

ICS 11.040.40
CCS C35



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

团 体 标 准

T/CAMDI 079—2022

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

2022 - 08 - 04 发布

2022 - 09 - 01 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	2
4 取样	2
5 交联超高分子量聚乙烯制品相关要求	2
6 生物相容性	3
7 试验方法	3
8 标志、包装和贮存	4
附录 A（资料性）设计指南	6
参考文献	7

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委员会归口。

本文件起草单位：中山大学、中国科学院长春应用化学研究所、山东威高海星医疗器械有限公司、威高集团有限公司、山东安得医疗用品股份有限公司。

本文件主要起草人：付俊、杨华伟、魏悦、刘洋、田晓雷。

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

本文件规定了外科植入物用大剂量辐照交联超高分子量聚乙烯（以下简称交联超高分子量聚乙烯）制品的要求及试验方法。

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（棒材、板材），以及交联制品。

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 1033 塑料 非泡沫塑料密度的测定
- GB/T 1040 塑料 拉伸性能测定
- GB/T 1843 塑料 悬臂梁冲击强度的测定
- GB/T 9345.1 塑料 灰分的测定
- GB/T 16886.1 医疗器械生物学评价
- GB/T 19466 塑料 差示扫描量热法
- 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（PE-UHMW）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 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）
- ASTM F2183 外科植入物用超高分子量重量聚乙烯的小型打孔器检测的标准试验方法（Standard Test Method for Small Punch Testing of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene Used in Surgical Implants）
- 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）

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

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

接受超过最低吸收剂量40 kGy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

辐照加工 radiation crosslinking

采用伽马射线或者电子束作用于物质，使其品质或性能得以改善的一种技术。

3.4

交联 crosslinking

通过电离辐照，在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，按本文件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 交联超高分子量聚乙烯制品相关要求

5.1 合成物要求

制造交联超高分子量聚乙烯的粉料符合GB/T 19701.1的要求，制品符合GB/T 19701.2的要求。

5.2 物理要求

表 1 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 9345.1	-	150	150
拉伸断裂应力（最小值）	MPa	GB/T 1040.2-2006	23 °C，5A 型， 5.08 cm/min	35	35

表 1 交联超高分子量聚乙烯制品的要求(续)

试验参数	单位	试验方法	试验条件	指标要求	试验参数
拉伸屈服应力(最小值)	MPa	GB/T 1040.2-2006	23℃, 5A型, 5.08 cm/min	19	19
断裂伸长率(最小值)	%	GB/T 1040.2-2006	23℃, 5A型, 5.08 cm/min	270	270
悬臂梁冲击强度	kJ/m ²	GB/T 1843	按照 7.7 描述 的方法	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 值	不小于标 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

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

7 试验方法

警示——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照射。

7.1 试验条件

除非另有规定,凡涉及7.2、7.4~7.7的试验在(23±2)℃的标准条件下进行。试验之前,试样在上述试验条件下放置至少48h。

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在表1给定的范围内。

7.3 灰分

灰分按照GB/T 9345.1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高于表1中的给定值。

7.4 拉伸屈服应力

拉伸屈服应力按照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不低于表1中的给定值。

7.5 拉伸断裂应力

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

7.6 断裂伸长率

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

7.7 缺口冲击强度

缺口冲击强度采用ASTM F648中规定的冲击试验方法（悬臂梁）进行测定。试样尺寸(31.75±0.25)mm×(12.70±0.10)mm×(6.35±0.38)mm，双缺口，缺口类型A，深度(4.57±0.08)mm。

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

7.8 氧化指数

按照YY/T 0772.4-2009规定的方法，采用傅里叶变换红外光谱仪测定辐照交联超高分子量聚乙烯试样中的反式亚乙烯指数。采用超薄切片机制备厚度约200微米的试样，测定其红外吸收光谱，计算吸收光谱在1650 cm⁻¹~1850 cm⁻¹之间的吸收峰的面积（面积1），并且计算1330 cm⁻¹~1396 cm⁻¹之间吸收峰的面积（面积2）。氧化指数定义为面积1与面积2的比值。

7.9 反式亚乙烯指数

按照YY/T 0814-2010规定的方法，采用傅里叶变换红外光谱仪测定辐照交联超高分子量聚乙烯试样中的反式亚乙烯指数。采用超薄切片机制备厚度约200微米的试样，测定其红外吸收光谱，计算吸收光谱在950 cm⁻¹~980 cm⁻¹之间的吸收峰的面积（面积1），并且计算1330 cm⁻¹~1396 cm⁻¹之间吸收峰的面积（面积2）。反式亚乙烯指数定义为面积1与面积2的比值。

8 标志、包装和贮存

8.1 标志

在产品外包装上至少有下列标志：产品名称、牌号或型号规格、批号或序列号、数量或净重（Kg）、制造商名称和地址。

8.2 包装

产品至少采用双层包装，包装保证产品运输和贮存时不被污染。

8.3 贮存

产品贮存在清洁、干燥、通风良好的室内。远离热源，避免阳光直射。

CAMDI

附 录 A
(资料性)
设计指南

A. 1 本文件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,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。本文件的目的是确定测定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,并与本文件进行对比,或者采用本文件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 尽管本文件列出了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,但本文件未包括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。产品测试不属于本文件的范畴。

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., Rinnac, C. M., and Kurtz, S. M. “Fatigue Crack Propagation 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
-