

中华人民共和国国家标准

GB/T 22750—2008/ISO 6474:1994

外科植入物用高纯氧化铝陶瓷材料

Implants for surgery—Ceramic materials based on high purity alumina

(ISO 6474:1994, IDT)

2008-12-30 发布

2009-12-01 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

前 言

本标准等同采用 ISO 6474:1994《外科植入物 高纯氧化铝基陶瓷材料》。

本标准由国家食品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:武汉理工大学生物材料与工程研究中心。

本标准主要起草人:王欣宇、闫玉华、陈晓明。

引 言

目前已知的外科植入材料中还没有一种被证明对人体完全无毒副作用。但是本标准所涉及的材料在长期临床应用中表明,如果应用适当,其预期的生物学反应水平是可接受的。

外科植入物用高纯氧化铝陶瓷材料

1 范围

本标准规定了具有生物相容性和生物稳定性的,用于骨板、骨置换和矫形关节假体部件的高纯氧化铝陶瓷骨替代材料的特性及相应的试验方法。

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。

ISO 468:1982 表面粗糙度 特定要求的参数、值和总则

ISO 3611:1978 用于外形测量的测微计双脚规

ISO 5017:1988 致密型耐火材料 体积密度、显气孔率和真气孔率的测定

ISO 5436:1985 样品标定 触针设备 类型、样品标定和使用

ASTM C 573:1986 耐火土和高铝质耐火材料化学分析方法

ASTM E 112:1988 平均粒径测定方法

3 分类

材料应分为 A 类或 B 类。

A 类材料预期应用于高负荷植入物(如关节置换部件中的受力面);B 类材料预期应用于低负荷植入物(如上颌面和中耳植入物)。

4 物理和化学性能

A 类和 B 类材料的性能应符合表 1 的规定。

5 试验方法

5.1 体积密度

体积密度按 ISO 5017 规定的方法测定。

5.2 化学组成

化学组成按 ASTM C 573 规定的方法测定,或按其他等效的方法测定。为避免争议,ASTM C 573 规定的方法为仲裁法。

表 1 A 类和 B 类材料的性能

性 能	单 位	要 求		相应的 试验方法
		A 类	B 类	
体积密度	g/cm ³	≥3.94	≥3.90	5.1
化学组成:				
基础材料, Al ₂ O ₃	%	≥99.5		5.2
烧结添加剂, MgO	%	≤0.3		
杂质限量, SiO ₂ +CaO+碱金属氧化物总量	%	≤0.1		

表 1 (续)

性 能	单 位	要 求		相应的 试验方法
		A 类	B 类	
微观结构: 平均线性截距	μm	≤ 4.5	≤ 7.0	5.3
标准偏差	μm	≤ 2.6	≤ 3.5	
平均双轴弯曲强度	MPa	≥ 250	≥ 150	5.4
耐磨性 ^a 磨损体积	mm^3	≤ 0.1	不适用	5.5
^a 此试验只适用于预计陶瓷与陶瓷部件间有接触的情况。				

5.3 微观结构

5.3.1 原理

通过测量平均线性截距来决定平均粒径,从而描述微观结构。

5.3.2 仪器

5.3.2.1 研磨和抛光仪

用于制备平整光滑无划痕表面。

5.3.2.2 加热炉

能保持 1 500 °C。

5.3.2.3 光学显微镜

具有 500~1 000 放大倍数。

注 1: 如果预计平均粒径不足 2 μm , 应使用扫描电子显微镜。

5.3.3 试样制备

5.3.3.1 通过典型的制造外科植入器件的加工工艺方法制备氧化铝陶瓷试样,采用相同的原始粉末、压制方法和压力及烧制条件。

5.3.3.2 将试样的一个表面研磨平整并抛光,直至可判定的无划痕面积比例达到至少 90%。

5.3.3.3 将试样在 1 400 °C~1 500 °C 的空气中进行 1 h~4 h 的热蚀刻。

为增强光学对比度,经抛光和蚀刻的表面可溅镀薄金层。

5.3.4 步骤

用显微镜在能清晰描绘颗粒边界的倍率下观察微观结构。遵循 ASTM E 112 中的常规步骤,利用在显微照片上划线或载物台移动,通过随机定位,测量超过至少 6 条线性观察区的总数不少于 250 个颗粒的线性截距,每条线性观察区包含至少 20 个颗粒的长度。用合格的标线或栅格校准放大倍数。或者选用已校准的多级测微计。

5.3.5 结果计算

根据每个颗粒的线性截距计算平均线性截距和标准偏差。

5.3.6 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 材料的标识、批号和足以唯一识别试样的其他标记的细目;
- 试样表面的制备方法,包括研磨和抛光步骤的细节;
- 平均线性截距和标准偏差,用微米表示。

5.4 双轴弯曲强度

5.4.1 原理

圆片状试验材料被置于两个同轴不同直径的环中间,施以压力。记录试样断裂所施加的力并计算

标称断裂应力。

5.4.2 仪器

5.4.2.1 力学试验机

能以 $(500 \pm 100) \text{N} \cdot \text{s}^{-1}$ 额定载荷率施加最小压力为 5 kN 的力,精度优于 1%,能记录峰值力。

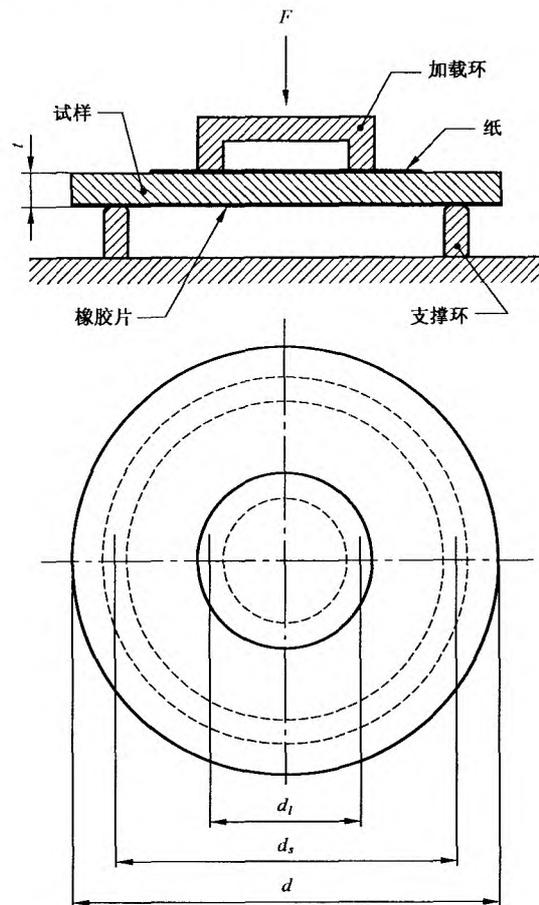
按约定的步骤,如 ASTM E 4-83 对试验机进行校准。

5.4.2.2 试验夹具

由不同直径的负载环组成并具有如图 1 所示的特有几何形状。夹具应具有与试样接触直径为 $(30 \pm 0.1) \text{mm}$ 的外支撑环和与试样接触直径为 $(12 \pm 0.1) \text{mm}$ 的加载环。与试样接触表面的曲率半径应为 $(2 \pm 0.2) \text{mm}$ 。夹具应能使加载环、支撑环和试样在 $\pm 0.2 \text{mm}$ 内对中公共轴。

环最好用硬化钢(硬度大于 500 HV 或 40 HRC)制作以减少由试样断裂造成的损坏或磨损。

为了调节来自试样表面平面度的微小离隙,应将一块 $(0.6 \pm 0.1) \text{mm}$ 厚、 60 ± 5 邵氏硬度的橡胶片置于支撑环和试样之间,将一张纸片置于试样和加载环之间。



参见注 2。

图 1 带同轴加载和支撑环的双轴弯曲强度试验装备示意图

5.4.2.3 测微计

符合 ISO 3611 的规定,具有 $\pm 0.01 \text{mm}$ 的测量精度。

5.4.3 试样制备

5.4.3.1 通过代表外科植入器件产品加工工艺的方法制备试验材料坯段或圆盘,采用相同的原始粉末、压制方法和压力及烧制条件。

5.4.3.2 试样(见图 1)应为直径 $(36 \pm 1.0) \text{mm}$ 、厚度 $(2 \pm 0.1) \text{mm}$ 的圆片。待测表面应为已烧制

状态。

5.4.3.3 应制备至少 10 个试样用于平均强度的测定,如果要求进行威布尔统计分析,应制备至少 30 个试样。

5.4.4 步骤

注 2: 此试验步骤也适用于不按 5.4.3 的要求而采用其他(例如研磨和抛光)方法进行表面处理的试样。无论如何,制备方法应按 5.4.6b)所述进行记录。

5.4.4.1 测量试样直径,精确到 0.1 mm;厚度,精确到 0.05 mm。每个试样至少取 3 个随机部位进行测量。计算平均直径和平均厚度。

5.4.4.2 将橡胶片置于夹具的支撑环上,然后将试样置于橡胶片上,使待测表面与橡胶片接触并与之对中。将纸片置于试样顶部并将加载环置于纸片上,与试样和支撑环对中。

5.4.4.3 将夹具放入试验机中并以 $(500 \pm 100) \text{ N} \cdot \text{s}^{-1}$ 的速率给加载环施以稳定增加的力,直至试样断裂。记录断裂时的载荷。

5.4.4.4 检查断片以了解断裂起源,如果超出内加载环以外 0.5 mm,则在报告中注明(5.4.6)。为计算断裂应力,假定断裂发生在加载环内。在计算试验批的平均强度时不能排除此结果。

5.4.4.5 对同批中的每个试样重复此试验步骤。

5.4.5 结果计算

对每个试样计算标称双轴断裂应力 σ ,以 MPa 计,计算公式如下:

$$\sigma = \frac{3F}{2\pi t^2} \left[(1 + \nu) \ln\left(\frac{d_s}{d_l}\right) + (1 - \nu) \left(\frac{d_s^2 - d_l^2}{2d^2}\right) \right]$$

式中:

F ——断裂时施加的力, N;

t ——平均试样厚度, mm;

d_s ——平均支撑环接触直径, mm;

d_l ——平均加载环接触直径, mm;

d ——平均试样直径, mm;

ν ——泊松比,此试验中取 0.25。

对试样批计算平均标称断裂应力和标准偏差。

5.4.6 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 陶瓷材料的标识、批号和足以唯一识别试样的其他标记的细目;
- 制备试样的方法,包括制备试验表面(见 5.4.3.1)的加工步骤细节;
- 平均值、标准偏差和威布尔统计数据。如果发生断裂的表观位置点超出加载环直径以外 0.5 mm,应注明。

5.5 耐磨性

5.5.1 原理

将氧化铝陶瓷环置于平整的氧化铝陶瓷圆盘上,在给定时间内以 1 Hz 频率、 $\pm 25^\circ$ 弧度旋转,用水作环境介质。确定盘上磨损痕迹的量并以此作为鉴定耐磨性的测量方法。

5.5.2 仪器

5.5.2.1 盘上环摆动试验装置

能使试验环件与盘件定位在同心(图 2)。试样环应能承受围绕固定轴、以 $\pm 25^\circ$ 旋转角和 1 Hz 正弦或近正弦变角率的摆动旋转。盘支撑件应与万向节联接以确保盘平面与环平面始终吻合。

5.5.2.2 轮廓曲线测试仪

例如不打滑的金刚石触针设备,用来确定试样盘的磨损量。此设备应能从轮廓测量来计算磨损痕

迹横截面面积。

5.5.3 试样制备

5.5.3.1 通过代表外科植入器件产品加工工艺的方法制备试验材料坯段或圆盘,采用相同的原始粉末、压制方法和压力及烧制条件。制备至少 5 对试样。

5.5.3.2 试样(见图 3)应符合以下尺寸:

试样环的表面接触部位:

——内直径 $14_{-0.1}^0$ mm;

——外直径 $20_{-0.1}^0$ mm。

试样盘的接触表面:

——直径 ≥ 25 mm。

为适应试验装置的设计,也可选择其他试样尺寸。

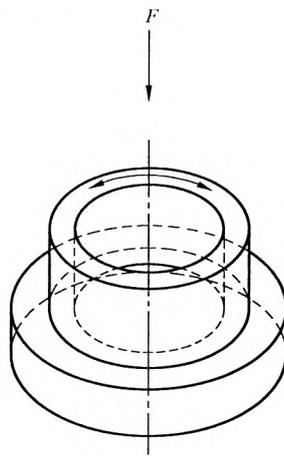


图 2 磨损试验示意图

单位为毫米

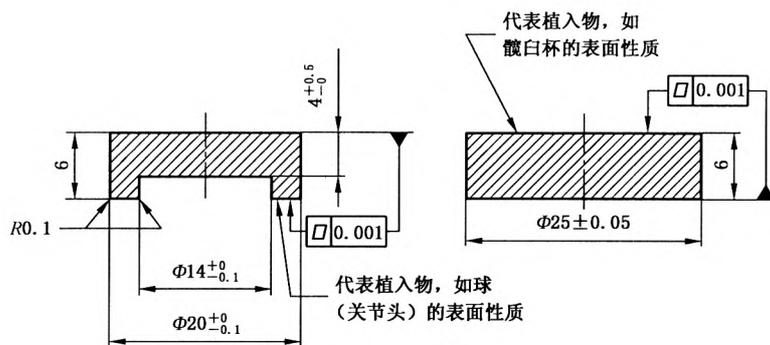


图 3 试样环件和盘件的几何图形及尺寸规定

5.5.3.3 试样的接触表面应满足下列条件:

表面粗糙度,CLA: $\leq 0.10 \mu\text{m}$

平面度: $\leq 0.6 \mu\text{m}$

粗糙度应参照 ISO 468 用表面光度仪测定,表面光度仪应按 ISO 5436 的步骤进行有效校准。平面度应采用适当的干涉仪测量,试样的整个接触面都应进行观测。

5.5.4 步骤

5.5.4.1 将试样盘和试样环固定于夹具中相应的支撑件上,采用合适的粘合或夹紧装置。

5.5.4.2 采用以下试验条件:

旋转角:±25°;

轴向载荷:(1 500±10)N;

频率:(1±0.1)Hz;

试验时间:(100±1)h;

润滑剂:蒸馏水;

温度:室温,被监测和报告的试样最接近的环境温度。

5.5.4.3 将试样从试验装置上卸下,在超声波容器中用蒸馏水清洗以除去碎屑。干燥试样并检查磨损表面。如果试样盘上的磨损痕迹是一不完全的环,表明试样之间接触不紧密。用新试样重新进行试验。

5.5.4.4 用轮廓曲线仪沿着6个对称排列的,径向起始于磨损痕迹外边缘3 mm以外、终止于磨损痕迹内边缘3 mm以内的磨损痕迹测定磨损痕迹轮廓。采用充分灵敏的标尺清晰描绘磨损痕迹。

5.5.4.5 从磨损痕迹任一侧的轮廓定义的原始表面测定磨损痕迹轮廓横距,操作如下:从磨损痕迹的两侧,向痕迹中心推测中间表面轮廓。采用测面仪或其他合适的电子仪器测定磨损痕迹轮廓与推测线之间的面积,以确定磨损痕迹横截面面积。

注3:通过在磨损试验前后转换夹具中试样的角度,一种更复杂的方法可用来测定沿着相同半径的表面轮廓。磨损痕迹面积可通过一个轮廓从另一轮廓的电子扣除来确定。

5.5.5 磨损量的计算

5.5.5.1 从6个磨损痕迹轮廓测定的磨损痕迹横截面面积确定平均磨损痕迹横截面面积。

5.5.5.2 通过平均磨损痕迹横截面面积与平均磨损痕迹环长度相乘来计算磨损量 V ,计算公式如下:

$$V = \pi(r_o + r_i)A$$

式中:

A ——平均磨损痕迹横截面面积,mm²;

r_o ——平均磨损痕迹外半径,mm;

r_i ——平均磨损痕迹内半径,mm。

5.5.6 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 制备试样盘的方法,包括与外科植入器件产品的关系(5.5.3.1)及采取的加工步骤;
- b) 试验仪器的描述;
- c) 测定试样表面粗糙度和平面度试验的细节;
- d) 测定磨损痕迹轮廓技术的细节;
- e) 试验操作中达到的稳定温度;
- f) 每5个试验各自的磨损值,全部的平均值和标准偏差。

中华人民共和国
国家标准
外科植入物用高纯氧化铝陶瓷材料
GB/T 22750—2008/ISO 6474:1994

*

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

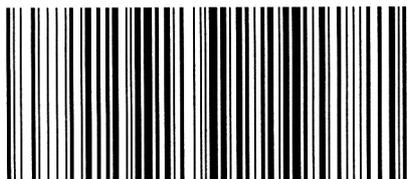
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-35987 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



GB/T 22750-2008