

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX

用于增材制造的医用 β -磷酸三钙粉末

Medical-grade beta-tricalcium phosphate powder for additive manufacturing

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

目次

前言 I

引言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 性能要求 1

5 试验方法 3

6 标识、包装、运输和贮存 4

附录A（规范性） β -磷酸三钙 X 射线衍射谱 5

参考文献 6

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。

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XX提出。

本文件由XX归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

引 言

医用 β -磷酸三钙粉末适用于多种增材制造工艺，如立体光固化、黏结剂喷射、粉末床熔融及挤出式工艺。由于不同增材制造工艺对医用 β -磷酸三钙粉末粒度及分布、粉末形貌、比表面积、松装密度、振实密度、流动性的要求不同，因此需要结合具体工艺类型和产品质量的要求进行控制。

用于增材制造的医用 β -磷酸三钙粉末

1 范围

本文件规定了用于增材制造的医用 β -磷酸三钙粉末的性能要求、试验方法、标识、包装、运输和贮存。

本文件适用于光固化、挤出式和铺粉增材制造工艺的医用 β -磷酸三钙粉末。

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 19077 粒度分布 激光衍射法

GB/T 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积

GB 23101.3 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/T 35021 增材制造 工艺分类及原材料

GB/T 35351 增材制造 术语

GB/T 39696 精细陶瓷粉末流动性测定 标准漏斗法

YY/T 0683—2008 外科植入物用 β -磷酸三钙

ISO 23145-1 精细陶瓷(先进陶瓷、高技术陶瓷)陶瓷粉末的体密度测定 第1部分：振实密度 [Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —Determination of bulk density of ceramic powders—Part 1: Tap density]

ISO 23145-2 精细陶瓷(先进陶瓷、高技术陶瓷)陶瓷粉末的体密度测定 第2部分：未夯实的密度 [Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) —Determination of bulk density of ceramic powders—Part 2: Untapped density]

中华人民共和国药典(2020年版，四部)

3 术语和定义

GB/T 35021及GB/T 35351界定的术语和定义适用于本文件。

4 性能要求

4.1 外观

应为白色粉末，无肉眼可见的杂色物。

4.2 X 射线衍射

应与附录A 中 β -磷酸三钙 X 射线衍射谱中的特征峰[衍射角(2θ)分别约为 27.8° 、 31.0° 、 34.4°]一致。

4.3 β -磷酸三钙含量

应不小于95%。

4.4 钙磷原子比(Ca:P)

应为 1.50 ± 0.03 。

4.5 红外吸收光谱

在 $552\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 、 $609\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 、 $944\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 、 $1043\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处应有磷酸根(PO_4^{3-})吸收峰、在 $757\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 、 $434\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 、 $1210\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 、 $1185\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 、 $723\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 和 $454\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处应无焦磷酸钙($\text{Ca}_2\text{P}_2\text{O}_7$)吸收峰,在 $1450\text{ cm}^{-1} \pm 5\text{ cm}^{-1}$ 处无碳酸根(CO_3^{2-})吸收峰,在 $1650\text{ cm}^{-1} \sim 1900\text{ cm}^{-1}$ 处无羰基($\text{C}=\text{O}$)吸收峰,在 $3000\text{ cm}^{-1} \sim 3750\text{ cm}^{-1}$ 处无氨基($-\text{NH}_2$)吸收峰,无其他杂质吸收峰出现。

4.6 粒度及分布

D10、D50、D90的粉末尺寸应满足增材制造具体加工工艺和产品质量控制的要求。

4.7 粉末形貌

应满足增材制造具体加工工艺和产品质量控制的要求。

4.8 pH

应为 $6.5 \sim 7.5$ 。

4.9 微量元素含量及重金属总量(以mg/kg表示)

应满足砷(As) ≤ 3 , 镉(Cd) ≤ 5 , 汞(Hg) ≤ 5 , 铅(Pb) ≤ 30 , 重金属总量(以铅计) ≤ 30 。

4.10 含水量

应不超过1%。

4.11 比表面积

应满足增材制造具体加工工艺和产品质量控制的要求。

4.12 松装密度

应满足增材制造具体加工工艺和产品质量控制的要求。

4.13 振实密度

应满足增材制造具体加工工艺和产品质量控制的要求。

4.14 流动性

应满足增材制造具体加工工艺和产品质量控制的要求。

5 试验方法

5.1 外观

目测法，将样品置于白色器皿中，在光线明亮处观察，应符合4.1的规定。

5.2 X 射线衍射

按照GB 23101.3要求的 X 射线衍射法进行，应符合4.2的规定。

5.3 β -磷酸三钙含量

按照GB 23101.3要求的 X 射线衍射法或YY/T 0683—2008附录 C 的方法进行，应符合4.3的规定。

5.4 钙磷原子比(Ca:P)

按照GB 23101.3要求的 X 射线衍射法进行，应符合4.4的规定。

5.5 红外吸收光谱

按照《中华人民共和国药典(2020年版，四部)》通则0402红外分光光度法进行，应符合4.5的规定。

5.6 粒度及分布

按照GB/T 19077的规定进行，测定出 D10、D50、D90的粉末尺寸，计算出平均值和均差，应符合4.6的规定。

5.7 粉末形貌

采用扫描电镜观察或供需双方依需要采用经验证的方法，应符合4.7的规定。

5.8 pH

将样品放置于 $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ 和 $\text{pH}=7.3 \pm 0.1$ 的三羟甲基氨基甲烷(TRIS)缓冲液中，保持样品与缓冲液的质量体积比为4.0 mg/mL，充分搅拌后，按照《中华人民共和国药典(2020年版，四部)》通则0631 pH 值测定法进行测定，应符合4.8的规定。

5.9 微量元素含量及重金属总量(以mg/kg 表示)

微量元素含量的检测可采用电感耦合等离子体/原子发射光谱法(ICP-OES)、电感耦合等离子体/质谱法(ICP-MS)、原子吸收光谱法(AAS)或GB 23101.3规定的方法，应符合4.9的规定。

重金属总量按照《中华人民共和国药典(2020年版，四部)》通则0821重金属检查法第二法进行，应符合4.9的规定。

5.10 含水量

按照《中华人民共和国药典(2020年版，四部)》通则0832水分测定法第二法(烘干法)进行，应符合4.10的规定。

5.11 比表面积

按照GB/T 19587的规定进行，应符合4.11的规定。

5.12 松装密度

按照ISO 23145-2的规定进行，应符合4.12的规定。

5.13 振实密度

按照ISO 23145-1的规定进行，应符合4.13的规定。

5.14 流动性

按照GB/T 39696的规定进行，应符合4.14的规定。

6 标识、包装、运输和贮存

6.1 标识

产品的外包装标识上应至少包含以下内容：

- a) 供方名称；
- b) 产品名称；
- c) 产品型号规格；
- d) 产品批号；
- e) 产品净重；
- f) 生产日期；
- g) 产品有效期；
- h) 本文件编号；
- i) 必要的危险化学品识别信息。

6.2 包装

产品应包装在密封的容器中。容器应无毒、无污染，不影响产品的性能，便于运输贮存。

6.3 运输和贮存

产品运输时应合理装卸，小心轻放。产品应贮存于清洁、干燥、无有害物质的室内。

附 录 A
(规范性)
 β -磷酸三钙 X 射线衍射谱

β -磷酸三钙 X 射线衍射谱见图A. 1。

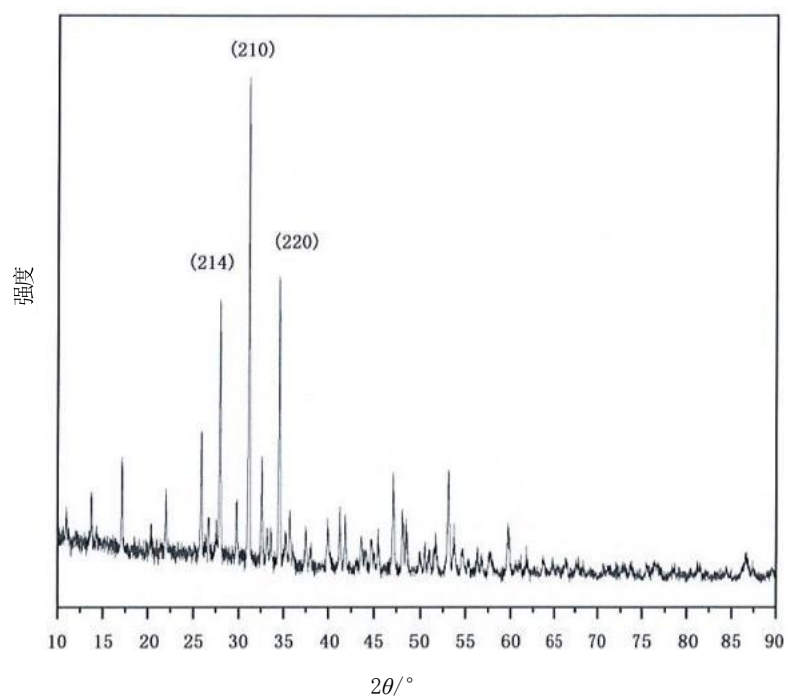


图 A. 1 β -磷酸三钙X射线衍射谱JCPDS 09-0169

参 考 文 献

- [1] YY/T 1558.3—2017 外科植入物 磷酸钙 第3部分：羟基磷灰石和 β -磷酸三钙骨替代物
-