ICS 11.040.40
C 35

1464

YY

# 中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1615—2018

# 外科植入物　钛及钛合金阳极氧化膜　通用要求

**Surgical implants—Anodizing oxide layers on titanium and titanium alloys—General requirements**

2018-11-07 发布　　2019-11-01 实施

国家药品监督管理局　　发布

手机发送药典码至13720093315
网站www.cnlw315.com
电话4006982315
刮涂层查真伪

# 目　　次

前言 …… Ⅲ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　术语和定义 …… 1
4　要求 …… 2
5　试验方法 …… 2
附录A（规范性附录）　划痕性能试验方法 …… 4

# 前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

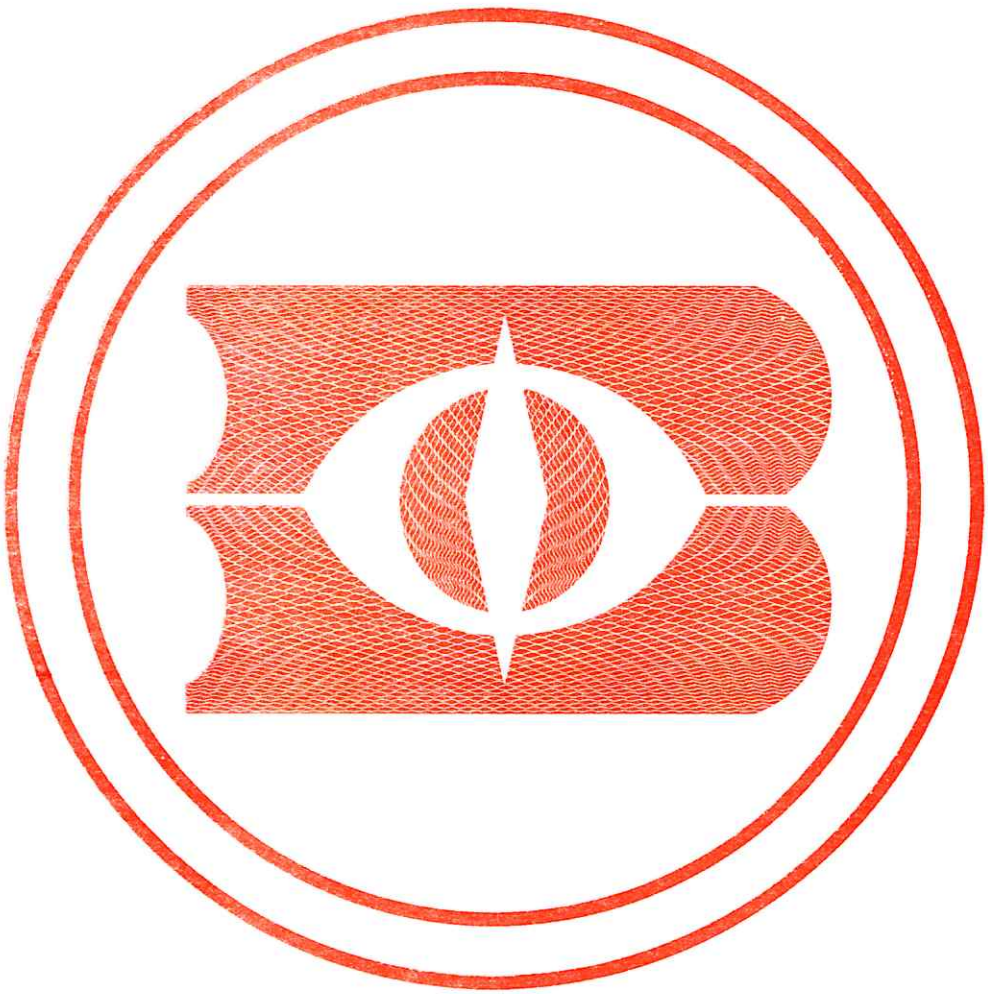
请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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(SAC/TC 110)归口。

本标准起草单位:天津市医疗器械质量监督检验中心、国家食品药品监督管理总局医疗器械技术审评中心。

本标准主要起草人:樊铂、张路、姜熙、张晨、安俊波、刘英慧、张家振、孙嘉怿、李秘、周立宇。



# 外科植入物　钛及钛合金阳极氧化膜 通用要求

## 1　范围

本标准规定了外科植入物用钛及钛合金阳极氧化膜的术语、定义及有效面的性能要求、试验方法。

本标准适用于根据电解原理，在相应的电解液中，通过外加电场的作用，以钛及钛合金产品为阳极的在表面发生氧化反应的阳极氧化膜。

本标准不适用于以添加非基体元素为目的阳极氧化工艺处理的表面和通过物理或其他化学方法对产品表面进行改性处理的各种表面。

## 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。

GB/T 4340.1　金属材料　维氏硬度试验　第1部分：试验方法

GB/T 6463　金属和其他无机覆盖层厚度测量方法评述

GB/T 16886.1　医疗器械生物学评价　第1部分：风险管理过程中的评价与试验

GB/T 16886.5　医疗器械生物学评价　第5部分：体外细胞毒性试验

GB/T 17359　微束分析　能谱法定量分析

YY/T 1552—2017　外科植入物　评价金属植入材料和医疗器械长期腐蚀行为的开路电位测量方法

## 3　术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

**阳极氧化　anodizing oxidation**

金属及其合金以电解的方式，使其阳极表面发生反应形成氧化层的过程。

3.2

**阳极氧化膜　anodizing oxide layer**

在电化学阳极氧化过程中金属及其合金表面形成的氧化层，具有防护、辨识或其他特性。

3.3

**钛及钛合金阳极氧化　anodizing titanium and titanium alloy**

钛及钛合金的电化学氧化。钛及钛合金作为阳极，在相应的电解液中，通过外加电场的作用，以特定的工艺条件在其表面形成氧化层的过程。

3.4

**着色阳极氧化膜　color anodizing layer**

旨在辨识产品而不以提高产品力学性能为目的的一种阳极氧化方式。钛及钛合金的阳极氧化可以在其表面生成几十纳米至几百纳米厚度的氧化膜，主要成分是氧化钛，是透明的干涉膜，能强烈地反射

和折射光线，钛及钛合金着色阳极氧化所显示的色彩是取决于氧化层的厚度和光的干涉原理。

3.5

**黑灰色阳极氧化膜　dark gray anodizing layer**

旨在提高产品性能的一种阳极氧化方式。钛及钛合金在电化学阳极氧化的过程中，采用特殊的电解液，通过电化学反应在钛及钛合金表面形成一层致密的氧化层，视觉颜色为黑灰色。

3.6

**临界划痕力 Lc　critical scratch load**

在划痕试验中，施加在阳极氧化膜表面并使其产生规定或特定形式的破坏或失效的法向力。

## 4　要求

### 4.1　颜色和色差

对于着色阳极氧化产品，其产品表面颜色应均匀。颜色应由供需双方商定的标准色板确定，也可采用上标和下标试样进行检查，或由供需双方商定仪器法测定颜色的允许偏差值。

### 4.2　黑灰色阳极氧化膜膜厚

对于黑灰色阳极氧化产品，供需双方应商定阳极氧化膜的厚度范围。

### 4.3　黑灰色阳极氧化产品的开路电位

对于黑灰色阳极氧化产品，应进行开路电位试验，其开路电位平均值应高于企业规定的未经阳极氧化处理产品的开路电位值。

### 4.4　力学性能

4.4.1　抗划痕性：应对黑灰色阳极氧化产品进行表面划痕试验，制造商应规定：在恒定力作用下的划痕深度和在逐渐加大的力的作用下的临界划痕力。

注：该试验可能因为基体的某些原因而无法获得满意的试验结果，试验人员应根据产品的特点设计产品的试验方案。

4.4.2　硬度试验：应对黑灰色阳极氧化产品进行小力值维氏硬度试验，硬度平均值应高于基体硬度。

4.4.3　对于无法满足硬度试验条件的样品，如其标准规定了力学性能试验，可用相应标准规定的力学性能作对比，其力学性能的平均值应高于基体力学性能平均值。

### 4.5　阳极氧化膜表面元素定性分析

对于阳极氧化产品，应采用扫描电镜及能谱仪进行表面元素定性分析。

若存在与基体材料不一致的其他元素时，制造商应进行工艺验证并给出合理解释。如制造商无法进行合理解释，应按照 GB/T 16886.1 的要求进行生物安全性能评价。

### 4.6　细胞毒性

应依据产品特性对细胞毒性进行评价。

## 5　试验方法

### 5.1　颜色和色差试验方法

将试样放在同一平面上，在接近垂直试样的方位、于散射的日光下，用正常或矫正视力观察试样颜

色，应在企业提供的色板或上标和下标的允许范围内。

### 5.2 膜厚试验方法

膜厚试验按 GB/T 6463 规定的方法或公认的方法（现有的 ISO 方法或国家标准推荐的方法）进行试验。

### 5.3 黑灰色阳极氧化产品的开路电位试验方法

按照 YY/T 1552—2017 规定的方法对黑灰色阳极氧化产品进行试验，应至少测试三件样品的开路电位，其平均值应符合 4.3 的规定。

注：开路电位在很长一段时间内会发生变化。为了确保试样在测试溶液中达到相对的稳态，应选择适宜的开路电位试验周期。根据试验条件的不同，通常，试样在浸没 1 h 或 2 h 后，与测试溶液接触的试样表面的反应达到平衡，电位变得更加稳定。因此，建议根据试验需要，确定黑灰色阳极氧化产品的开路电位试验周期。可以选择在记录开路电位 3 h 后且电位变化速率小于 3 mV/min 时停止试验，并记录此时的开路电位值。

### 5.4 力学性能试验方法

5.4.1 抗划痕性试验方法：将试样放在平整的试验台上，涂层表面应清洁干燥。在逐渐加大的法向力（推荐为 10 N/mm）或恒定的法向力（推荐为 5 N）作用下，用金刚石压头（圆锥头锥角 120°，顶部曲率半径为 200 μm）沿直线按照产品的表面形状以恒定的速率稳定的切割氧化膜。见附录 A。

5.4.2 硬度试验方法：按照 GB/T 4340.1 中规定的方法，选用 1.961 N 的试验力（HV0.2）进行试验。

5.4.3 按照相应标准规定的力学性能进行试验。

### 5.5 阳极氧化膜表面元素定性分析试验方法

该试验方法采用扫描电子显微镜（SEM）和能谱仪（EDS）对钛及钛合金经阳极氧化后的产品表面进行元素定性分析。

在对钛及钛合金阳极氧化产品进行试样制备时，应注意以下方面：

a) 当产品因尺寸或形状等原因无法放入扫描电子显微镜（SEM）样品仓时，可以将产品截取至适宜的尺寸，但在加工过程中应保证样品未发生变形；

b) 在试样制备过程中，应避免试样待测表面受到污染；

c) 其余注意事项应符合 GB/T 17359 中的规定。

按照 GB/T 17359 中规定的方法对阳极氧化膜表面元素进行定性分析，并出具报告。

### 5.6 细胞毒性试验方法

按照 GB/T 16886.5 中规定的方法进行试验。

# 附 录 A
（规范性附录）
划痕性能试验方法

## A.1 范围

A.1.1 本试验方法规定了用于测定黑灰色阳极氧化产品的划痕性能的试验方法。本试验方法旨在为不同设计的黑灰色阳极氧化产品提供抗划痕性能评价方法。

A.1.2 本试验方法可能并不适用于所有类型的黑灰色阳极氧化产品，建议从具体产品及其潜在用途的角度考虑本标准的适用性。

A.1.3 本试验方法采用国际单位制(SI)。

A.1.4 本试验方法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。

## A.2 试验方法概述

A.2.1 通过压头在阳极氧化膜表面施加一个恒定或逐渐增大的载荷，使其表面产生预期的破坏现象。

A.2.2 在逐渐增大的力试验中，通过压头施加在阳极氧化膜表面的法向力使阳极氧化膜表面产品产生不同的破坏型式，可得到一个或多个不同的临界划痕力。

A.2.3 在恒定的力试验中，通过压头施加在阳极氧化膜表面的恒定法向力使阳极氧化膜表面产生一个深度相同的划痕，可得到划痕深度。

## A.3 意义和应用

A.3.1 本试验方法建立了一个统一的划痕性能试验方法，用以表征和比较不同设计工艺的黑灰色阳极氧化膜的性能。本试验方法可用于确定在恒定力或逐渐增大力的条件下，黑灰色阳极氧化膜的抗划痕性能。

A.3.2 使用者需要注意本试验方法得到的结果不能直接预测阳极氧化产品在体内的性能。本试验方法得到的数据可用于对不同阳极氧化产品设计的比较试验。

A.3.3 本试验方法并非对所有类型的阳极氧化产品都适用。建议使用者从被测器械及其潜在用途的角度谨慎考虑本试验方法的适用性。

## A.4 仪器设备

A.4.1 试验仪器由载荷控制器、位移控制器、压头、支架、光学测量装置、数据采集器等部分组成。

A.4.2 压头：压头形式与 C 型洛氏硬度金刚石压头相同，即：圆锥头锥角 120°，顶部曲率半径为 200 μm。

A.4.3 载荷控制器可对样品施加规定力值的载荷，精度至少达到 0.5%。

A.4.4 位移控制器可控制压头移动，精度达到微米级。

A.4.5 光学测量装置应能观察到压头划过的膜层表面，使试验者确定膜层各破坏或失效位置；确定划痕深度。

## A.5 试验步骤

A.5.1 样品表面轮廓预扫描。使用压头并加载 1 N 的载荷，对样品表面轮廓进行预扫描并记录。

A.5.2 选定划痕长度及测试载荷范围，以恒定或恒定增大的载荷加载速对膜层样品进行划痕试验，同步记录划头摩擦力、划痕深度及声发射信号。

A.5.3 使用压头并加载 1 N 载荷，对划痕形貌进行残余深度扫描并记录。

A.5.4 使用光学显微镜对划痕轮廓进行观察、拍照，分析划痕形貌演变特征。

A.5.5 对于恒定力方式，使用光学显微镜确定其划痕深度。

A.5.6 对于逐渐增大的力的方式，选择膜层不同的破坏或失效形式，确定不同形式的临界划痕力（如初始破坏力和完全破坏力）。

## A.6 报告

报告应包含如下信息：

a) 样品的生产厂商；

b) 样品的描述或规格型号；

c) 样品的材料；

d) 对于恒定力方式，载荷值及划痕深度；

e) 对于逐渐增大的力的方式，载荷增大速率、膜层的失效或破坏形式及对应的临界划痕力。

中华人民共和国医药
行业标准
外科植入物 钛及钛合金阳极氧化膜
通用要求
YY/T 1615—2018
*
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.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
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 12 千字
2018年11月第一版 2018年11月第一次印刷
*
书号:155066·2-44894 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)68510107

YY/T 1615-2018