



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0660—2008

外科植入物用聚醚醚酮(PEEK) 聚合物的标准规范

Standard specification for polyetheretherketone(PEEK)
polymers for surgical implant applications

(ASTM F 2026-07,MOD)

2008-04-25 发布

2009-06-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

前 言

本标准修改采用 ASTM F 2026-07《外科植入物用聚醚醚酮(PEEK)聚合物的标准规范》，技术内容不变。

本标准与 ASTM F 2026-07 的主要差异如下：

- 按照汉语习惯对一些编排格式进行了修改；
- 将一些适用于美国标准的表述改为适用于我国标准的表述；
- 将第 2 章“规范性引用文件”中已转化为国标的国际标准用转化的国标代替；
- 将原文表 1 中的编辑性错误进行修改；
- 删除第 8 章“关键词”。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：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。

本标准主要起草人：马春宝、樊铂、李沅、姜熙。

外科植入物用聚醚醚酮(PEEK) 聚合物的标准规范

1 范围

本标准涵盖了由原料供应商提供的 PEEK 聚合物原料(粒料、粉料等)。本标准提供了当这些热塑性塑料制造用于人体的植入器械,诸如外科植入物、外科或牙科器械的部件时的要求和相关的试验方法。

任何一种材料,生产部件或器械时的加工技术(例如模塑、挤出、机加工、装配、灭菌等)均可改变其性能。这些聚合物成品的性能由原料供应商、医疗器械制造商以及管理机构所认可的合适的试验方法来进行试验,以确保其安全及有效性。

标准中所包括的性能仅适用于聚醚醚酮聚合物。标准中要求的性能适用于注塑成型的产品。成品、材料或包含着色剂、填充剂、加工助剂或其他添加剂,以及混有 PEEK 聚合物的共混物或再生材料不在本标准范畴之内。

本标准旨在推荐物理、化学以及生物学试验方法,针对医疗植入器械所使用的 PEEK 聚合物,确立其性能的合理可信度水平。在选择材料过程中,应按照最终使用要求考虑所列举的性能。

当按照本标准的要求对材料进行评价时,可能涉及到危险性材料、操作以及仪器。本标准并非试图对所涉及到的所有安全问题进行阐述,即便是那些与其使用有关的安全问题。确立适当的安全及操作规范,以及在应用前明确管理限制的适用性,是本标准用户自身的责任。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。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标准,然而,鼓励根据本标准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标准。

- | | | |
|--------------------|-----------|--|
| GB/T 16886.1—2001 | 医疗器械生物学评价 | 第 1 部分:评价与试验(idt ISO 10993-1:1997) |
| GB/T 16886.2—2000 | 医疗器械生物学评价 | 第 2 部分:动物保护要求(idt ISO 10993-2:1992) |
| GB/T 16886.3—1997 | 医疗器械生物学评价 | 第 3 部分:遗传毒性、致癌性和生殖毒性试验(idt ISO 10993-3:1992) |
| GB/T 16886.4—2003 | 医疗器械生物学评价 | 第 4 部分:与血液相互作用试验选择(ISO 10993-4:2002, IDT) |
| GB/T 16886.5—2003 | 医疗器械生物学评价 | 第 5 部分:体外细胞毒性试验(ISO 10993-5:1999, IDT) |
| GB/T 16886.6—1997 | 医疗器械生物学评价 | 第 6 部分:植入后局部反应试验(idt ISO 10993-4:1994) |
| GB/T 16886.7—2001 | 医疗器械生物学评价 | 第 7 部分:环氧乙烷灭菌残留量(idt ISO 10993-5:1995) |
| GB/T 16886.9—2001 | 医疗器械生物学评价 | 第 9 部分:潜在降解产物的定性和定量框架(idt ISO 10993-9:1999) |
| GB/T 16886.10—2005 | 医疗器械生物学评价 | 第 10 部分:刺激与迟发型超敏反应试验(ISO 10993-10:2002, IDT) |

GB/T 16886.11—1997 医疗器械生物学评价 第11部分:全身毒性试验(idt ISO 10993-11:1993)

GB/T 16886.12—2005 医疗器械生物学评价 第12部分:样品制备与参照样品(ISO 10993-12:2002, IDT)

ISO 1133 塑料 热塑性塑料熔体质量流动速率(MFR)及体积流动速率(MVR)的测量

ISO 1628-1 塑料 聚合物稀溶液粘数及特性粘数测定的标准方法指南 第1部分:一般条件

ASTM D 149 在工业用电频率下有关电绝缘材料介电击穿电压及介电强度的试验方法

ASTM D 256 塑料 Izod 摆锤冲击强度试验方法

ASTM D 570 塑料吸水率试验方法

ASTM D 638 塑料拉伸性能试验方法

ASTM D 648 弯曲载荷作用下塑料挠曲温度试验方法

ASTM D 695 刚性塑料压缩性能试验方法

ASTM D 696 在-30℃~+30℃之间,使用石英热膨胀计测定塑料线性热膨胀系数试验方法

ASTM D 790 增强和非增强塑料及电绝缘材料弯曲性能试验方法

ASTM D 792 利用置换法测定塑料的密度及比重(相对密度)的试验方法

ASTM D 955 根据模具尺寸测定热塑性塑料的收缩量试验方法

ASTM D 1238 利用熔融指数仪测定热塑性塑料的流速试验方法

ASTM D 1505 利用密度梯度技术测定塑料密度试验方法

ASTM D 1898 塑料制样操作规程

ASTM D 3417 利用差示扫描量热仪(DSC)对聚合物熔体热焓及结晶化焓进行测试的试验方法

ASTM D 3418 利用差示扫描量热仪(DSC)测定聚合物热转变温度的试验方法

ASTM D 4000 针对塑料材料的分类系统

ASTM F 748 针对材料及器械选择一般生物学试验方法的操作规程

ASTM F 1579 外科植入物用的聚芳醚酮(PAEK)聚合物的规范

美国药典, XXI卷, 或最新版本¹⁾ 美国食品药品监督管理局, 规则 21 CFR 177.2415²⁾

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

制品 fabricated forms

由原料转化而成。通过机加工、挤出以及压缩铸模将原料(如纤维、管材、棒材、厚板、薄板、薄膜或复杂成形的部件及器械)转化成形状及形式。

3.2

合成复合物 formulated compound

由原料制造的含有期望或不期望助剂的 PEEK 材料、部件或器械。

3.3

原料 virgin forms

通过反应釜合成的 PEEK 聚合物形式。典型的形式为粒料或粉料。由原料可制成纤维、管材、棒材、厚板、薄板、薄膜或特殊部件及器械。

1) 摘自美国药典, 12601 Twinbrook Pkwy, Rockville, MD 20852。

2) 摘自美国食品药品监督管理局, 5600 Fisher Ln, Rockville, MD 25857。

4 分类

4.1 本标准涵盖的 PEEK 聚合物为纯半结晶均聚物,亚苯环与乙醚(E)及羰基(或酮,K)连接形成的单元组成的聚合体链(参见附录 A),该聚合物结构由 EEK 重复单元组成。

4.2 PEEK 塑料的类型、模塑,以及挤出级别在分类系统 ASTM D 4000 内描述。

5 性能

5.1 该材料的红外光谱³⁾为其分子重复单元的特征光谱,典型谱图见图 A.2。PEEK 聚合物的红外光谱的主要吸收峰与该材料的标准对照图谱的特征吸收峰相吻合。

5.1.1 本标准所使用的红外光谱,是为了鉴别聚芳醚酮(PAEK)的存在(见标准 ASTM F 1579),无需标明材料的纯度。

5.1.2 与参照材料相比,样品红外光谱中所出现的其余吸收峰,可能表示含有 PAEK 或其他杂质,或二者兼有。

5.2 聚合物原料的理化性能见表 1。当具体应用需增加某些性能时,参照 5.6 所推荐的方法,或参照原料供应商和医疗器械制造商之间所达成的协议。

表 1 树脂的性能要求

参 数	方 法	要 求
$T_g/^\circ\text{C}$	DSC, 20 $^\circ\text{C}/\text{min}$, 密封试样, T_g 于第 2 次重新加热测量	125~165
$T_m/^\circ\text{C}$	DSC, 20 $^\circ\text{C}/\text{min}$, 密封试样, T_m 于重新加热的放热曲线上最大点测量	320~360
$T_c/^\circ\text{C}$	DSC, 20 $^\circ\text{C}/\text{min}$, 密封试样, T_c 于冷却的放热曲线上最大点测量	260~320
黏度	按照 5.3 方法	
红外光谱		按照 5.1 要求
重金属总量,以铅计,最大值/%	美国药典,试验 231	<0.1

5.3 黏度要求可根据分级及试验方法而变化。方法及要求应由供应商和医疗器械制造商之间达成一致。

5.4 制品的理化及机械性能与制备所使用的处理方法(如模塑、加工以及灭菌等)有关。另外,特殊器械的性能会依据器械类型的不同而不同。表 2 中列举了一些未灭菌的制品的典型性能。

表 2 制品的典型性能

参 数	ISO 方法及要求		ASTM 方法及要求	
密度/(kg/m^3)	ISO 1183	1280~1320	ASTM D 1505	1280~1320
拉伸强度	ISO 527, 1B 型	50 mm/min	ASTM D 638, IV 型	5.08 cm/min
屈服时(零斜率),最小值/MPa		90		90
断裂时,最小值/MPa		70		70
断裂伸长率,最小值/%	ISO 527, 1B 型, 50 mm/min	5	ASTM D 638, IV 型, 5.08 cm/min	5
弯曲强度,最小值/MPa	ISO 178	110	ASTM D 790	110
弯曲模量,最小值/GPa	ISO 178	3	ASTM D 790	3
切口冲击强度(悬臂梁),最小值	ISO 180	4/(kJ/m^2)	ASTM D 256	50/(J/m)
			0.254 cm 深, 0.025 cm 半径	

3) Silverstein, R M, Bassler, G C, and Morrill, T C, “有机化合物的光谱鉴定”, 第 5 版, John Wiley & Sons, 纽约, NY.

5.5 待测样品由聚合物或成品部件(机加工、注塑等)加工而成,这种方式可以有效地表征未灭菌成品部件的材料性能。

5.6 试验及试验过程应该能确保对供应商提供的聚合物原料进行客观的检验及表征。以下是一些可能适用的试验方法:试验方法 ASTM D 149,试验法 ASTM D 256,试验方法 ASTM D 570,试验方法 ASTM D 638,试验方法 ASTM D 648,测试方法 ASTM D 695,试验方法 ASTM D 696,试验方法 ASTM D 790,试验方法 ASTM D 792,试验方法 ASTM D 955,试验方法 ASTM D 1238,试验方法 ASTM D 1505,试验方法 ASTM D 3417,试验方法 ASTM D 3418,以及分类系统 ASTM D 4000。

6 制样

按照标准制样步骤对材料进行制样,如操作规范 ASTM D 1898 中所描述的方法,用户与供应商之间达成协议还可用其他制样技术。

7 生物相容性

PEEK 聚合物和使用这些材料制作的植入器械的生物相容性,应该按照操作规范 ASTM F 748 和 GB/T 16886 要求进行测定,包装商、医疗器械制造商和管理机构达成协议的除外。

附 录 A
(资料性附录)
原 理

A.1 基本原理

A.1.1 PEEK 聚合物可以通过多数适合热塑性聚合物的技术进行处理。用 PEEK 聚合物制造的医疗器械及医疗器械部件可被灭菌。可使用的灭菌方法包括蒸汽、环氧乙烷以及射线灭菌。重复灭菌可以削弱任何塑料材料制成的部件的强度。PEEK 部件在保证其性能的前提下的灭菌次数取决于很多因素,包括聚合物的分子量、设计、制造、预期功能以及器械的灭菌方法。因此,制造商必须对器械进行测试,以确定安全使用的灭菌次数。

A.1.2 结晶度水平可以反映该材料的特性。性能特点与结晶度百分比有关。某些添加剂及处理方法(如,过度交联)可以限制这些材料的结晶能力。因此,应该使用适当的试验方法对聚合物及其制品的特性进行评估,以确保其有效性。

A.1.3 合成复合物、加工部件及器械,可能含有制造过程或最终产品预期用途需要的助剂。这些助剂以及含助剂的合成复合物、部件以及器械的生物相容性,应该按照操作规范 ASTM F 748 或 GB/T 16886 进行评价。

A.2 PEEK 的化学结构

PEEK 的化学结构见图 A.1。

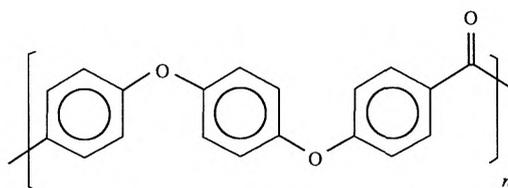


图 A.1 PEEK 的化学结构

A.3 PEEK 的典型红外光谱

PEEK 的典型红外光谱见图 A.2。

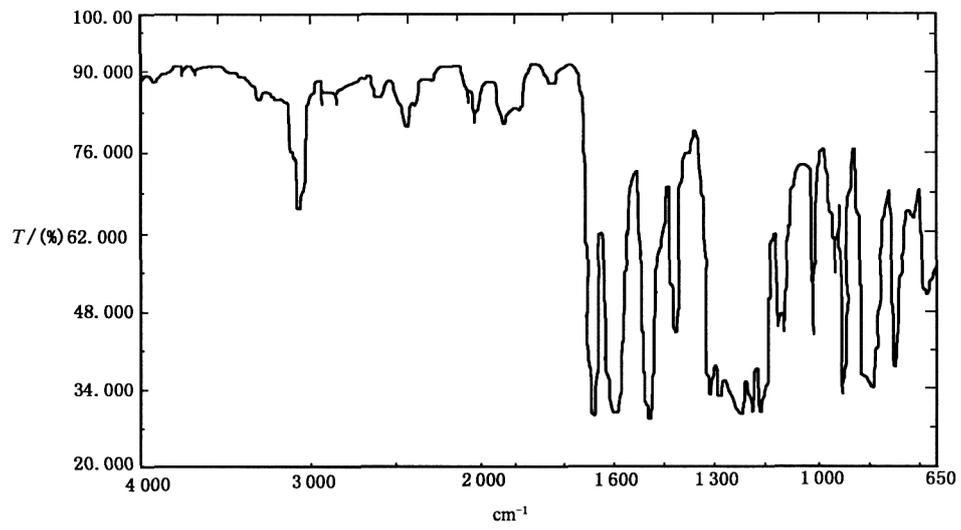


图 A.2 PEEK 的典型红外光谱

参 考 文 献

- [1] Autian J, 生物材料的毒理学评价:“主要急性毒性筛选方案”, 人工器官杂志, 第 1 卷第 1 期, 1997 年, 第 53 页.
- [2] Autian J, “塑料毒性方法及结果的新领域”, CRC 毒理学关键综述, 1973 年, 第 18 页.
- [3] Homsy, C A, Ansevin K D, O’Brannon, W, 等. “聚合物生物相容性的快速体外筛选”, 大分子化学科学杂志, A4 卷, 第 3 期, 1997 年 5 月, 第 615-634 页.
- [4] Rice, R M, Hegyeli, A F, Gourlay S J 等. “聚合材料的生物相容性测试: 体外研究的体内相关性”. 生物材料研究杂志, 第 12 卷, 1978 年, 第 43 页.
-

中华人民共和国医药
行业标准
外科植入物用聚醚醚酮(PEEK)
聚合物的标准规范
YY/T 0660—2008

*

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 0.75 字数 14 千字

2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

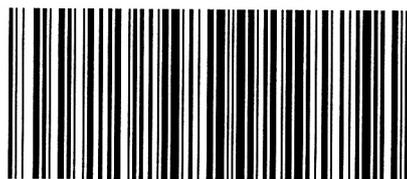
*

书号:155066·2-19006 定价 14.00 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



YY/T 0660-2008