



中华人民共和国国家标准

GB/T 25440.4—2010/ISO 12891-4:2000

外科植入物的取出与分析 第4部分：取出陶瓷外科植入物的分析

Retrieval and analysis of surgical implants—
Part 4: Analysis of retrieved ceramic surgical implants

(ISO 12891-4:2000, IDT)

2010-11-10 发布

2011-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 取出,处理和包装程序.....	1
5 植入物界面分析	2
6 植入物分析	2
7 植入物性能	4
附录 A (资料性附录) 取出陶瓷外科植入物分析的标准格式	5
附录 B (资料性附录) 陶瓷材料评价的检测方法	8
参考文献	10

前 言

GB/T 25440《外科植入物的取出与分析》分为四个部分：

- 第1部分：取出与处理；
- 第2部分：取出金属外科植入物的分析；
- 第3部分：取出聚合物外科植入物的分析；
- 第4部分：取出陶瓷外科植入物的分析。

本部分为 GB/T 25440 的第4部分。

本部分等同采用 ISO 12891-4:2000《外科植入物的取出与分析 第4部分：取出陶瓷外科植入物的分析》(英文版)。

本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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：齐宝芬、李立宾、付瑞芝、李沅。

引 言

取出外科植入物和邻近组织的研究对临床并发症具有诊断价值,可以加深对临床植入物性能和植入物与人体相互作用的认识,提供植入物性能和安全性的信息,从而促进生物相容性植入材料的发展及提高使用寿命。

GB/T 25440 的本部分为取出陶瓷外科植入物的分析提供了指导,目的是减少对植入物的损害、确定典型的研究方法、对不同来源的研究结果进行比较。本部分也可用于动物体内的取出和分析。GB/T 25440 的其他部分描述了陶瓷材料之外的其他材料制造的植入物的取出和处理的详细过程以及分析方法。

GB/T 25440.1 提供了取出与处理的总体指导,并应用于本部分及其他部分,这些部分涉及不同材料的分析。GB/T 25440.1 的资料性附录 B 和附录 C 包括了临床和取出数据收集的示例。这些数据在 GB/T 25440 的其他部分不再重复;根据取出的外科植入物、可能附着或伴随的生物材料及取出和分析的目的,可以对它们进行删减和增加。

外科植入物的取出与分析

第4部分:取出陶瓷外科植入物的分析

1 范围

GB/T 25440 的各部分对外科植入物及其相关样品的取出、处理和分析提供了指导,植入物及相关样品来自于患者体内的例行取出、外科修复或尸检。制订本标准的目的是为植入物的取出与分析提供一个导则,以避免由于样品的损伤而影响调查结果,并为在适当的时间和环境下采集数据提供指导。GB/T 25440 的第1部分指导植入物的取出及处理,第2部分至第4部分规定了特定材料植入物的分析方法,包括报告收集数据时所用的方案。对于特殊的研究项目,需要附加更为详细的方案。如果使用特殊的分析技术,则宜指明适当的程序。

本部分为取出陶瓷外科植入物的分析提供了指导。有关陶瓷的一般信息,见参考文献。依据对植入物破坏程度的不断增大,研究可分为三个阶段。研究阶段和类型的选择取决于植入物的类型和研究目的。

本部分涉及的是“致密”、“稳定”的陶瓷,例如氧化铝和四方氧化锆。然而在适当的时候,本部分也可以用于不太稳定的陶瓷(例如羟基磷灰石)和生物活性陶瓷(例如磷酸三钙)。第6章中某些规定用于对这些类型的陶瓷进行分析。

使用本部分所涉及的取出植入物、组织及相关生物材料的处理与分析遵循国家法律及法规规定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 25440 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 25440.1—2010 外科植入物的取出与分析 第1部分:取出与处理(ISO 12891-1:1998, IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 25440 的本部分。

3.1

陶瓷外科植入物 **ceramic surgical implant**

以外科技技术植入人体的陶瓷材料医疗器械。

注1:以下简称“植入物”。

注2:可以用于复合植入物的一部分。

4 取出,处理和包装程序

取出、处理、包装和相关人员的防护程序应符合 GB/T 25440.1 的规定。

注:作为预防措施,取出的植入物宜用适当的方法灭菌,此方法不宜对植入物和预期研究产生不利的影响,相应细节见 GB/T 25440.1—2010 的附录 A。

5 植入物界面分析

5.1 植入物/组织界面

取出植入物的相关重要信息通常位于植入物/组织界面。应注意对植入物周围组织中的颗粒进行研究。若可能,考虑进行植入物降解副产物的化学分析及植入物细胞学反应的研究。

在植入物表面可能会引起组织向其内部生长,应特别注意对植入物和组织界面进行研究,并且记录研究结果。甚至可以对随植入物一同粘出而非故意取出的微小组织残渣进行检验。

与植入物表面距离不同的组织,其外观有很大差异,因此结合植入物分析组织显得尤为重要(见 GB/T 25440.1—2010,如 4.5)。

5.2 植入物/植入物界面

当陶瓷植入物与其他植入部件连接或接触时,应注意其接触部分的表面状况。其研究应结合接触面一起考虑,可以参考 GB/T 25440 中有关接触部件材料的部分。

6 植入物分析

6.1 概述

本章描述对取出植入物进行的相关分析,根据研究的深度不同分为 I 到 III 三个阶段,分析内容包括宏观检查、微观检查、化学成分、物理性能和机械性能。

6.2 不同检验阶段的标准格式

附录 A 中给出了研究的每一个阶段所要记录信息的标准格式。附录 A 的格式只是一个框架,植入物分析中不使用的部分格式可以忽略。另一方面,该格式也可以扩展及修订。

最少临床信息和其他临床材料记录的标准格式见 GB/T 25440.1—2010 附录 B。

如果可能且需要,应对植入物的每一个部件进行单独分析。如果涉及陶瓷以外的其他材料,应考虑 GB/T 25440 中其他相关部分。由于不同植入物用陶瓷材料种类分析的复杂性,并且由于本部分中推荐的潜在分析和测试数量众多,研究分为不同的阶段。研究的选择应依据植入物的取出原因和破坏性试验中的限制条件进行。对常规取出物只进行最少量项目研究;对怀疑功能受损的取出物需要进行更多项目试验;对性能不良或失效取出物则可以进行更广泛的研究。

6.3 第 I 阶段研究 宏观检查(非破坏)

6.3.1 识别/照相

应对在植入物上找到的标识、产品编号、批号、尺寸等标记进行记录(参见附录 A)。如有需要,应保存相关数据的照片文件。

6.3.2 目视检查

通过适当的技术观察植入物的表面,以确定是否出现任何形式的缺陷、表面变化或破坏。

本阶段无论何种情况,都不能在失效的植入物表面进行破坏性评定。

6.3.3 低倍光学检查

在低倍光学体视显微镜下进行整体检查,按照附录 A 记录评估程度。

6.3.4 进一步评定

如果第 I 阶段的工作已完成,需要进一步的研究以阐明观测到的数据或评定植入物的其他性能及失效模式,则应进行第 II 阶段研究。

6.4 第 II 阶段研究 微观检查(少部分破坏)

6.4.1 概述

需要的情况下,第 II 阶段研究应在第 I 阶段研究之后进行,进一步评估植入物的特性和(或)其失效模式。此研究等级主要取决于在大部分可能的非破坏性方法下对植入物的失效模式和性质改变进行的评定(参见附录 A)。

6.4.2 微观检查

采用与所检查材料相适应的标准光学显微镜或扫描电子显微镜检测技术进行研究。

当采用扫描电子显微镜时,可能要求特殊的制备技术以提供导电性。

6.4.3 断口分析

如果植入物发生断裂,可通过适当的技术对断裂表面进行分析以帮助确定断裂方式。总之,应避免破坏性评定。如果植入物出现机械失效,断口分析可能成为法律证据。

6.4.4 表面状况

当研究取出陶瓷植入物的磨损和非磨损区域时,表面粗糙度检验可以辅助形态学的评定。(参见 A.3、A.4 和 B.2)。

6.5 第Ⅲ阶段研究 材料研究(大部分破坏)

6.5.1 概述

如果有必要进一步研究以评定植入物性能,则应进行附录 A 中第Ⅲ阶段列出的测试来进一步表征植入物及其历史。

试验方法参见附录 B。

6.5.2 材料成分

6.5.2.1 采用简单的方法来验证制造商指明的陶瓷类型对于一个特定的取出物检验已经足够。如果需要更多的详细内容或陶瓷材料的性质未知,则应采用适当的技术来测定其物理和化学性能。如果存在合适的陶瓷植入物材料标准,可以引用它们来鉴别植入物材料(参见附录 B)。

6.5.2.2 使用公认的分析方法来确定陶瓷植入物的化学成分,应区分成像技术如 X 射线荧光分析和 EDX 分析及精确定量和专业技术,例如原子吸收光谱和分光光度分析。

6.5.2.3 对于重要的部位,可采用 X 射线衍射技术确定结晶度和原子结构。

6.5.3 微观结构

6.5.3.1 在需要的情况下,采用标准陶瓷处理和检验技术来确定材料的微观结构。如光学显微镜术和电子显微镜术。

6.5.3.2 用适宜的方法确定晶粒度。

6.5.3.3 检查夹杂物、孔隙和潜在的缺陷。夹杂物的测定可采用电子光学分析(例如,扫描电镜 X 射线电子衍射分析)。

6.5.3.4 多孔陶瓷材料,应测量平均孔径。

6.5.3.5 报告中应说明植入物被分析的区域或部位及检验结果,并详细描述分析方法。

6.5.4 机械性能

6.5.4.1 根据植入物及其应用确定该阶段采用的试验类型。机械性能测试参见附录 A 中的第 8 章(参见附录 B 中推荐方法)。

6.5.4.2 按照材料的相应标准测定密度和硬度(参见附录 B 中推荐方法)。对于高硬度致密稳定的陶瓷植入物,推荐使用努氏硬度测试。

6.5.4.3 如果需要且可能,应按照相应的材料标准测定拉伸性能、弯曲性能、压缩性能等,以及其他可用于从植入物上取出的试样的机械性能。可以改变相应方法标准描述的试样尺寸以适应待研究的植入物的形状和大小。这一点在测试结果的评定中应加以考虑。

6.6 经表面处理或涂层植入物的相关规定

6.6.1 如果陶瓷植入物进行了表面处理或涂层处理,则应考虑以下方面。

6.6.2 检查植入物的结构完整性。尤其要注意植入物表面区域发生的变化,如分层、缺失或其他改变。

6.6.3 适当时,记录碎片或磨损碎屑的位置并检查与周围组织的关系。

6.6.4 若需要,应进行特定的测试以评估涂层或基体性质(例如化学组成、微观结构和机械性能)。

6.6.5 若需要,应分析与植入物或任何碎片、碎屑相关的组织。

6.7 生物降解陶瓷植入物的相关规定

6.7.1 采用陶瓷制成的生物可降解植入物,可以采用本部分中描述的试验方法;然而,应对生物可降解陶瓷预期随时间发生的物理和化学变化加以解释。

6.7.2 检查植入物的结构完整性。尤其要注意植入物表面区域发生的变化,如分层、缺失、断裂或其他改变,应加以详细描述。

6.7.3 适当时,记录碎片或磨损碎屑的位置并检查与周围组织的关系。

6.7.4 若需要,应分析与植入物或任何碎片、碎屑相关的组织。

7 植入物性能

评价待研究植入物的临床性能,尤其在失效或损坏情况下,应考虑植入物应用、生理条件、临床历史和植入物载荷。

附录 A

(资料性附录)

取出陶瓷外科植入物分析的标准格式

记录编号_____

记录日期_____

取出陶瓷外科植入物的检查

这个报告针对于_____个总部件中的第_____号部件。

状态: 无损☐ 断裂☐ 开裂☐ 磨损☐ 损伤☐

注: 该格式为如何进行植入物分析和结果描述提供指导。不适用的部分可以删除或者标注不适用。可以在该格式的基础上形成特殊格式。需要的情况下, 应加入附加的观测结果。

第 I 阶段研究(非破坏)

1. 植入物类型(如可获得, 还包括制造商和型式)

识别标记_____ 尺寸_____

2. 材料类型(尽可能详细描述)

3. 宏观检查, 目视和使用低倍显微镜(用是、否、不确定或不适用来评估; 如果需要, 应进一步描述)

部位	评估程度
a) 磨损(描述外观)_____	_____
b) 变色_____	_____
c) 材料转移_____	_____
d) 刮痕或凹陷_____	_____
e) 碎片_____	_____
f) 主要裂纹_____	_____
g) 表面裂纹、龟裂纹_____	_____
h) 碎屑_____	_____
i) 表面侵蚀_____	_____
j) 机械损伤_____	_____
k) 宏观气孔_____	_____
l) 组织附着物_____	_____
m) 其他降解迹象_____	_____

第 II 阶段研究(少部分破坏)

用高倍显微镜对表面和潜在缺陷的进一步评估(光学和电子显微镜)

4. 磨损和损伤(如果存在, 确定并描述位置和检查方法)

- a) 粘着磨损_____
- b) 研磨磨损_____
- c) 材料转移_____
- d) 磨损和降解_____
- e) 磨损和疲劳_____
- f) 多因素磨损_____
- g) 裂纹/龟裂纹_____

- h) 变质,分解(详细描述)_____
5. 机械失效(如果存在,应识别其模式、记录位置和识别方法)
- a) 静力过载_____
- b) 剪切_____
- c) 弯曲_____
- d) 扭转_____
- e) 冲击_____
- f) 疲劳_____
- g) 多因素疲劳_____
- h) 应力开裂_____
- i) 变质和裂纹_____
- j) 以上组合(识别)_____
- k) 其他(详细说明)_____
- l) 无法确定_____

第Ⅲ阶段研究(破坏)

6. 材料类型(指明分析方法—参见附录 B)
- a) 化学组成_____
7. 微观结构和缺陷(显微检查:确定试样位置、方向以及预处理方法)
- a) 晶粒度_____
- b) 夹杂物_____
- c) 晶界特征_____
- d) 均匀性_____
- e) 不同相_____
- f) 微孔率(%)_____
- g) 其他缺陷_____
- h) 内部裂纹_____
- 1) 单裂纹_____
- 2) 多重裂纹_____
- 3) 裂纹源_____
- 4) 晶界裂纹_____
- i) 其他特性_____
8. 机械性能的评估(“N/A”表示“不适用”)
- a) 硬度(指明方法和位置)_____
- b) 密度_____
- c) 开孔_____
- d) 闭孔_____
- e) 拉伸测试(指明样本尺寸、方向及测量长度)
- f) 弯曲强度_____
- g) 抗压强度_____
- h) 弯曲测试_____
- i) 其他类型测试_____

9. 涂层

- a) 涂层材料_____
- b) 涂层状态_____
- c) 涂层缺失率的估算_____
- d) 剪切强度_____
- e) 拉伸强度_____

附录 B
(资料性附录)
陶瓷材料评价的检测方法

B.1 化学特性

ISO 标准

有不同的 ISO 标准适用于氧化铝的化学分析:

ISO 6474, Implants for surgery—Ceramic materials based on high purity alumina.

ISO 13356, Implants for surgery—Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP).

其他标准

ASTM C 560, Standard Test Methods for Chemical Analysis of Graphite.

NF S 94-065, Materials for surgical implants—Determination of arsenic, mercury, cadmium and lead on coatings based on phosphate of calcium.

NF S 94-066, Materials for surgical implants—Quantitative determination of the Ca/P ratio of calcium phosphate.

NF S 94-067, Materials for surgical implants—Qualitative and quantitative determination of the foreign phases present in calcium phosphate based powders, deposits and ceramics.

B.2 物理特性

ISO 标准

ISO 5017, Dense shaped refractory products—Determination of bulk density, apparent porosity and true porosity.

ISO 468, Surface roughness-Parameters, their values and general rules for specifying requirements.

其他标准

ASTM E 112, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.

NF S 94-068, Materials for surgical implants—Determination of the crystallinity and apparent size of the apatite crystallites of hydroxyapatite based powders, deposits and ceramics.

JCPDS, Sheets 4-077, 9-169, 9-432: X-ray diffraction standards for calcium oxide, tri-calcium orthophosphate, and hydroxyapatite, respectively.

JFCA EC4-001, Testing method for porosity and specific weight of bioceramics(1994).

JFCA EC4-002, Testing method for grain size of bioceramics(1994).

JFCA EC4-003, Testing method of poresimetry for bioceramics(1994).

JFCA EC4-004, Testing method of surface for bioceramics(1994).

JFCA EC4-006, Testing method for crystal structure analysis of bioceramics(1994).

JFCA EC4-001, Testing method of solubility for bioceramics(1994).

B.3 机械性能

ISO 标准

Flexural strength (no suitable standard currently available)

Elastic modulus (no suitable standard currently available)

Fracture toughness (no suitable standard currently available)

ISO 9385, Glass and glass-ceramics-Knoop hardness test.

ISO 4545, Metallic materials-Hardness test-Knoop test.

ISO 6507-1, Metallic materials-Vickers hardness test-Part 1: Test method.

ISO 6508-1, Metallic materials-Rockwell hardness test-Part 1: Test method (scales A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T).

其他标准

ASTM F 1044, Standard Test Method for Shear Testing of Porous Metal Coatings.

ASTM F 1147, Standard Test Method for Tension Testing of Calcium Phosphate and Metal Coatings.

JFCA EC4-005, Testing method for vickers hardness of bioceramics.

JIS R 1610, Testing method for vickers hardness of high performance ceramics(1991).

JFCA EC4-007, Testing method for flexural strength of bioceramics(1994).

JIS R 1601, Testing method for flexural strength of high performance ceramics.

JFCA EC4-008, Testing method for compressive strength of bioceramics(1994).

JIS R 1608, Testing method for compressive strength of high performance ceramics(1990).

JFCA EC4-009, Testing method for elastic modulus of bioceramics(1994).

JIS R 1602, Testing method for elastic modulus of high performance ceramics(1986).

JFCA EC4-010, Testing method for fracture toughness of bioceramics(1994).

JIS R 1607, Testing method for fracture toughness of high performance ceramics(1990).

B.4 综合信息

ASTM E 860, Standard Practice for Examining and Testing Items that are or may become involved in Products Liability Litigation.

参 考 文 献

- [1] DE GROOT, K. : Bioceramics of Calcium Phosphate, CRC Press, Boca Raton, USA, 1982.
 - [2] DÖRRE, E. , HÜBNER, H. : Alumina, RME Materials, Research and Engineering, Springer, 1984.
 - [3] HENCH, L. L. , ULRICH, D. R. , eds. : Ultrastructure Processing of Ceramics, Glasses, and Composites, J. Wiley and Sons, 1984.
 - [4] TUDOR, A. M. , et al. : The analysis of biomedical hydroxyapatite powders and hydroxyapatite coatings on metallic implants by near-IR Fourier Transform Raman Spectroscopy, Spectrochim. Acta, 49A, 4/6, pp. 675-680, 1993.
 - [5] CHIANG, Y. -M. , BIRNIE, P. , KINGERY, W. D. : Physical Ceramics, MIT Services in Material Science and Engineering, J. Wiley and Sons, 1997.
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
外科植入物的取出与分析
第4部分:取出陶瓷外科植入物的分析
GB/T 25440.4—2010/ISO 12891-4:2000

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2010年12月第一版 2010年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-40915 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 25440.4-2010