

推荐性国家标准项目建议书

中文名称	外科植入物 陶瓷材料 第 1 部分：高纯氧化铝陶瓷材料		
英文名称	Implants for surgery — Ceramic materials — Part 1: Ceramic materials based on high purity alumina		
制定/修订	☐ 制定 ☒ 修订	被修订标准号	GB/T 22750-2008
采用国际标准	☐ 无 ☒ ISO ☐ IEC ☐ ITU ☐ ISO/IEC ☐ 其他	采用程度	☒ 等同 ☐ 修改 ☐ 非等效
采标号	ISO 6474-1:2019	采标名称	外科植入物 陶瓷材料 第 1 部分：基于高纯氧化铝的陶瓷材料
标准类别	☐ 安全 ☐ 卫生 ☐ 环保 ☐ 基础 ☐ 方法 ☐ 管理 ☒ 产品 ☐ 其他		
ICS	11.040.40		
上报单位	全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会（SAC/TC110）		
技术归口单位 （或技术委员会）	全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会（SAC/TC110）		
主管部门	国家药品监督管理局		
起草单位	武汉理工大学材料、山东威高骨科材料股份有限公司等		
项目周期	☒ 12 个月 ☐ 24 个月		
是否采用快速程序	☐ 是 ☒ 否	快速程序代码	☐ B1 ☐ B2 B3 ☐ B4 C3
经费预算说明	经费预算 20 万（资料费 1 万、起草费 1.6 万、咨询费 0.4 万、差旅费 2 万、会议费 3 万、审查费 2 万，验证费 10 万），其中国拨经费 10 万，自筹经费 10 万。当国家补助经费达不到预算要求时，可自筹经费，确保项目按时完成。		

目的、意义	随着人口老龄化的进程，人们对人工关节需求将日益增加。人工关节的使用寿命取决于材料的性能，高纯氧化铝陶瓷材料优越的耐磨损性能可以很好的延长人工关节的寿命达到 20 年以上。 目前现有的国家标准 GB/T 22750-2008 是由国际标准 ISO 6474-1994 转化而来。现国际标准现在已经更新为 ISO 6474-1:2019，为了与国际行业发展保持一致，有效控制产品质量，提高产品在国内市场及国际市场的竞争力，修订此标准对于相关行业的发展具有重要的现实意义。		
范围和主要技术内容	本文件规定了高纯氧化铝生物稳定性陶瓷骨替代材料的特点和相应的试验方法，包括高纯氧化铝陶瓷材料的平均体积密度、化学组成、微观结构、材料强度、杨氏模量、断裂韧性、维氏硬度、耐磨性、循环疲劳性能。 本文件适用于骨垫片、骨替代材料和矫形关节假体部件。		
国内外情况简要说明	目前国际上高纯氧化铝陶瓷材料采用国际标准 ISO 6474-1:2019。国内采用的国家标准 GB/T 22750 2008 依然是由国际标准 ISO 6474:1994 转化而来，相关标准内容与现有国际标准已有显著不同。现有国际标准新增了杨氏模量、断裂韧性、维氏硬度、循环疲劳性能以及相应的试验方法，调整了平均体积密度、化学组成、微观结构、材料强度以及耐磨性能的相关指标。		
有关法律法规和强制性标准的关系	与现行法律法规或强制性标准无冲突、无矛盾。		
标准涉及的产品清单	髋关节假体陶瓷球头部件 髋关节假体陶瓷内衬部件		
是否有国家级科研项目支撑	☐ 是 ☒ 否	科研项目编号及名称	无

是否涉及专利	☐ 是 ☒ 否	专利号及名称	
是否由行标或地标转化	☐ 是 ☒ 否	行地标标准号及名称	
备注			

填写说明：

1. 非必填项说明

- 1) 采用国际标准为“无”时，“采用程度”、“采标号”、“采标名称”无需填写；
- 2) 不采用快速程序，“快速程序代码”无需填写；
- 3) 无国家级科研项目支撑时，“科研项目编号及名称”无需填写；
- 4) 不涉及专利时，“专利号及名称”无需填写；
- 5) 不由行地标转化时，“行地标标准号及名称”无需填写。

2. 其它项均为必填。其中经费预算应包括经费总额、国拨经费、自筹经费的情况，并需说明当国家补助经费达不到预算要求时，能否确保项目按时完成。

3. ICS 代号可从委网站公布的“ICS 分类号”文件中获得，下载地址为：

<http://www.sac.gov.cn/bsdt/xz/201011/P020130408501048214251.pdf>。

4. 备注中必须注明项目投票情况，格式为“技术委员会委员总数/参与投票人数/赞成票数”。

省级质监局申报的项目还应注明与归口技术委员会或归口单位的协调情况。

附表 1. 材料性能

性能	ISO 6474:1994		ISO 6474-1: 2019	
	A 类	B 类	A 类	B 类
平均体积密度 (kg/m ³ x 103)	≥3.94	≥3.90	≥3.94	≥3.90
化学成分%				
基础材料: Al ₂ O ₃	≥99.5		≥99.7	≥99.5
烧结添加剂: MgO	≤0.3		≤0.2	≤0.2
杂质限量: SiO ₂ + CaO + Na ₂ O 的总量	≤0.1		≤0.1	≤0.3
微观结构				
线性截距(μm)	≤ 4.5	≤7.0	≤ 2,5	≤3,5
线性截距的相对标准偏差	≤2.6(μm)	≤3.5(μm)	≤25%	≤25%
耐磨性(磨损体积)	≤0.1	无	Info	无
材料强度 1) or 2):				
1) 平均双轴弯曲强度 MPa	≥ 250	≥ 150	≥ 300	≥ 150
2) 威布尔模量	/	/	≥8	≥8
1) 平均四点弯曲强度 MPa	/	/	≥500	≥250
2) 威布尔模量	/	/	≥8	≥8
杨氏模量 GPa	/	/	≥ 380	≥ 370
断裂韧性 1) to 3)				
1) 基于单边 V 型切口梁法(SEVNB)	/	/	≥2.5MPa√m	无
2) 单边预裂纹梁法(SEPB)	/	/	≥2.5MPa√m	无
3) 曲面裂纹检测法(SCF)	/	/	≥2.5MPa√m	无
维氏硬度(HV1)	/	/	≥ 18GPa	≥17GPa
循环疲劳:在四点弯曲中 1000 万个周期的疲劳极限强度	/	/	200 MPa 时无故障	无



中华人民共和国国家标准

GB/T 22750.1—XXXX/ISO 6474-1:2019

代替 GB/T 22750-2008

外科植入物 陶瓷材料 第1部分：高纯氧化 铝陶瓷材料

Implants for surgery — Ceramic materials — Part 1:
Ceramic materials based on high purity alumina

(ISO 6474-1:2019, IDT)

草案版次选择

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

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..... II

引言..... III

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 2

4 分类..... 2

5 试样的制作..... 4

6 试验方法..... 5

参考文献..... 8

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 22750《外科植入物 陶瓷材料》的第2部分。GB/T 22750已经发布了以下部分：

- 第1部分：高纯氧化铝陶瓷材料；
- 第2部分：氧化锆增韧高纯氧化铝基复合材料。

本文件代替GB/T 22750-2008《外科植入物用高纯氧化铝陶瓷材料》，与GB/T 22750-2008相比，除编辑性改动为，主要技术变化如下：

- 增加了术语和定义（见3）；
- 增加了类别1（定期生产控制所需的实验）（见4.2.2）；
- 增加了类别2（通用材料规范的要求试验）（见4.2.3）；
- 更改了材料性能，表1新增了杨氏模量、断裂韧性、维氏硬度、循环疲劳性能的数据，修订了平均体积密度、化学组成、微观结构、材料强度以及耐磨性能的相关指标（见4.3）；
- 更改了微观结构，增加了试样数量的要求（见6.3）；
- 更改了强度性能，增加了四点弯曲强度测试和威布尔模量测试（见6.4）；
- 增加了杨氏模量测试（见6.5）；
- 增加了断裂韧性，包括SEVNB, SEPB和SCF三种测试方法（见6.6）；
- 更改了硬度测试方法，采用了维氏硬度测试方法（见6.7）；
- 增加了循环疲劳测试（见6.9）；

本文件等同采用ISO 6474-1:2019《外科植入物 陶瓷材料 第1部分：高纯氧化铝陶瓷材料》。

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/TC110）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

引 言

人工关节的耐用性与假体的摩擦学特性密切相关,生物陶瓷材料由于具备优异的摩擦学特性和良好的生物相容性常用作人工关节摩擦副。

《外科植入物 陶瓷材料》拟由两部分构成:

- 第1部分:高纯氧化铝陶瓷材料,旨在规范基于高纯氧化铝的生物稳定性陶瓷骨替代材料的性能和相应的试验方法;
- 第2部分:氧化锆增韧高纯氧化铝基复合材料,旨在规范关节置换用生物相容和生物稳定的陶瓷骨替代材料(氧化锆增韧高纯氧化铝基复合材料)的性能和相应的试验方法。

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。但是本文件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 陶瓷材料 第1部分：高纯氧化铝陶瓷材料

1 范围

本文件规定了高纯氧化铝生物稳定性陶瓷骨替代材料的特性和相应的试验方法，

本文件适用于骨垫片、骨替代材料和矫形关节假体部件。

本部分不包括生物相容性评价（见 ISO 10993-1）的内容。评价依照本部分的框架来生产的特定的高纯氧化铝陶瓷材料的生物相容性是制造商的责任。

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。

ISO 12677 Chemical analysis of refractory products by X-ray fluorescence (XRF) — Fused cast-bead method

ISO 13383-1 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Microstructural characterization — Part 1: Determination of grain size and size distribution

ISO 14704 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for flexural strength of monolithic ceramics at room temperature

ISO 14705 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for hardness of monolithic ceramics at room temperature

ISO 15732 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by single edge precracked beam (SEPB) method

ISO 16428 Implants for surgery — Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices

ISO 17561 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for elastic moduli of monolithic ceramics at room temperature by sonic resonance

ISO 18754 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of density and apparent porosity

ISO 18756 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of fracture toughness of monolithic ceramics at room temperature by the surface crack in flexure (SCF) method

ISO 20501 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Weibull statistics for strength data

ISO 22214 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for cyclic bending fatigue of monolithic ceramics at room temperature

ISO 23146 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics — Single-edge V-notch beam (SEVNB) method

EN 623-2 Advanced technical ceramics — Monolithic ceramics — General and textural properties — Part 2: Determination of density and porosity

EN 623-3 Advanced technical ceramics — Monolithic ceramics — General and textural properties — Part 3: Determination of grain size and size distribution (characterized by the linear intercept method)

EN 725-1 Advanced technical ceramics — Methods of test for ceramic powders — Part 1: Determination of impurities in alumina

EN 843-1 Advanced technical ceramics — Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature — Part 1: Determination of flexural strength

EN 843-2 Advanced technical ceramics — Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature — Part 2: Determination of Young's modulus, shear modulus and Poisson's ratio

EN 843-4 Advanced technical ceramics — Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature — Part 4: Vickers, Knoop and Rockwell superficial hardness

EN 843-5 Advanced technical ceramics — Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature — Part 5: Statistical analysis

CEN/TS 14425-5 Advanced technical ceramics — Test methods for determination of fracture toughness of monolithic ceramics — Part 5: Single-edge vee-notch beam (SEVNB) method

ASTM C1161 Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature

ASTM C1198 Standard test method for dynamic young's modulus, shear modulus, and Poisson's Ratio for advanced ceramics by sonic resonance

ASTM C1239 Standard practice for reporting uniaxial strength data and estimating weibull distribution parameters for advanced ceramics

ASTM C1259 Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's Ratio for advanced ceramics by impulse excitation of vibration

ASTM C1327 Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics

ASTM C1331 Standard test method for measuring ultrasonic velocity in advanced ceramics with broadband pulse-echo cross-correlation method

ASTM C1421 Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature

ASTM C1499 Standard test method for monotonic equibiaxial flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature

ASTM E112 Standard test methods for determining average grain size

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分类

4.1 材料类型

材料应分为A型或B型。
A型陶瓷材料用于承载高负荷的植入体(如关节置换的承载面)。
B型种植体适用于承载低负荷的植入体(如颌面部和中耳种植体)。

4.2 试验类别

4.2.1 一般要求

试验应分为类别1和类别2中进行。
6.6、6.8和6.9中的试验应仅适用于A类材料。

4.2.2 第1类：周期生产控制需要的测试

为定期进行生产控制，应进行以下试验：

- a) 体积密度(见 6.1)；
- b) 化学成分(见 6.2)；
- c) 微观结构(见 6.3)；
- d) 强度(见 6.4)。

4.2.3 第2类：代表通用材料规范需要的测试

制造商应定义一般材料规格。除了4.2.2中的所有测试外，还应进行以下测试确认材料规格：

- a) 杨氏模量(见 6.5)；
- b) 断裂韧性(见 6.6)；
- c) 硬度(见 6.7)；
- d) 磨损(见 6.8)；
- e) 循环疲劳(见 6.9)。

4.3 材料性能

为满足本文件的需求，材料应满足表1所列的性能要求。

表 1 材料性能要求

性能	单位	性能 分类	要求		条款	参考标准
			A型	B型		
平均相对体积密度	kg/m ³ × 10 ³	1	≥3.94	≥3.90	6.1	ISO 18754 EN 623-2
化学组成						
氧化铝基体Al ₂ O ₃	%（质量分数）	1	≥99.7	≥99.5	6.2	ISO 12677 EN 725-1
烧结添加剂MgO	%（质量分数）	1	≤0.2	≤0.2		
杂质限量SiO ₂ +CaO +Na ₂ O	%（质量分数）	1	≤0.1	≤0.3		
微观结构						
线性截距晶粒尺寸	μm	1	≤2.5	≤3.5	6.3	EN 623-3 ISO 13383-1 ASTM E112
线性截距晶粒尺寸	%	1	≤25	≤25		

相对标准差						
材料强度：1) 或2)					6.4	
1a) 平均双轴弯曲强度	MPa	1	≥ 300	≥ 150	6.4.2	ASTM C1499
1b) 韦布尔模量		1	≥ 8	≥ 8	6.4.4	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239
2a) 平均四点弯曲强度	MPa	1	≥ 500	≥ 250	6.4.3	ISO 14704 EN 843-1 ASTM C1161
2b) 韦布尔模量		1	≥ 8	≥ 8	6.4.4	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239
杨氏模量	GPa	2	≥ 380	≥ 370	6.5	ISO 17561 EN 843-2 ASTM C1331 ASTM C1198 ASTM C1259
断裂韧性，1-3任选					6.6	
1) SEVNB	$\text{MPa}\sqrt{m}$	2	≥ 2.5	n. a.	6.6.2	ISO 23146 CEN/TS 14425-5
2) SEPB	$\text{MPa}\sqrt{m}$	2	≥ 2.5	n. a.	6.6.3	ISO 15732
3) SCF	$\text{MPa}\sqrt{m}$	2	≥ 2.5	n. a.	6.6.4	ISO 18756 ASTM C1421
维氏硬度HV1	GPa	2	≥ 18	≥ 17	6.7	ISO 14705 EN 843-4 ASTM C1327
磨损		2	Info	n. a.	6.8	如 ISO 14242-1
循环疲劳极限：经1000万周次4点弯曲疲劳试验后	MPa	2	200Mpa不失效	n. a.	6.9	ISO 22214

5 试样的制作

试样的制作量应与种植体成品的正常制作量相当。采用相同的原料，相似的成型工艺(如轴压、等静压)，高温工艺(如烧结、热等静压)和硬加工(如研磨、抛光)。试件的成型应按照试验要求完成，制造商需要提供试样的生产等同于正常生产的评估证明。成品中的一部分可用于材料性能的评估。但是，由于几何限制和试样制备过程中的可能会出现损坏，不建议将试样视为成品中的一部分来评估以下材料性能：

- a) 强度(见 6.4)
- b) 断裂韧性(见 6.6)
- c) 循环疲劳(见 6.9)

6 试验方法

6.1 体积密度

体积密度应根据ISO 18754或EN 623-2确定。

6.2 化学成分

根据EN725-1或ISO 12677的x射线荧光法或电感耦合等离子体光谱法(ICP-OES)或电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)确定化学成分。杂质($\text{SiO}_2 + \text{CaO} + \text{Na}_2\text{O}$ 总含量)质量分数的上限应符合表1的要求。

6.3 微观结构

应采用ISO 13383-1或EN 623-3或ASTM E112(线性截距法)。测定氧化铝颗粒尺寸的,进行显微组织测定需要使用5个试样。

注:线性截距法显示的是显微照片所选位置的平均粒径,而不是单个粒径的分布。对于试样的选择、制备和评价,应遵循以下准则:

- a) 所选试样的壁厚应代表制造商产品的最大和最小值;
- b) 显微照片的位置应代表所选标本的中心区域和表面区域;
- c) 试样的选择应能够反映炉内温度偏差的可能性;
- d) 推荐使用常规产品作为样品进行微观结构评价;使用其他样品的,应生产与正常生产产品相当的样品;
- e) 显微照片中的选的所有位置都应符合表 1 所列的线性截距粒度要求;
- f) 线性截距粒度的标准偏差应由所有选定的显微照片的数据确定,标准偏差应符合表 1 的要求。

组织线性截距粒度的确定可以证明常规生产的均匀性有足够的统计相关性。制造商应为其制造工艺测定组织的晶粒尺寸。建议生产厂家对进行晶粒尺寸的可靠性、重复性和稳定性分析,保证生产工艺的微观结构(如验证),并利用这些数据进行常规生产控制。如果成功地完成了这一详细的分析,则可在常规生产控制减少试样和显微照片的数量。

6.4 强度性质

6.4.1 一般要求

强度特性应通过双轴弯曲强度试验(见6.4.2)或四点弯曲强度试验(见6.4.3)来确定。每次试验至少需要30个样本,数据应根据威布尔统计(见6.4.4)进行分析。建议指定用于测试的表面光洁度,以方便根据产品的预期用途解释数据。对于已烧制表面,说明该表面是否通过绿色加工压制而成。

6.4.2 双轴弯曲强度

试验应按照ASTM C1499的要求进行。试样的表面可以进行烧制、研磨或抛光。本文件要求试件和试验台的尺寸如表2所示。

表 2 双向抗弯强度试样和试验台的尺寸

尺寸	数值	公差	缩写
----	----	----	----

	mm	mm	
圆形试样直径	36	± 1.0	D
试样厚度	2	± 0.1	h
支承环直径	30	± 0.1	D_s
负载环直径	12	± 0.1	D_l
接触环半径	2	± 0.2	r
注：缩略语符合ASTM C1499的要求。			

6.4.3 4点弯曲强度

4点弯曲强度应根据ISO 14704、EN 843-1或ASTM C1161的要求确定。试样的表面应磨平。本文件要求试样和试验台的尺寸如表3所示。

表 3 四点弯曲试样和试验台的尺寸

尺寸	数值 mm	公差 mm	缩写
试样宽度	4	$\pm 0,2$	b
试样厚度	3	$\pm 0,2$	d
试样长度	≥ 45	—	L_r
支撑跨度	40	$\pm 0,1$	L
荷载跨度	20	$\pm 0,1$	L_i
注：缩略语符合ISO 14704的要求。			

6.4.4 威布尔模数

双轴弯曲试验或四点弯曲试验的强度数据应根据ISO 20501、EN 843-5或ASTM C1239使用威布尔统计进行分析。对于试验报告，应使用平均强度和威布尔模量。这些参数应满足表1中给出的限制。

6.5 杨氏模量

杨氏模量应根据ISO 17561、EN 843-2、ASTM C1331、ASTM C1198或ASTM C1259来确定。需要测定至少3个试样获得平均值。

6.6 断裂韧性

6.6.1 一般要求

材料的断裂韧性应根据6.6.2的SEVNB试验、6.6.3的SEPB试验或6.6.4的SCF试验来确定。每次测试应使用最少5个样本来获得测试样本的平均值。

6.6.2 SEVNB

单边V形缺口弯曲试验方法(SEVNB)的使用应符合ISO 23146或CEN/TS 14425-5的要求。切口尖端半径应尽量小，最好小于10μm。

6.6.3 SEPB

单边预裂纹梁法(SEPB) 的使用应符合ISO 15732。

6.6.4 SCF

弯曲试验方法(SCF) 使用的表面裂纹依据ISO 18756或ASTM C1421的要求。

6.7 硬度

用于材料硬度的表征的维氏硬度法的使用应符合ISO 14705或EN 843-4或ASTM C1327。要求试验负载为9,81 N (HV1)。

6.8 磨损

植入体的磨损性能不仅是一种材料性能，更是一种系统性能。磨损测试(如髋关节模拟器测试，ISO 14242-1)应考虑陶瓷组件的预期用途。试验应参考连接部件的实际应用条件。与其他材料性能相比，在本文档范围内没有磨损限制/定义。生产商应进行磨损试验，并将试验结果与现有技术进行比较。

6.9 循环疲劳

对于材料的循环疲劳行为的表征的循环弯曲疲劳方法使用应符合ISO 224。试验试样和试验夹具的几何形状与6.4.3(4点弯曲强度)要求相同。试验条件应如表4所示：

表 4 循环疲劳试验条件

实验条件	值
环境	生理盐水溶液 ^a ，18° C 至 40° C
循环速率	≤ 20 Hz
σ_{max}	200MPa
应力比	0.1 ($\sigma_{min} / \sigma_{max}$)
波形	正弦曲线
测试周期	≥10 ⁷
样本数量	≥5
^a 根据 ISO 16428。	

参 考 文 献

- [1] ISO 10993-9, Biological evaluation of medical devices — Part 9: Framework for identification and quantification of potential degradation products
 - [2] ISO 10993-14, Biological evaluation of medical devices — Part 14: Identification and quantification of degradation products from ceramics
 - [3] ISO 14242-1, Implants for surgery — Wear of total hip-joint prostheses — Part 1: Loading and displacement parameters for wear-testing machines and corresponding environmental conditions for test
 - [4] ASTM E4-83, Standard Practices for Force Verification of Testing Machines
-