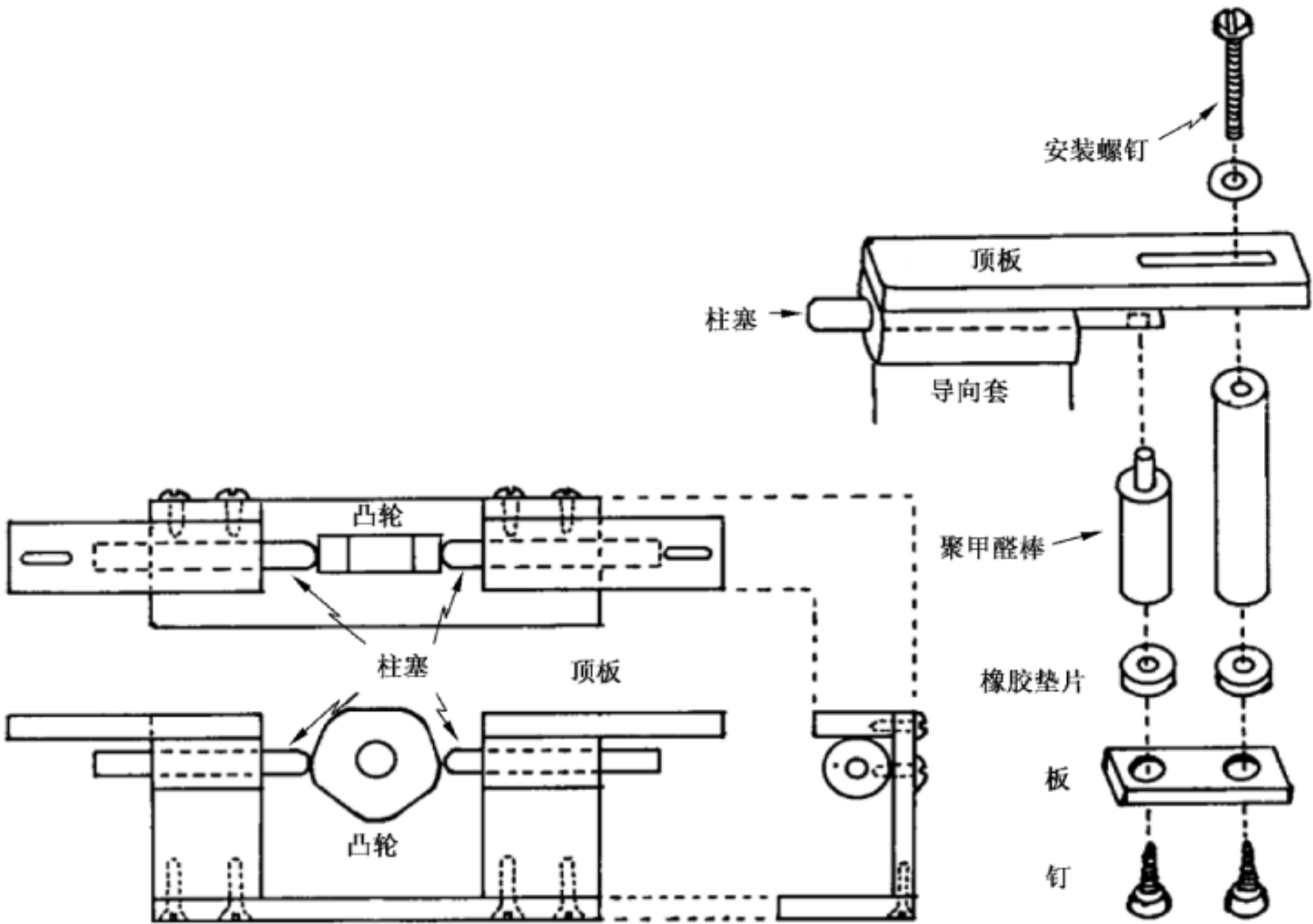


图 1 两孔板微动(THPF)测试装置

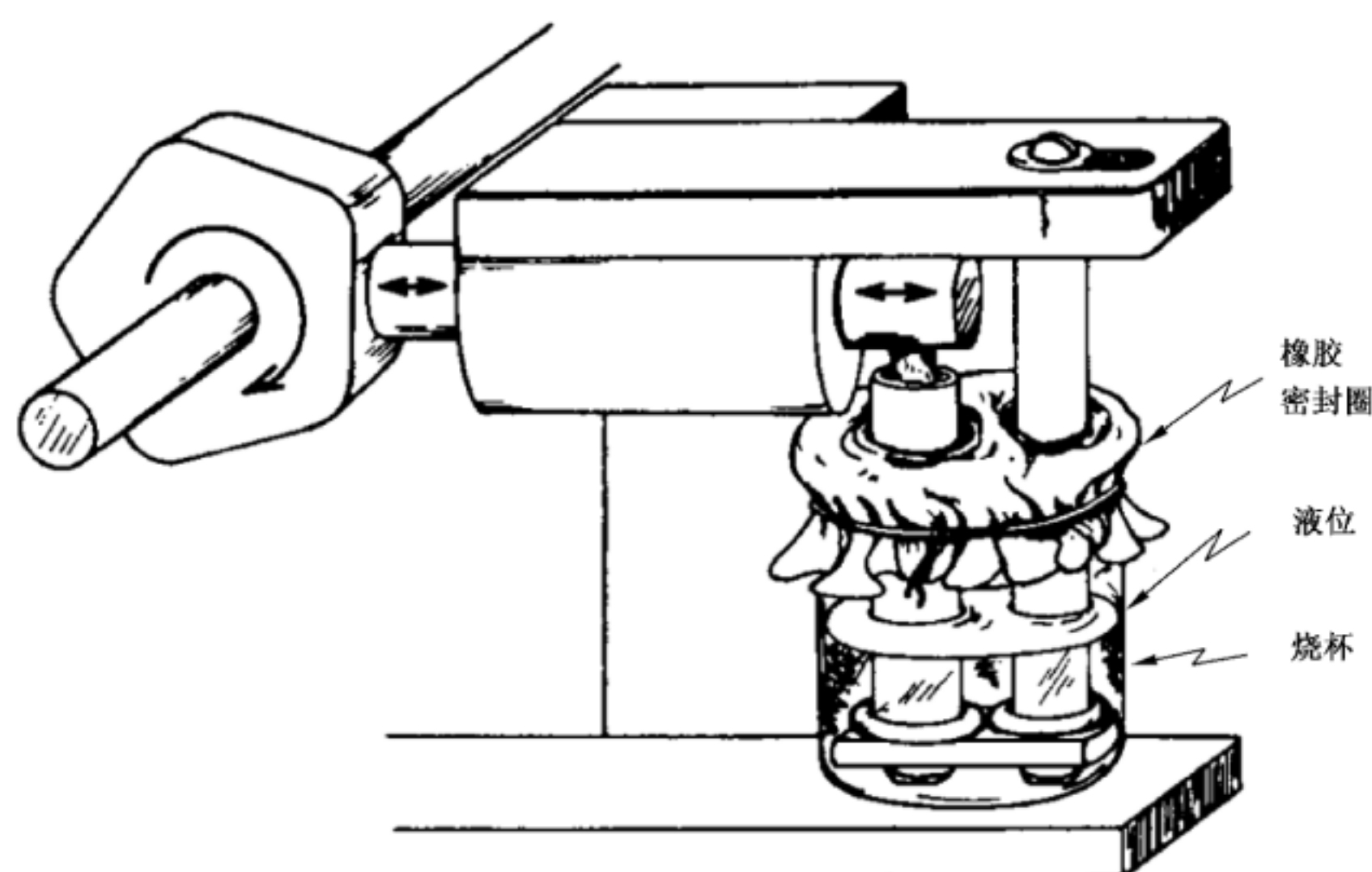


图2 装配橡胶密封盖的试验装置

- a) 微动腐蚀装置由一个连接到水平旋转轴上的低速齿轮电机驱动。如图1所示,将加工出平面的圆盘(凸轮)固定到驱动轴上。驱动轴上可安装多个凸轮以实现对多试样同时进行测试。
- b) 凸轮加工成可使测试组件的棒之间产生 2° 的相对运动。

注:推荐采用的短棒长度为5 cm,柱塞冲程为1.9 mm。

- c) 轴的转速和凸轮面的数量应使柱塞每秒钟摆动一次。
- d) 测试组件的固定和驱动架在旋转凸轮两侧对称安装。导向套内弹簧使得往复式柱塞复位。将顶部板的孔开槽以便调整测试组件的位置。

5.4 测试组件由两个塑料棒、两个弹性垫片、两孔板、两个接骨螺钉、一个烧杯和一个橡胶盖组成:

- a) 长棒一端有螺纹孔与安装螺钉连接,另一端有螺纹孔与骨螺钉连接。
- b) 短棒一端直径缩小以便连接水平的往复式柱塞,另一端有螺纹孔与骨螺钉连接。
- c) 弹性垫片可由聚二甲基硅氧烷或丁腈橡胶制作而成,它用于保持螺钉上的轴向载荷并允许螺钉的摇摆运动产生必要的轴向位移,同时防止螺钉发生疲劳失效。螺钉上施加 (400 ± 50) N的预紧力;也可使用其他数值的预紧力,但在这种情况下该预紧力应在报告中注明(见10.1)。在实际操作中,测量螺钉扭矩可能比轴向载荷更容易,确定扭矩与载荷之间关系的方法参见附录B。
- d) 用于测试的板和螺钉,见第7章。
- e) 硼硅玻璃烧杯,可用于高压蒸汽灭菌。
- f) 橡胶盖为一块薄的弹性橡胶,在上面打两个孔使塑料棒与其紧密贴合。厚的(如:0.3 mm)牙科用乳胶套可有效地用于此目的。橡胶盖用金属丝、橡皮筋或其他一些适当的装置固定到烧杯。

6 试剂和材料

6.1 测试溶液为0.9%氯化钠蒸馏水溶液。在进行试验前测量溶液的pH。如果有必要,将pH调节至6.5~7.5的范围。

6.2 其他测试溶液可由生理盐水与注射用的电解质溶液,或生理盐水与蛋白质溶液配制而成。如果使用蛋白质溶液,应按照8.1.5中的要求灭菌。可以直接购买无菌蛋白质溶液,或通过过滤灭菌。这些信

息应按照 10.1 中的要求记录。

7 测试样品

7.1 板

7.1.1 测试板可直接从商用接骨板上截取得到。

7.1.2 测试板可用 3.5 mm 或更厚的金属板加工取得。孔可预先加工成符合 YY 0017 的要求,可能是圆孔、长圆孔或自加压型孔。

7.2 螺钉

7.2.1 测试螺钉可直接使用商用接骨螺钉。宜采用球形设计的钉头,不过其他形状的螺钉也可进行试验。

7.2.2 螺钉也可由符合 YY 0018 中规定材料的棒料加工而成。

7.3 样品状态

所选试样应为标准的骨接合植入物或加工成合适形状的材料。试样使用时可与植入物制造商供货状态一致;自制试样宜参见 ASTM F86 规范进行表面处理。

8 试验步骤

8.1 测试组件的准备(见图 1)

8.1.1 使用洗涤剂或其他脱脂剂对接骨板和接骨螺钉进行超声清洗,以避免其沾染油脂及污垢。用蒸馏水冲洗后,立即在暖风中吹干。

8.1.2 分别对板和每个螺钉单独进行称重。然后将三者一起在精度为 0.01 mg 的微量天平上进行称重。

8.1.3 将板用橡胶垫片和骨螺钉连接到棒上。将螺钉拧紧并施加 (400 ± 50) N 的预紧力。对于特定的金属、钉头、板孔机制,其扭矩和预紧力的关系已有研究结果,因此可以通过测量扭矩来间接确定预紧力。

8.1.4 将组装好的测试样品置于硼硅烧杯中,加入测试溶液并用橡胶盖密封,将棒头部从密封盖穿出。

8.1.5 如果测试溶液中含有可能支持微生物生长的蛋白质,那么测试组件和溶液都应灭菌。加入液体前将测试组件在 121 °C 下蒸汽灭菌 20 min。在密封盖和棒之间小心地打开一个小缝隙,使用无菌注射器和注射针将灭菌后的液体注入烧杯中。

8.2 测试组件安装

8.2.1 将短塑料棒连接到水平柱塞,将较长的棒连接到顶部的板上,通过安装螺钉固定在组装座上。

8.2.2 启动电机并查看水平柱塞是否为全动。橡胶垫片的回弹力可能不能保证柱塞弹簧在整个往复周期中使柱塞和凸轮保持接触。调整安装螺钉的位置确保其始终保持接触。持续不断地进行 1 000 000 个周期的试验。如果试验未能连续进行,详细记录中断的细节。

8.3 测试完成

8.3.1 到达指定的微动腐蚀试验时间后,停止电机并移除测试装置。

8.3.2 去掉密封盖,将螺钉和板从垫片和塑料棒上移除。

8.3.3 在测试液体中超声清洗试验样品,以去除所有多余的腐蚀产物。

8.3.4 将测试液和残渣倒入一个带螺纹盖的容器中、测量溶液的 pH 并保存测试液用于化学分析。如果溶液中包含有机物质,容器应为无菌。使用原子吸收光谱法确定适当的金属的浓度。镍的浓度可参见测试方法 ASTM D1886。

8.3.5 将板和螺钉在洗涤剂中用超声清洗干净,并用蒸馏水冲洗。再次称重前用暖风吹干。必要时可用更强的冲洗液对其进行额外的清洗,例如使用 10% 的草酸或 ASTM G1 规范给出的溶液。

8.3.6 分别对板和螺钉进行单独称重。然后将它们一起在精度为 0.01 mg 的微量天平上进行称重。

9 计算或结果的解释

分别计算板和每一个螺钉的重量变化,以及三者共同称量时的总重量损失。

本标准使用国际单位制。

10 报告

10.1 报告应包括用于制造板和螺钉的材料详细说明,例如,化学成分、晶粒度、硬度、夹杂物含量,板和螺钉的设计和尺寸、金属的表面处理情况、施加在螺钉上的轴向力[若不在 (400 ± 50) N 范围时]、测试前后测试溶液 pH、测试溶液的成分,以及微动周期和洗涤液类型的详细信息。

10.2 微动腐蚀量的报告应包括以下几方面:

- a) 单个组件的质量减少量;
- b) 总重量损失;
- c) 在溶液中腐蚀产物的量。

10.3 描述发生微动腐蚀的区域的外观和破坏情况。

附 录 A
(资料性附录)
原理

本标准是在 Brown and Merritt 发表的文献研究结果基础上提出的。这些文献表明该类型的设备能够在 7 d~14 d 这样相对短时间内产生可测量的因微动腐蚀而导致的重量损失和金属释放。结果具有足够的重复性,因此允许使用相对较小的样本数来比较金属或者测试液的结果。这些文献也证明了用该方法能够产生足够的腐蚀产物以便研究腐蚀产物的生物学影响。本标准所述的装置是一个可得到所需的相对运动模式的例子,也可以采用其他驱动机制。

由于本标准中的试验环境和应力条件与接骨板在临床上用于人体时的环境可能并不一致,所以最终的微动腐蚀速率可能会低于或高于临床试验时的结果。在推荐的载荷和角位移组合作用下,外科用合金在相对较短时间内(7 d~14 d)发生的微动腐蚀量是可测量的。

选择 400 N 的载荷不是用来模拟体内产生的负载,而是为了允许系统采用小的回位弹簧时能正常运行。有报告表明,微动腐蚀量对这个范围内(400 ± 50)N 轴向载荷发生的微小变化是不敏感的。选用的微动频率可模拟体内情况,并降低加热和液体搅动带来的影响。橡胶密封盖用来减少由于液体蒸发引起的浓度变化,同时也允许使用蛋白质溶液并最大程度地避免被微生物污染的风险。使用蛋白质溶液时应对组件和溶液进行灭菌,但使用非蛋白溶液时不需要灭菌。试验在室温下操作,而不是 37 °C 的体温,以尽量减少蒸发、设备故障和较高的温度引起的微生物生长的问题。

本标准还可用于比较不同金属的微动腐蚀速率和不同溶液对腐蚀的影响。本标准不是预期用于质量控制,也不是新材料研发中必须进行的试验。

附录 B

(资料性附录)

确定螺钉扭矩和轴向载荷之间关系的方法

本标准需使用可测量拉伸载荷的试验机上的机电载荷传感器。

将一个聚甲醛棒固定到载荷传感器的末端。棒的一端连接到传感器上,棒的另一端加工有螺纹孔,与微动腐蚀试验中螺钉的螺纹一致。

构建一个垂直于载荷测量轴的金属平台。用连接到载荷传感器安装架的金属棒支撑该平台。支撑棒应足够长,以保证平台和聚甲醛棒末端之间留出 3 mm 的间隙。在平台钻孔以允许测试螺钉穿过平台插入聚甲醛棒上。

将测试螺钉通过测试板孔、橡胶垫片,穿过平台上的孔连接到带螺纹的聚甲醛棒上。使用特定扭矩拧紧螺钉,扭矩测量仪的精度应能够达到 $\pm 0.1 \text{ N} \cdot \text{m}$ 。记录产生 300 N、350 N、400 N、450 N、500 N 的轴向载荷所需的扭矩。

参 考 文 献

- [1] ASTM G1 准备、清洗和评估试样腐蚀的标准规范(Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens)
 - [2] ASTM D1886 Test Methods for Nickel in Water
 - [3] ASTM F86 Practice for Surface Preparation and Marking of Metallic Surgical Implants
 - [4] Brown, S. A., and Merritt, K., “Fretting Corrosion of Plates and Screws: An In Vitro Test Method,” ASTM Symposium, May 1983.
 - [5] Brown, S. A., and Merritt, K., “Fretting Corrosion in saline and serum,” Journal of Biomedical Materials Research, Vol 15 (1981), pp. 479-488.
 - [6] Brown, S. A., and Merritt, K., “The Effects of Serum Proteins on Corrosion Rates In Vitro, Clinical Applications of Biomaterials, Lee, Albrektsson, and Branemark, eds., John Wiley, Chichester, 1982, pp. 195-202.
 - [7] Sherwin, M. P., Taylor, D. E., and Waterhouse, R. B. “An Electrochemical Investigation of Fretting Corrosion of Stainless Steel,” Corrosion Science, Vol 11 (1971), pp. 419-429.
-

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
骨接合植入物 接骨板和接骨螺钉
微动腐蚀试验方法

YY/T 1655—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年6月第一版

*

书号: 155066·2-34067

版权专有 侵权必究



YY/T 1655-2019