



中华人民共和国国家标准

GB 23101.3—2010/ISO 13779-3:2008

GB 23101.3—2010/ISO 13779-3:2008

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 and phase purity

(ISO 13779-3:2008, IDT)

中华人民共和国
国家标准
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
GB 23101.3—2010/ISO 13779-3:2008

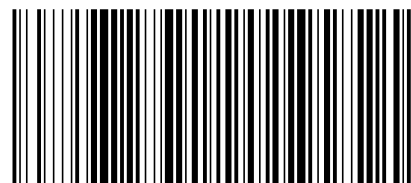
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

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 1.5 字数 34 千字
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

*
书号:155066·1-40474 定价 24.00 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 23101.3-2010

2010-09-02 发布

2011-08-01 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

参 考 文 献

- [1] ISO 13779-1, *Implants for surgery—Hydroxyapatite—Part 1: Ceramic hydroxyapatite*
- [2] ISO 13779-4, *Implants for surgery—Hydroxyapatite—Part 4: Determination of coating adhesion strength*
- [3] ASTM F 1185-03, *Standard Specification for Composition of Hydroxyapatite for Surgical Implants*
- [4] NF S 94-065, *Materials for surgical implants—Determination of arsenic, mercury, cadmium and lead on coatings based on phosphate of calcium*
- [5] NF S 94-067, *Materials for surgical implants—Qualitative and quantitative determination of the foreign phases present in calcium phosphate-based powders, deposits and ceramics*
- [6] *Octacalcium Phosphate*, Eds CHOW, L. C. and EANES, E. D. *Monographs in Oral Science*, 18, Karger Press, p. 152, 2001
- [7] MARKOVIC, M, FOWLER, B. O. and TUNG, M. S. *Preparation and Comprehensive Characterization of Calcium Hydroxyapatite*, Reference Material Res., Nat. Inst. Stand. Technol., 109, pp. 553-568, 2004
- [8] *Journal of Crystal Growth*, 84, pp. 515-523, 1987

目 次

前言	III
引言	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语、定义和符号	1
4 分析方法	2
5 仪器、试剂和标样	2
6 X 射线衍射谱采集	3
7 测试样品的制备	4
8 绘制标准曲线	4
9 化学分析	6
10 钙磷原子比(Ca : P)	6
11 杂质相的定性和定量分析	7
12 结晶度的标定	7
13 陶瓷降解	8
14 试验报告	8
附录 A (资料性附录) 磷酸钙的污染	9
附录 B (规范性附录) 绘制标准曲线图的相的纯度分析	10
附录 C (资料性附录) 绘制标准曲线时各种混合样 X 射线衍射谱实例	11
附录 D (规范性附录) 用于计算结晶度的特征峰位	13
附录 E (资料性附录) 样品制备参考方法	14
参考文献	16

附录 E
(资料性附录)
样品制备参考方法

E.1 β -TCP 制备方法

纯的 β -TCP 可以通过购买获得的 β -TCP 粉末,要达到或经过 1 000 °C 煅烧 15 h 后达到下面两个要求:

- a) 确认不含羟基磷灰石。测试:在 X 射线衍射谱的 2θ 分辨率大于 0.02° ,且 β -磷酸三钙的 0.2.10 峰信噪比大于或等于 30 的条件下, $d=2.81 \times 10^{-10}$ m 处无羟基磷灰石 211 特征峰出现,则表明样品不含羟基磷灰石。
- b) 确认不含焦磷酸钙。测试:红外光谱分析,制备含 2 mg TCP 的 300 mg KBr 压片,记录样品的红外光谱,如 757 cm^{-1} 和 434 cm^{-1} 处无吸收峰则表明样品不含 α -焦磷酸钙;如 $1\ 210\text{ cm}^{-1}$ 、 $1\ 185\text{ cm}^{-1}$ 、 723 cm^{-1} 和 454 cm^{-1} 处无吸收峰则表明样品不含 β -焦磷酸钙。

E.2 磷酸四钙(TTCP)制备方法**E.2.1 试剂**

E.2.1.1 磷酸二钙(含结晶水的 DCPD 或不含结晶水的 DCPA)。

E.2.1.2 碳酸钙。

E.2.1.3 液氮。

E.2.2 器皿

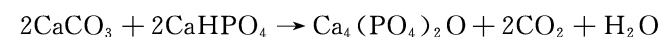
E.2.2.1 宽口铂坩埚。

E.2.2.2 搅拌器。

E.2.2.3 烧结炉。

E.2.3 制备反应

固态反应如下:

**E.2.4 制备过程**

将等摩尔量的碳酸钙和 DCPD 或 DCPA 粉末在搅拌器中充分混合(E.2.2.2),然后在 $1\ 400\text{ }^\circ\text{C}$ 加热 6 h,最好在有氮气保护气环境中。然后将坩埚(E.2.2.1)从烧结炉中取出后立即放入液氮中骤冷(E.2.1.3)。

用 X 射线衍射分析样品是否含杂质相。

E.3 α -磷酸三钙(α -TCP)的制备方法**E.3.1 试剂**

E.3.1.1 β -磷酸三钙(β -TCP),不含 Mg^{2+} 、 Fe^{2+} 以及其他能够增加 β -TCP 稳定性的二价离子。

E.3.1.2 液氮。

E.3.2 器皿

E.3.2.1 宽口铂坩埚。

E.3.2.2 烧结炉。

E.3.3 制备反应

1 125 °C 下发生的相转变反应。

前 言

本部分的全部技术内容为强制性。

GB 23101《外科植入物 羟基磷灰石》分为四个部分:

——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。

本部分为 GB 23101 的第 3 部分。

本部分等同采用 ISO 13779-3:2008《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》(英文版)。

本部分的附录 B、附录 D 为规范性附录,附录 A、附录 C 和附录 E 为资料性附录。

本部分由国家食品药品监督管理局提出。

本部分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。

本部分起草单位:四川大学生物材料工程研究中心。

本部分主要起草人:范红松、赵汇川、张波、张兴栋。