



中华人民共和国国家标准

GB/T 23101.3—2023

代替 GB/T 23101.3—2010

外科植入物 羟基磷灰石 第 3 部分：结晶度和相纯度的 化学分析和表征

Implants for surgery—Hydroxyapatite—
Part 3: Chemical analysis and characterization of crystallinity
ratio and phase purity

(ISO 13779-3:2018, MOD)

2023-11-27 发布

2023-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
引言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 化学分析	3
5 X射线衍射分析	4
6 测试报告	11
附录 A (资料性) 磷酸钙的污染	12
附录 B (资料性) 用于定量相分析(QPA)的 XRD 数据 Rietveld 精修法	13
附录 C (规范性) 校准品制备方法	14
附录 D (规范性) 绘制校准曲线图的相的纯度分析	16
附录 E (资料性) 绘制校准曲线时各种混合样 X 射线衍射谱实例	18
附录 F (资料性) Ca : P 的不确定度计算	21
附录 G (资料性) 结晶度测定的可选方法	23
附录 H (规范性) 用于计算结晶度的羟基磷灰石特征峰位	24
参考文献	25

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。

本文件是 GB/T 23101《外科植入物 羟基磷灰石》的第 3 部分。GB/T 23101 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：羟基磷灰石陶瓷；
- 第 2 部分：羟基磷灰石涂层；
- 第 3 部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征；
- 第 4 部分：涂层粘结强度的测定；
- 第 6 部分：粉末。

本文件代替 GB/T 23101.3—2010《外科植入物 羟基磷灰石 第 3 部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征》，与 GB/T 23101.3—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了文件的适用范围，将羟基磷灰石粉末纳入本文件的范畴，并进一步明确了文件的适用领域（见第 1 章，2010 年版的第 1 章）；
- 增加了术语和定义：定量限（见 3.3）、 α -磷酸三钙（见 3.8）、 β -磷酸三钙（见 3.9）、羟基磷灰石（见 3.10）、磷酸四钙（见 3.11）、氧化钙（见 3.12）、不确定度（见 3.13）、结晶度（见 3.14）、背景（见 3.15）、噪声（见 3.16）、杂质相（结晶态）（见 3.17）；
- 更改了化学分析仪器及试剂的要求（见 4.3、4.4，2010 年版的 5.1、4.4），明确了分析试剂的级别，并对样品溶液制备及结果表述部分进行了细化（见 4.5、4.6，2010 年版的 9.1、9.2）；
- 增加了杂质相的检测限（DL）和定量限（QL）及两者的不确定度要求（见 5.6.3、5.6.4）；
- 更改了钙磷原子比（Ca：P）的计算方法（见 5.8.2，2010 年版的第 10 章），并增加了测量的不确定度要求（见 5.8.3）；
- 更改了结晶度测试方法（见 5.9.2、5.9.3、5.9.4，2010 年版的第 12 章），并增加了测量的不确定度要求（见 5.9.5）。

本文件修改采用 ISO 13779-3:2018《外科植入物 羟基磷灰石 第 3 部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征》。

本文件与 ISO 13779-3:2018 相比做了下述结构调整：

- 4.3 中 a)、b) 分别对应 ISO 13779-3:2018 中 4.3.1、4.3.2；
- 4.4 中 a)~c) 分别对应 ISO 13779-3:2018 中 4.4.1~4.4.3；
- 5.2 中 a)~f) 分别对应 ISO 13779-3:2018 中 5.2.1~5.2.6；
- 附录 B 对应 ISO 13779-3:2018 附录 G；
- 附录 C 对应 ISO 13779-3:2018 附录 E；
- 附录 D 对应 ISO 13779-3:2018 附录 B；
- 附录 E 对应 ISO 13779-3:2018 附录 C；
- 附录 G 对应 ISO 13779-3:2018 附录 H；
- 附录 H 对应 ISO 13779-3:2018 附录 D。

本文件与 ISO 13779-3:2018 的技术差异及其原因如下：

- 用规范性引用的 GB/T 6003.1 替换了 ISO 3310-1，以适应我国国情；
- 用规范性引用的 GB/T 6682 替换了 ISO 3696，以适应我国国情；

——5.5.2 结晶相的识别中,用于校准曲线的构建、杂质相含量和 Ca : P 比的确定,可选择的峰-羟基磷灰石增加了 2.1.1 峰,以适应现有的技术条件及与附录 D 中的内容相对应。

本文件做了下列编辑性改动:

——纳入了 ISO 13779-3:2018/AMD 1:2021 的修正内容(见 5.8.4),所涉及的条款于外页边空白位置用垂直双线(∥)进行了标示。

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专利的责任。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件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。

本文件起草单位:四川大学、天津市医疗器械质量监督检验中心、苏州鼎安科技有限公司、大博医疗科技股份有限公司、四川医疗器械生物材料和制品检验中心有限公司、史赛克(北京)医疗器械有限公司、苏州微创关节医疗科技有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、麟科泰医疗技术(无锡)有限公司。

本文件主要起草人:袁墩、马春宝、李亚东、曾达、邓翔、张海明、俞天白、王书明、魏森、邹文、朱进清、李亚军、陈艳文、李家林、张松伟、温敏、王梦圆、赵婷婷。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——2010 年首次发布为 GB/T 23101.3—2010;

——本次为第一次修订。

引 言

羟基磷灰石作为一种骨修复材料,在外科植入物中的应用十分广泛。

GB/T 23101《外科植入物 羟基磷灰石》由 ISO 13779 系列标准转化而来,提供了羟基磷灰石陶瓷、羟基磷灰石涂层、羟基磷灰石粉末的性能要求及相关试验方法。

GB/T 23101 已发布 5 个部分,包括:

- 第 1 部分:羟基磷灰石陶瓷,旨在规范用作外科植入物的羟基磷灰石陶瓷的要求;
- 第 2 部分:羟基磷灰石涂层,旨在规范应用于金属和非金属外科植入物的羟基磷灰石陶瓷涂层的要求;
- 第 3 部分:结晶度和相纯度的化学分析和表征,旨在提供羟基磷灰石材料,包括粉末、涂层或陶瓷的化学分析、结晶度和相组成评估的测定方法;
- 第 4 部分:涂层粘结强度的测定,旨在提供羟基磷灰石涂层粘结强度的测量方法;
- 第 6 部分:粉末,旨在规范羟基磷灰石粉末原材料的要求。

从未显示任何已知的外科植入材料在人体中绝对不会引起不良反应。然而,羟基磷灰石材料的长期临床应用经验表明,如果材料应用得当,则可达到预期生物反应水平。

外科植入物用羟基磷灰石材料的生物相容性和吸收速率可能取决于微量元素的存在、杂质结晶相和结晶度。已证明无定形磷酸钙、磷酸四钙、 α -磷酸三钙和 β -磷酸三钙具有更高的溶解性,并且可比羟基磷灰石在体内更快地被吸收。氧化锆和重金属可能会损害材料的生物相容性。因此,评估材料的组成成分非常重要。

在该领域,对不同结晶相和非晶相成分的评估一直在持续进行(包括设备和软件)。在本文件中提出了一种测量羟基磷灰石结晶度的新方法,并提出将 Rietveld 方法作为测量杂质相含量的替代方法。

外科植入物 羟基磷灰石

第 3 部分：结晶度和相纯度的 化学分析和表征

1 范围

本文件描述了羟基磷灰石材料,包括粉末、涂层或陶瓷的化学分析、结晶度和相组成评估的测定方法。

注:这些测试旨在描述材料的特性并在组织之间进行交流。测试的目的不是替代公司的内部运营和评估测试。

本文件适用于羟基磷灰石结晶度、相组成、杂质元素和钙磷原子比的评估。

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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分:金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—2022,ISO 3310-1:2016,MOD)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

校准曲线 calibration curve

通过 X 射线衍射分析图谱所测定的杂质相积分强度占比来计算杂质相占比结晶羟基磷灰石的质量分数的校准图。

3.2

检测限 detection limit; DL

能与无该杂质相或微量元素区别开的杂质相或微量元素的最低量。

注:5.6.3 规定了估算杂质相检测限的要求和程序。

3.3

定量限 quantification limit; QL

可定量检出杂质相或微量元素的最低量。

注:5.6.3 规定了估算杂质相定量限的要求和程序。

3.4

峰高 height

已扣除背景的 X 射线衍射谱中峰顶与基线之间的距离。

3.5

积分强度 integrated intensity

已扣除背景的 X 射线衍射谱中基线之上的特征峰的面积。