



# 中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0661—2008

## 外科植入物用 聚(L-乳酸)树脂的标准规范

Standard specification for virgin poly(L-lactic acid)  
resin for surgical implants

(ASTM F 1925-05, MOD)

2008-04-25 发布

2009-06-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布



YY 0661-2008

# 中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0661—2008

中华人民共和国医药  
行业标准  
外科植入物用  
聚(L-乳酸)树脂的标准规范  
YY/T 0661—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 0.5 字数 8 千字  
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-19132 定价 10.00 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

## 前 言

本标准对应于 ASTM F 1925-05《外科植入物用聚(L-乳酸)树脂的标准规范》。本标准与 ASTM F 1925-05 的一致性程度为修改采用,技术内容不变,主要差异如下:

- 按照汉语习惯对一些编排格式进行了修改;
- 将一些适用于美国标准的表述改为适用于我国标准的表述;
- 将第 2 章“规范性引用文件”中已转化为国标的国际标准用转化的国标代替;
- 将原文 4.1 中的编辑性错误进行修改;
- 删除第 9 章“关键词”。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:国家食品药品监督管理局天津医疗器械质量监督检验中心。

本标准主要起草人:李沅、马春宝、姜熙、孙惠丽、樊铂。



## 外科植入物用 聚(L-乳酸)树脂的标准规范

### 1 范围

本标准适用于外科植入物用聚(L-乳酸)树脂(或缩写 PLLA 树脂)。但不包括 D,L 型立体异构体或任何比率的 DL 型共聚体。

本标准阐述了聚(L-乳酸)树脂的性能,不适用于由此材料加工的经过包装、灭菌的成品植入物。

任何一种材料,生产部件或器械时的加工技术(例如模塑、挤出、机加工、装配、灭菌等)均可改变其性能。因此,由树脂加工的成品,其性能应使用可保证其安全和有效的试验方法进行评价。

本标准采用国际单位制(SI)。

本标准并非试图对所涉及的所有安全问题进行阐述,即便是那些与其使用有关的安全问题。确立适当的安全操作规程,以及在应用前明确管理限制的适用性,是本标准用户自身的责任。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 16886.9 医疗器械生物学评价 第9部分:潜在降解产物的定性和定量框架(GB/T 16886.9—2001, idt ISO 10993-4:1999)

ASTM D 1505 密度梯度法测定塑料密度

ASTM D 1892 塑料制样的操作

ASTM D 2837 聚合物稀溶液粘度的测定

ASTM D 3538 液相排阻色谱法测定平均分子量和分子量分布(凝胶渗透色谱法—GPC)

ASTM D 3593 通用通用的校准方法利用液相体积排阻色谱法测定聚合物的平均分子量和分子量分布(凝胶渗透色谱法—GPC)

ASTM D 3892 塑料包装的操作规程

ASTM F 748 对于材料和器械应选择一般的生物试验方法

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**一般性能 generic property**

仅由聚合物的化学组成和结构决定的性能。

#### 3.2

**聚合物 virgin polymer**

在加工成医疗器械之前由生产商供应的聚(L-乳酸)。

### 4 聚(L-乳酸)的一般性能要求

4.1 聚合物密度在  $1.20 \text{ g/cm}^3$  至  $1.28 \text{ g/cm}^3$  之间,由 L-乳酸均聚而成(见评价方法 6.1)。

4.2 依照 6.2 的方法测定 PLLA 溶液的相对粘度,通过溶液的相对粘度表征聚合物的分子量。除溶液的黏度外(并非代替),平均分子量和分子量分布可通过凝胶渗透色谱法(GPC)按 ASTM D 3536 或 ASTM D 3593 的试验方法测定。

4.3 聚合物可通过红外或<sup>1</sup>H-NMR 核磁共振光谱鉴别。

4.3.1 聚合物红外光谱的主要吸收峰应与标准对照图谱的特征吸收峰相吻合。典型的红外透射光谱见图 1。

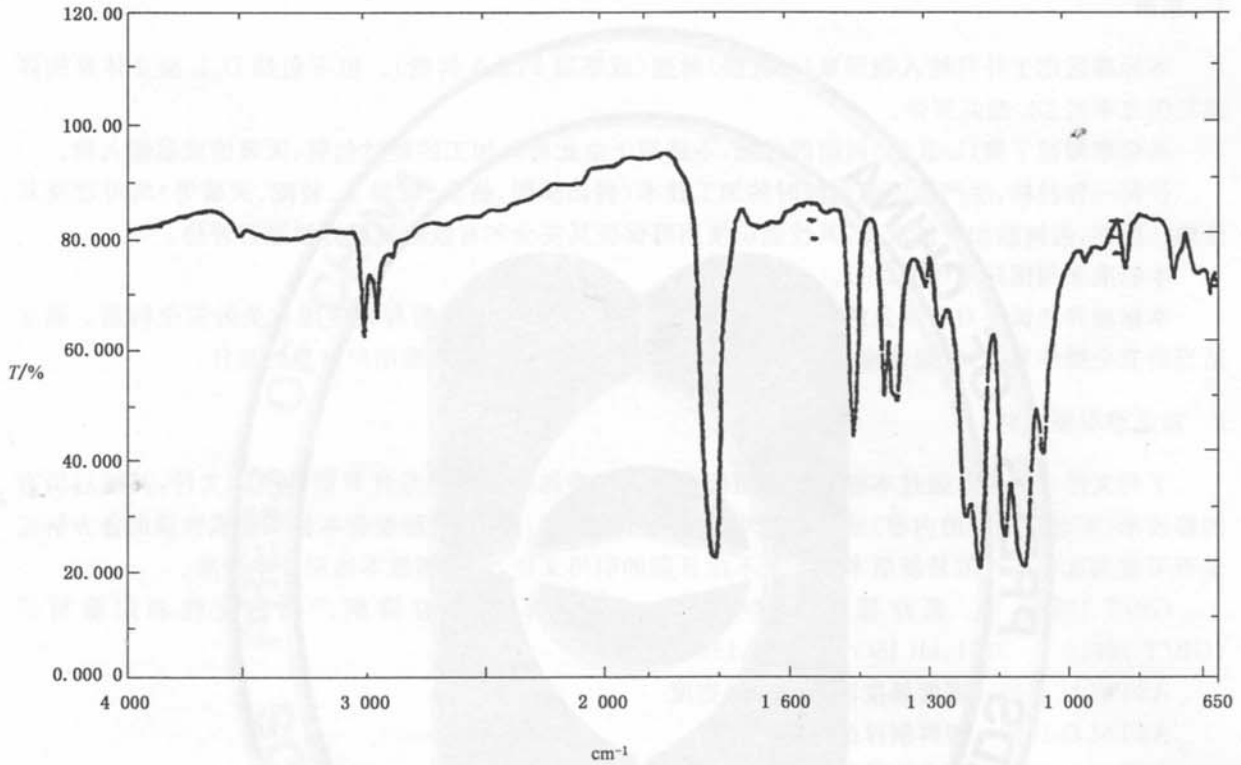


图 1 聚(L-乳酸)树脂红外光谱图

4.3.2 其他吸收峰表征已知或未知杂质,包括残留溶剂和残留催化剂(溶剂残留限度见表 1)。

4.3.3 红外光谱不能区分不同立体异构体的聚乳酸,仅能用来作为鉴定聚丙交酯的一种方法。

4.3.4 聚合物在特定频率下<sup>1</sup>H 核磁共振光谱的主要吸收峰应与标准对照图谱的特征吸收峰相吻合。典型的<sup>1</sup>H 核磁共振光谱见图 2。

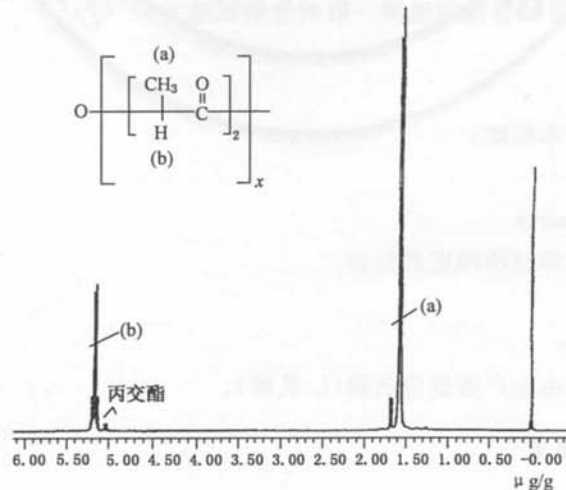


图 2 聚(L-乳酸)树脂的<sup>1</sup>H-NMR 光谱

4.3.5 其他吸收峰表征已知或未知杂质,包括残留溶剂,残留单体和残留催化剂(溶剂残留、单体残留、锡残留限度见表1)和4.5。

4.3.6  $^1\text{H}$ 核磁共振光谱不能区分不同异构体的聚乳酸,仅能用来作为鉴定聚丙交酯的一种方法。

4.4 聚合物的比旋光度在 $-155^\circ\sim-160^\circ$ 之间,依照6.3方法测定。

4.5 依照6.4测定时,聚合物单体残留含量小于或等于2.0%,依照6.3测定的特性黏度大于2 dL/g,且需要注射成型或承重的聚合物,残留单体含量不大于0.1%。

4.6 聚合物的化学和物理性能见表1,测定方法见第6章。

表1 聚(L-乳酸)树脂的物理化学性能要求

项 目	溶剂残留 (总量)/%	水分残留/%	锡残留(Sn)/ $\mu\text{g/g}$	重金属(以铅计)/ $\mu\text{g/g}$	硫酸盐灰分/%
要 求	$\leq 0.01$	$\leq 0.5$	$\leq 200$	$\leq 300$	$\leq 0.1$

## 5 制样

适用此标准的聚合物,每批均需依照此规定进行测定。制样尺寸和过程遵循 ASTM D 1898 操作。

## 6 试验方法

6.1 依据 ASTM D 1505,测定密度。

6.2 依据 ASTM D 2857,在 $30^\circ\text{C}$ 下三氯甲烷溶液中测定溶液的相对黏度。

6.3 依据 GB/T 16886.9 附录 A 的规定,在 $20^\circ\text{C}$ 下二氯甲烷中测定比旋光度。

6.4 通过 $^1\text{H-NMR}$ 或气相色谱法测定单体残留的体积百分含量或由原料供应商和医疗器械制造商达成协议。

6.5 通过气相色谱法测定溶剂残留含量或由原料供应商和医疗器械制造商达成协议。

6.6 通过卡尔-费休滴定法测定水分残留或由原料供应商和医疗器械制造商达成协议。

6.7 通过原子吸收/发射(AA)光谱仪或电感耦合等离子发射光谱仪(ICP)测定锡残留总量。

6.8 依据美国药典<sup>1)</sup>231的试验方法测定重金属残留量,以铅计。

6.9 在 $700^\circ\text{C}$ 下灼烧,测定硫酸盐灰分含量或由原料供应商和医疗器械制造商达成协议。

## 7 包装和标签

包装材料应符合 ASTM D 3892 的规定。

## 8 生物相容性<sup>2)</sup>

8.1 植入人体的材料,其生物相容性取决于具体的应用。建议使用 ASTM F 748 中的方法,进行适合具体部位的生物学试验。

8.2 目前无已知的植入物材料表现出对人体完全无副作用。但长期的临床应用经验表明:参照本标准规定的成分和组成的材料,如果应用适当,可预期其在体内的生物学反应在一个可接受的水平。

1) U.S 药典中 231 方法,“重金属”XXII 版本。

2) Bergsma, J. E., de Bruijn, W. C., Rozema, F. R., Bos, R. R. M, 和 Boering, G.,《PLLA 骨板和骨钉的后期降解组织反应》;Biomaterials, 1995, 16:25-31 页。

附录 A  
(资料性附录)  
原 理

A.1 本材料标准专为 PLLA 树脂编写,不适用由 PLLA 制成的产品(如:测试样品或器械)。由 PLLA 树脂制成的产品其性能如:机械性能,依赖于制造过程中的加工条件,不在本标准的规定范围之内。因此,本标准的性能只适用于 PLLA 树脂,不适用于其制品。第 2 章列出了若干可应用的美国标准的相关文献,可以测定由 PLLA 树脂制成的器械和测试样品的性能。

A.2 PLLA 树脂可由几种不同分子量范围及分子量分布的聚乳酸合成。每一个体系均具有由分子量决定的特性。因此本标准不对具体的物理、机械和热性能(如:玻璃化转变温度、熔融温度和拉伸性能)进行规定。

A.3 多数 PLLA 树脂供应商会提供生物负荷或热原或二者的分析报告。生物负荷是测量每克树脂材料含活细胞菌落数(需氧菌、厌氧菌和孢子细胞数)。通过鲎试剂法测量细菌内毒素的存在来确定热原含量(见第 2 章)。树脂暴露于非灭菌环境中可严重影响这些性能,所以这些性能在材料标准中不做要求。

A.4 可吸收植人物材料中无其他微粒是理想状态。但在实际加工条件下,外来微粒必将有一定程度的存在。不幸的是,到目前为止,仍没有关于树脂材料外来微粒水平或其对树脂性质影响的文献出版。将来当此参数的信息得以发展时,此类说明才可确定。而发展这个参数的方法是通过多种商业渠道选择 PLLA 树脂样本来反复使用本标准。



YY/T 0661-2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·2-19132

定价: 10.00 元