ICS 11.040.40

中国医疗器械行业协会
China Association for Medical Devices Industry

团 体 标 准

T/CAMDI 2105/CD—XXXX

外科植入物用大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯制品

Standard guide for extensively irradiation-crosslinked ultra-high molecular weight polyethylene fabricated form for surgical implant applications

（征求意见稿 CD）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布 XXXX－XX－XX 实施

中国医疗器械行业协会 发布

目　　次

前言 II
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　术语和定义 3
4　取样 3
5　高交联超高分子量聚乙烯制品相关要求 3
5.1　合成物要求 3
5.2　物理要求 3
6　生物相容性 4
附录 A（资料性）基本原理 5
附录 B（资料性）生物相容性试验 6
参考文献 7

征求意见稿

前　　言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件使用重新起草法参考YY/T 0811-2010《外科植入物用大剂量辐射交联超高分子量聚乙烯制品标准要求》编制。

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。

本文件由中国医疗器械行业协会医用高分子制品专业分会提出。

本文件由中国医疗器械行业协会医用高分子制品专业分会标准化技术管理委员会归口。

本标准起草单位：中山大学，中国科学院长春应用化学研究所，威高集团有限公司，山东威高海星医疗器械有限公司。

本标准主要起草人：付俊

征求意见稿

外科植入物用大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯制品

1 范围

本文件确定了外科植入物用大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯制品

本文件涉及满足GB/T 19701.1、GB/T 19701.2所有要求的超高分子量聚乙烯树脂粉料、加工成型的模塑料（制品），以及高交联制品材料。

本文件仅适用于经过40 kGy及以上剂量的伽马射线或电子束辐照的超高分子量聚乙烯材料（以下简称交联制品）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 1040 塑料 拉伸性能测定

GB/T 19701.1-2016 外科植入物 超高分子量聚乙烯 第1部分：粉料

GB/T 19701.2-2016 外科植入物 超高分子量聚乙烯 第2部分：模塑料

GB/T 21461.2 塑料 超高分子量聚乙烯（UHMWPE）模塑和挤出材料 第2部分：试样制备和性能测定

YY/T 0772.4-2009 外科植入物 超高分子量聚乙烯 第4部分：氧化指数测试方法

YY/T 0814-2010 红外光谱法评价外科植入物用辐照后超高分子量聚乙烯制品中反式亚乙烯基含量的标准测试方法

YY/T 0815-2010 差示扫描量热法测定超高分子量聚乙烯熔化焓、结晶度和熔点

ASTM D2765-2011 交联聚乙烯塑料溶胀度和凝胶含量测定的试验方法（Standard test methods for determination of gel content and swell ratio of crosslinked polyethylene plastics）

ASTM E647 疲劳裂纹扩展速率的测试方法（Standard test method for measurement of fatigue crack growth rate）

ASTM F2214 交联超高分子量聚乙烯分子状网络结构参数的原位测定标准方法（Standard test method for in situ determination of network parameters of crosslinked ultra-high molecular weight polyethylene）

ASTM F648 外科植入用超高分子量聚乙烯粉料及制品技术规范（Standard specifications for ultra-high molecular weight polyethylene powders and fabricated form for surgical implants）

3 术语和定义

GB/T 19701.1和GB/T 19701.2界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

制品 fabricated form

外科植入物用，以超高分子量聚乙烯粉料制成的，在交联、包装和灭菌处理之前的任意形状的超高分子量聚乙烯。

3.2

高交联超高分子量聚乙烯 extensively crosslinked ultra-high molecular weight polyethylene

接受总剂量超过40kGy的伽马射线和/或电子束电离辐照，在材料内部形成交联结构的超高分子量聚乙烯制品。

3.3

电离辐照 ionizing irradiation

采用伽马射线或者电子束辐照。

3.4

交联 crosslinking

通过电离辐照，在高分子链之间产生化学键，使其形成网络结构的过程。

4 取样

如适用，应按本标准的要求对每批制品进行测定，取样尺寸及步骤可按照GB/T 21461.2的规定或买卖双方的约定。

5 高交联超高分子量聚乙烯制品相关要求

5.1 合成物要求

制造高交联超高分子量聚乙烯的粉料应符合GB/T 19701.1的要求，制品应符合GB/T 19701.2的要求。

5.2 物理要求

表1 高交联超高分子量聚乙烯制品的要求

试验参数	单位	试验方法	试验条件	指标要求	
树脂类型				I 型	II 型
密度	kg/m^3	GB/T 1033		927~944	927~944
灰分（最大值）	mg/kg	GB/T 9345		150	150
拉伸断裂应力（最小值）	MPa	GB/T 1040	23℃，IV 型，5.08 cm/min	35	35
拉伸屈服应力（最小值）	MPa	GB/T 1040	23℃，IV 型，5.08 cm/min	19	19
断裂伸长率（最小值）	%	GB/T 1040	23℃，IV 型，5.08 cm/min	270	270
悬臂梁冲击强度	kJ/m^2	GB/T 1843		40	35
极限载荷	MPa	ASTM F2183		不小于标称值[a]	不小于标称值
疲劳裂纹扩展	/	ASTM E647		不小于标称值	不小于标称值
结晶度	%	GB/T 19466	-	不小于标称	不小于标

				值	称值
熔点	℃	GB/T 19466	-	不小于标称值	不小于标称值
交联度	mol/dm^3	ASTM D2765 或 ASTM F2214	-	不小于标称值	不小于标称值
氧化指数	/	YY/T 0772.4	-	不小于标称值	不小于标称值
反式亚乙烯指数	/	YY/T 0814-2010	-	不小于标称值	不小于标称值

a.这些值与交联超高分子量聚乙烯的临床应用性能关系尚未明确。应由材料制造商提供相应的指标值，供用户参考。

6 生物相容性

应按GB/T 16886.1给出的指南对高交联超高分子量聚乙烯制品进行生物相容性评价。

注：附录B给出了材料进行生物学评价的基本试验。

7 试验方法

警示——高交联超高分子量聚乙烯粉料和制品不含光稳定剂，因此应注意避免紫外线辐射。

7.1 试验条件

除非另有规定，凡涉及7.2、7.4~7.7的试验应在（23±2 ℃）的标准条件下进行。试验之前，试样应在上述试验条件下放置至少16小时。

7.2 密度

密度应采用GB/T 1033规定的方法测定，至少测试3件试样。3件试样结果的平均值应在表1给定的范围内。

7.3 灰分

灰分应按照GB/T 9345方法A进行测定。取两份试样在（700±50 ℃）条件下进行平行试验，2份试样测试结果的平均值不应高于表1中的给定值。

7.4 拉伸屈服应力

拉伸屈服应力应按照GB/T 1040.1中规定的拉伸试验方法进行测定，使用材料试验机测定应力，试验速度为（100±10）mm/min。至少测定5件厚度为（1.5±0.5）mm的试样。5件试样测试结果的平均值应不低于表1中的给定值。

7.5 拉伸断裂应力

拉伸断裂应力应在7.4规定的试验条件下测定。5件试样测试结果的平均值应不低于表1中的给定值。

7.6 断裂伸长率

断裂标称应变应在7.4规定的试验条件下测定。5件试样测试结果的平均值应不低于表1中的给定值。

7.7 缺口冲击强度

双缺口冲击强度应采用GB/T 1843中规定的冲击试验方法（悬臂梁）进行测定。

在有疑问或异议的情况下，ISO 11542-2规定的试验方法应作为仲裁检验法。

7.8 微粒物质的取样面积

应在制品上选取（500×10^3）mm^2的机加工面作为取样面。检查面应包括横向和纵向取样，在制品的厚度方向上可以重复截取剖面。

8 标记

交付的产品应至少表示批号。标记也可以是参照批号的序列号，该序列号可以在一定长度内重复使用。

9 检验证书

每批材料应提供检验证书，证书应注明按照本部分的规定进行测试的试验结果。检验证书应包括下列内容：

a）标准编号；

b）材料类型；

c）批号或参照批号的序列号；

d）产品数量；

e）按照本部分相应条款测试的试验结果；

f）按照供需双方协议进行的退火处理描述。

10 标签

每个制品的包装应按照供需双方协议进行清晰的标记。

征求意见稿

附　录　A
（资料性）
基本原理

A.1　本标准旨在提供完全确定外科整形或骨植入物用辐照交联超高分子量聚乙烯材料的物理、化学和机械属性最少的、必要的试验方法。

A.2　1995 年，美国食品药品监督管理局（FDA）出版了一份描述超高分子量聚乙烯材料特性的指导性文件[1]。随后，高交联超高分子量聚乙烯的发展，FDA撤回了 1995 版指导文献，但该文献仍有参考价值。本标准的目的之一是确定测定高交联超高分子量聚乙烯材料关键特性的标准试验方法，为外科整形植入物的开发提供指导。

A.3　现阶段，仍无法根据现有的表征高交联超高分子量聚乙烯的试验方法确定全部指标可接受的最小值，因为在大部分上述试验方法中，超高分子量聚乙烯材料的性质与临床表现之间的相关性还不明确[2]。因此，需要生产商测定其交联超高分子量聚乙烯材料的生产工艺的最低标准，并与本标准进行对比，或者采用本标准提供的试验方法对生产过程进行验证。

A.4　表 1 所列出的是高交联超高分子量聚乙烯生产过程验证所必须的最少的试验，但在质量控制中不一定都要作为例行程序加以实施。

A.5　疲劳裂纹扩展性质与植入物临床应用表现之间的关系尚不明确[3-5]。对疲劳裂纹扩展性能的测试仅作为高交联超高分子量聚乙烯开发和生产中的一个参考指标，生产商可将其与其它同类产品进行比较，作为评估生产工艺的一个参考值。

A.6　自由基含量被认为与高交联超高分子量聚乙烯的氧化稳定性有关，但材料中自由基浓度与高交联超高分子量聚乙烯氧化行为之间缺乏定量的、确定的关联[6]。

A.7　尽管本标准列出了高交联超高分子量聚乙烯制品所需要的最少的测试表征试验及其方法，但本标准未包括高交联超高分子量聚乙烯植入物产品的测试表征方法，植入物生产商需要根据产品开发相关要求对高交联超高分子量聚乙烯产品的机械性能和摩擦性能等进行测试。产品测试不属于本标准的范畴。

征求意见稿

附 录 B
（资料性）
生物相容性试验

B.1 生物相容性试验

在新产品投产、材料和/或生产工艺有重大变化时，宜按 GB/T 16886.1 的规定进行生物相容性评价，基本评价试验为：

a) 热原
b) 急性全身毒性
c) 溶血
d) 迟发型超敏反应
e) 皮内反应
f) 细胞毒性

GB/T 14233.2 规定的生物学试验方法应认为是 GB/T 16886 中规定的方法的补充。生物学评价宜基于材料预期制造器械的具体情况和所经受的灭菌过程。

征求意见稿

参 考 文 献

[1] Food and Drug Administration, “Data Requirements for Ultra-High Molecular Weight Polyethylene (UHMWPE) Used in Orthopedic Devices,” Orthopedic Devices Branch, Rockville, MD, March 28, 1995.

[2] Fu, J, Jin, Z. M., and Wang, J. W., “UHMWPE Biomaterials for Joint Implants,” Springer, Singapore, 2019, ISBN 978-981-13-6923-0.

[3] Gencur, S. J., Rimnac, C. M., and Kurtz, S. M. “Fatigue Crack Propogation Resistance of Virgin and Highly Crosslinked, Thermally Treated Ultra--High Molecular Weight Polyethylene,” Biomaterials, 27, 2006, pp. 1550-1557.

[4] Bradford, L., Baker, D., Ries, M. D., and Pritt, L. A., “Fatigue Crack Propagation Resistance of Highly Crosslinked Polyethylene,” Clin Orthop Relat Res, 429, 2004, pp. 68-72.

[5] Baker, D. A., Bellare, A., and Pruitt, L. A., “The Effects of Degree of Crosslinking on the Fatigue Crack Initiation and Propagation Resistance of Orthopedic-Grade Polyethylene,” J Biomed Mater Res, 66, 2003, pp. 146-154.

[6] Wannomae, K. K., Bhattacharyya, S., Freiberg, A., Estok, D., Harris, W. H., Muratoglu, O., “In Vivo Oxidation of Retrieved Cross-linked Ultra-High-Molecular-Weight Polyethylene Acetabular Components with Residual Free Radicals, The Journal of Arthroplasty, 2006, 21, 1005-1011.

[7] ASTM F648 Standard specifications for ultra-high molecular weight polyethylene powders and fabricated form for surgical implants

[8] ASTM F2214 Standard test method for in situ determination of network parameters of crosslinked ultra-high molecular weight polyethylene

[9] ASTM F2183-2008 Standard Test Method for Small Punch Testing of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Used in Surgical Implants

征求意见稿

《T/CAMDI 2105/NP 外科植入物用大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯制品》团体标准编制说明

一、工作简况

1. 任务来源

根据医械协医高字[20XX] XXX 号的有关内容，团体标准《T/CAMDI 2105/NP 外科植入物用大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯制品》列入“2021 年中国医疗器械行业协会医用高分子制品专业分会团体标准制修订项目”。

本标准由付俊、殷敬华、栾世方、石恒冲、杨华伟、魏悦、刘洋负责起草。

2. 关于标准名称和标准体系的说明

标准名称《外科植入物用大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯制品》限定了标准所涉及的材料。对于外科植入物超高分子量聚乙烯，已有国家标准、ASTM 标准和 ISO 标准体系，而外科植入物大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯模塑料已有医药标准，主要是参照 ASTM 标准制定的，规定了应对该材料进行的评价参数和相应的方法，但未明确规定技术指标。为了进一步明确外科植入物大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯模塑料应满足的最低技术标准，参考现有标准体系所规定的技术参数、文献报道、以及行业相关材料的技术参数，制定本标准。

3. 工作过程

本标准由中山大学牵头，联合中国科学院长春应用化学研究所和威高骨科有限公司，进行了大量的数据采集、产业调研和标准分析，于 2021 年 2 月编制了标准初稿，并提交标委会讨论。2021 年 4 月 1 日，标委会专家讨论提出修改意见，起草者根据修改意见，征求产业内相关企业的意见，对标准的内容、主要技术指标、标准引用、检测方法等进行了删减和增补完善，形成本次讨论稿。

二、标准编制原则和确定标准主要内容的论据

（一）关于标准名称的确定

标准名称的确定原则：（1）突出材料的主要技术特征和制备方法，避免歧义。（2）参考已有的医药标准 YY/T 0811-2010《外科植入物用大剂量辐射交联超高分子量聚乙烯制品标准要求》。

（二）产品介绍

该产品是经过高能射线（伽马射线或电子束）辐照而获得的交联超高分子量聚乙烯。通常采用的辐照剂量应不低于 40kGy，以使超高分子量聚乙烯产生足够的交联结构。

征求意见稿

该产品目前主要应用于制造人工关节的臼杯或衬垫，具有抗冲击、耐磨损等优点，可以显著地降低人工关节的磨损速率，提高使用寿命。

（三）国内现状

国内的高交联超高分子量聚乙烯产品主要依赖进口，部分企业开发了基于高交联超高分子量聚乙烯的髋臼杯和人工关节。国外企业也逐渐在中国市场推广高交联聚乙烯人工关节。我国高校和企业陆续开发了高交联超高分子量聚乙烯材料，主要技术指标达到或者超过了国外同类产品水平。目前，我国高交联超高分子量聚乙烯相关的标准只有一个医药标准 YY/T 0811-2010，主要是参考国外标准制定的，缺乏对关键技术指标的说明，不能适应我国人工关节材料发展的需要。因此，有必要制定团体标准，为我国高交联超高分子量聚乙烯的产品开发和应用提供依据。

（四）标准内容说明

本标准是在大量的研究工作基础上，对已有标准和产业发展进行综合分析而制定的。标准的主要内容参考了 YY/T 0811-2010，通过引用相关的上位标准，对主要术语、检测或测量方法进行了规定。本标准最重要的内容是，规定了高交联超高分子量聚乙烯所应该达到的技术指标要求，包括数值类型、密度、灰分最大值、拉伸断裂应力最小值、拉伸屈服应力最小值、断裂伸长率最小值、悬臂梁冲击强度最小值等，规定了极限载荷、疲劳裂纹扩展、结晶度、熔点、溶胀度、氧化指数、反式亚乙烯指数等指标的测定方法。

迄今，临床和科学研究尚未明确地给出上述性能指标与人工关节临床表现之间的关系，因此，上述内容主要是作为生产商和购买方对材料进行评价的依据之一，而不作为产品质量优劣的判定依据。

作为内植入材料，也对材料的生物安全性评价的内容作了约定。

三、主要实验（或验证）的分析、综述报告、技术经济论证、预期的经济效果

将自主研发的高交联超高分子量聚乙烯与进口（跨骏）的高交联超高分子量聚乙烯进行了对比研究，主要测定了材料的拉伸强度、拉伸屈服强度、断裂伸长率等关键技术指标。研究结果如下图。测定的进口高交联超高分子量聚乙烯的拉伸性能与文献报道的一致。

我国人工关节年需求缺口 300 万套以上，直接产值超过 600 亿人民币，带动产值 3000 亿人民币以上。随着预期寿命的增长，临床对高交联超高分子量聚乙烯人工关节的需求将快速增长。自主开发的高交联超高分子量聚乙烯材料将打破进口产品对市场的垄断，有力地推动我国人工关节产业的发展，提升国产高交联人工关节的市场竞争力，降低患者的负担，造福社会。

征求意见稿

研发成功后，预计将产生不少于30亿元人民币的直接价值，并带动人工关节和临床应用需求的增长，具有非常显著的经济效益和社会效益。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准参考了ASTM xxx和YY/T 0811-2010标准（以下称该二标准），该二标准仅仅规定了外科植入物大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯所应检测的物理性能参数和检测方法，没有规定各物理性能参数应满足的指标要求。因此，该二标准实际上不利于交联超高分子量聚乙烯产品的研发和发展。本标准针对临床应用需求，提出了拉伸断裂强度、拉伸屈服强度、断裂伸长率、冲击强度等几个关键的物理性能指标要求。国外长期的临床应用表明，满足这些要求的交联超高分子量聚乙烯在人工关节领域获得了成功的应用，大幅度降低了人工关节的磨损，提高了使用寿命。因此，本标准进一步明确地提出了这些关键物理参数的最低值要求，使满足这些要求的交联超高分子量聚乙烯能够满足人工关节的要求。与国内外已有标准相比，本标准具有先进性。

征求意见稿

CIAC

Changchun Institute of Applied Chemistry, Chinese Acadamy of Sciences

国家电化学和光谱研究分析中心分析测试报告单

报告编号：GP-21-0057

样品名称	样品数量	送检单位	样品状态		承检单位
超高分子量聚乙烯	4 组	中国科学院长春应用化学研究所	处理前	处理后	物理性能测试组
			固体	固体	
收样日期	2021-01-26	完成日期	2021-01-27		
检测依据	ASTM F648				
仪器名称及型号	INSTRON-1121 材料试验机				

样品名称	拉伸强度/MPa	拉伸屈服强度/MPa	断裂伸长率/%
自研 I 型 UHMWPE 模塑料	51.2±4.3	21.9±0.6	790±70
自研 I 型 HXLPE	35.3±1.8	20.2±0.2	520±14
自研 I 型 HXLPE-VE	41.0±2.5	20.2±0.2	610±36
跨骏 I 型 HXLPE	41.2±2.0	21.6±0.6	498±30

以下空白

检测人		校核人		技术负责人	

日期：2021 年 01 月 27 日

测试结果只对送检样品负责。对本报告有异议者，应于报告发出之日起，7 日内提出，逾期不予受理。

TEL: 0431-85262169
Email:guangpu@ciac.jl.cn
地址：长春市人民大街 5625 号　邮编：130022

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

符合现行法律、法规和强制性国家标准的要求。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、其他应予说明的事项

无。

标准修订工作组
20XX 年 XX 月 XX 日

征求意见稿