



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0683—2008

外科植入物用 β -磷酸三钙

Standard specification for beta-tricalcium phosphate for surgical implantation

(ASTM F 1088-04a, IDT)

2008-10-17 发布

2010-01-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

前 言

β -磷酸三钙被广泛应用于临床医学中,为了指导生产和市场经营,适应用户的使用要求,特制定《外科植入物用 β -磷酸三钙》标准。本标准涉及 β -磷酸三钙粉料的化学组成、物理化学性质和检测方法及生物学评价。

附录 C 推荐了 β -磷酸三钙含量的测试方法。

本标准等同采用 ASTM F 1088—04a《外科植入物用 β -磷酸三钙》。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 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(SAC/TC 110)提出并归口。

本标准起草单位:上海贝奥路生物材料有限公司、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、中国科学院上海硅酸盐研究所、上海第二医科大学附属第九人民医院。

本标准主要起草人:卢建熙、周则红、马春宝、樊铂、林开利、常江、谢幼专。

外科植入物用 β -磷酸三钙

1 范围

本标准规定了外科植入物用生物相容的 β -磷酸三钙(β -TCP)材料的化学和结晶学的要求。本标准适用于医用级的 β -磷酸三钙材料(见附录 A)。

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(所有部分) 医疗器械生物学评价(idt ISO 10993)

中国药典(2005 年版)二部

YY/T 0287 医疗器械 质量管理体系 用于法规的要求(YY/T 0287—2003, ISO 13485:2003, IDT)

美国药典:钙和磷的测定<191>

ASTM F 748 材料及器械的一般生物试验方法的选择规程

ASTM F 981 外科植入用(非多孔)生物材料同肌肉和骨骼相容性的评定规程

美国地质测量方法

3 化学要求

3.1 钙和磷的元素分析应该期望与 β -磷酸三钙 $[\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2]$ 理论的化学计量比相一致。钙和磷含量的测试采用合适的方法,如《美国药典》<191>方法或 X 射线荧光法。

3.2 定量 X 射线衍射分析应表明 β -磷酸三钙的含量不低于 95%。测试中采用粉末衍射文件 #550898,采用与 Forman 或 Rietveld 相等效的测试方法。

3.3 β -磷酸三钙中微量元素的含量应符合下列要求:

铅(Pb)	$\leq$	30 $\mu\text{g/g}$
汞(Hg)	$\leq$	5 $\mu\text{g/g}$
砷(As)	$\leq$	3 $\mu\text{g/g}$
镉(Cd)	$\leq$	5 $\mu\text{g/g}$

测试方法应采用等离子体质谱(ICP/MS)法,原子吸收光谱(AAS)法或第 2 章中列出的方法。

根据 β -磷酸三钙的制造技术和原材料的情况、设备或环境细节决定是否需要分析测试其他微量元素。

3.4 重金属元素总量(以 Pb 计)的最大允许量应如中国药典或等效文献的描述,其总量应 $\leq 50 \mu\text{g/g}$ 。磷酸三钙测试样品的制备应符合《中国药典》要求。

3.5 对于在材料中浓度大于或等于 0.1%的所有金属或氧化物,建议在材料描述中注明。

4 质量保证要求

制造商应有相应的质量保证体系,如符合 YY/T 0287 的要求。

5 关键词

先进陶瓷; β -TCP; β -磷酸三钙;磷酸钙材料;陶瓷;外科植入物。

附 录 A
(资料性附录)
解 释

A.1 本标准是为保证高质量材料在医疗器械中的应用要求。以材料的化学、结晶学和物相要求作为判断标准,确保生产出能用于植入人体的高纯度产品。以上要求对用于人体生理环境的生物相容级 β -磷酸三钙进行了规范。

A.2 对于每个最终应用产品应有相应的性能标准。因此,它们的物理和力学性能在此未做详细规定。陶瓷材料常规测试方法可参考 ASTM 标准年鉴第 15.02 卷。

附 录 B
(资料性附录)
生物相容性

本标准是为保证高质量材料在医疗器械中的应用要求。以材料的化学、结晶学和物相要求作为判断标准,确保生产出能用于植入人体的高纯度产品。 β -磷酸三钙已显示出优良的生物学效应,生物学特性相当或优于在 ASTM F 981, ASTM F 748 或其他等效文献中引用和测试的对照材料。本标准规定的化学、结晶学和物相要求作为评判标准来确保材料的高纯度并符合植入人体内的材料标准。从人体植入物的角度来看,材料是否符合要求取决于其特定的应用。适用于特定场合的生物学检测应以 GB/T 16886 或 ASTM F 748 方法为参考。另外,对于特殊的应用,可能需要相应的特殊性能检测。

附录 C

(资料性附录)

β-磷酸三钙含量的测试方法

C.1 方法概要

采用 X 射线衍射法测试样品中的 β-磷酸三钙含量。

C.2 测试器具

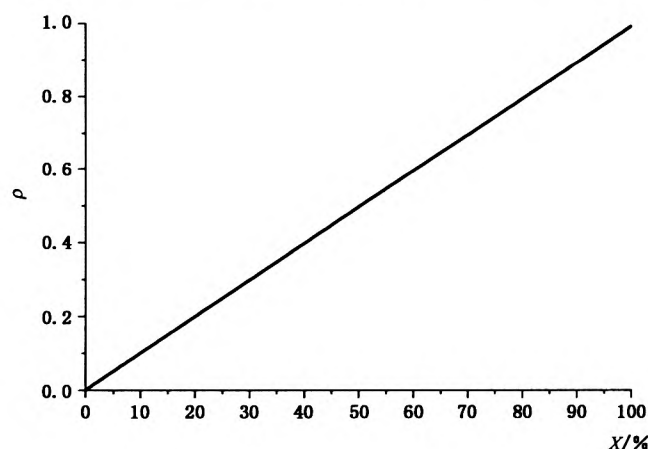
- a) X 射线衍射分析仪；
- b) 箱式电炉或高温烧结炉；
- c) 玛瑙研钵；
- d) 刚玉坩埚。

C.3 定标曲线建立

- a) 将 β-磷酸三钙(β-TCP)和羟基磷灰石(HA)纯粉体分别置于刚玉坩埚放入箱式电炉或高温烧结炉中,以每分钟 5℃ 的升温速率加热至 1 050℃,保温 2 h,随炉冷却至室温后取出,用玛瑙研钵研细。
- b) 用 X 射线衍射仪测定两种粉末的衍射谱(CuKα 靶、石墨单色器),扫描速度 0.2°/min,扫描范围 2θ:10°~50°,所得 X 射线衍射谱图应分别符合 PDF 粉末衍射文件 No. 09-0169 (β-TCP)和 No. 09-0432(HA),不能有其他杂相峰和明显的非晶相显示。
- c) 准确称取上述烧制后的粉体,按 HA 百分含量分别为 0、10%、30%、50%、70%、90%和 100% 配制一系列 HA 与 β-TCP 的混合标样,分别置于玛瑙研钵中小心研磨混匀。
- d) 按扫描速度 0.2°/min,扫描范围 2θ:30.0°~32.5°获得各混合物的 X 射线衍射谱图。显示出 β-TCP 的[0 2 10]衍射峰(2θ=31.0°)的积分面积 $I_{\beta\text{-TCP}}$ 和 HA 的[2 1 1]衍射峰(2θ=31.8°)的积分面积 I_{HA} 。用线性回归法按式(1)计算各个混合标样中 β-TCP 的相对衍射强度 ρ :

$$\rho = \frac{I_{\beta\text{-TCP}}}{I_{\beta\text{-TCP}} + I_{\text{HA}}} \quad \dots\dots\dots (1)$$

以 β-TCP 百分含量 X 对相对衍射强度 ρ 作 HA/β-TCP 混合样的 X - ρ 定标曲线(图 C.1 所示)。

图 C.1 X - ρ 定标曲线

C.4 测定程序

取 6 g 样品及纯 HA 和纯 β -TCP 粉体置于箱式电炉或高温烧结炉中,以每分钟 5 $^{\circ}\text{C}$ 的升温速率加热至 1 050 $^{\circ}\text{C}$,保温 2 h,随炉冷却至室温后取出,用玛瑙研钵研细。

按上述方法测定样品的 XRD 谱图,谱图中主相的衍射峰应符合 PDF 粉末衍射文件 No. 09-0169 (β -TCP)。杂质相除 HA 外,不能有明显的其他杂相峰和非晶相存在。

样品中 β -磷酸三钙(β -TCP)含量测试:按扫描速度 0.2 $^{\circ}/\text{min}$,扫描范围 2θ :30.0 $^{\circ}$ ~32.5 $^{\circ}$ 获得样品的 X 射线衍射谱图。使用 X 射线衍射仪的操作软件去除干扰背景,给出 β -TCP 的[0 2 10]衍射峰($2\theta=31.0^{\circ}$)的积分面积 $I_{\beta\text{-TCP}}$ 和 HA 的[2 1 1]衍射峰($2\theta=31.8^{\circ}$)的积分面积 I_{HA} ,计算 ρ 值。用回归法计算三个样品的 β -TCP 相对衍射 ρ_1 、 ρ_2 、 ρ_3 ,取其算术平均值,代入相应的 X - ρ 定标曲线中得出 β -TCP 的百分含量 X 。以 β -TCP 含量不小于 95%,且 X 射线衍射谱图中无其他杂相峰为合格。

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
外科植入物用 β -磷酸三钙
YY/T 0683—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 8 千字
2009 年 1 月第一版 2009 年 1 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 2-19318 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 0683—2008