



中华人民共和国国家标准

GB/T 21511.2—2008

纳米磷灰石/聚酰胺复合材料 第2部分：技术要求

Nano-apatite/polyamide composite—
Part 2: Technology requirements



2008-03-13 发布

2008-08-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纳米磷灰石/聚酰胺复合材料

第 2 部分:技术要求

GB/T 21511.2—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 0.75 字数 12 千字
2008 年 5 月第一版 2008 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-31375 定价 14.00 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/T 21511.2-2008

前 言

GB/T 21511《纳米磷灰石/聚酰胺复合材料》分为如下 2 部分：

- 第 1 部分：命名；
- 第 2 部分：技术要求。

本部分为 GB/T 21511《纳米磷灰石/聚酰胺复合材料》的第 2 部分。

本部分由全国纳米技术标准化技术委员会纳米材料分技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：四川大学（分析测试中心、纳米生物材料研究中心）。

本部分主要起草人：李玉宝、左奕、杨爱萍、严永刚、李鸿。

纳米磷灰石/聚酰胺复合材料

第2部分:技术要求

1 范围

本部分规定了纳米磷灰石/聚酰胺复合材料的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。

本部分适用于纳米磷灰石与聚酰胺复合而成的纳米磷灰石/聚酰胺复合材料(以下简称“纳米复合材料”)。该纳米复合材料可作为生物医用材料、化工材料和功能材料等原料使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 191 包装储运图示标志

GB/T 1040.2 塑料 拉伸性能的测定 第2部分:模塑和挤塑塑料的试验条件

GB/T 1041 塑料压缩性能试验方法

GB/T 9341—2000 塑料弯曲性能试验方法

GB/T 1871.1 磷矿石和磷精矿中五氧化二磷含量的测定 磷钼酸喹啉重量法和容量法

GB/T 1871.4 磷矿石和磷精矿中氧化钙含量的测定 容量法

GB/T 2547 塑料树脂取样方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 9174 一般货物运输包装通用技术条件

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则

GB/T 13464 物质热稳定性的热分析试验方法

GB/T 5009.125 尼龙6树脂及成型品中己内酰胺的测定

GB/T 15337 原子吸收光谱分析法通则

GB/T 16175—1996 医用有机硅材料生物学评价试验方法

GB/T 16886.1—2001 医疗器械生物学评价 第1部分:评价与试验

GB/T 16886.3—1997 医疗器械生物学评价 第3部分:遗传毒性、致癌性和生殖毒性试验

GB/T 17037.1 热塑性塑料材料注塑试样的制备 第1部分:一般原理及多用途试样和长条试样的制备

GB/T 21511.1—2008 纳米磷灰石/聚酰胺复合材料 第1部分:命名

YY/T 0127.4—1998 口腔材料生物学评价 第2单元:口腔材料生物试验方法 骨埋植试验

YY/T 0127.8—2001 口腔材料生物学评价 第2单元:口腔材料生物试验方法 皮下植入试验

YY/T 0313 医用高分子制品包装、标志、运输和贮存

中华人民共和国药典(2000版) 重金属检查法,砷盐检查法

3 技术要求

3.1 化学组成

3.1.1 相成分

纳米复合材料由纳米磷灰石和聚酰胺组成。

3.1.2 纳米复合材料中纳米磷灰石的钙磷原子摩尔比(Calcium phosphorus molar ratio, Ca/P)

纳米复合材料中纳米磷灰石的钙磷原子摩尔比 Ca/P 应符合 GB/T 21511.1—2008 表 2 的规定。

3.1.3 纳米磷灰石在复合材料中的质量分数

纳米磷灰石在复合材料中的质量分数应符合 GB/T 21511.1—2008 表 3 的规定。

3.1.4 己内酰胺(仅指以聚酰胺 6 树脂为原料制成的产品)

己内酰胺最高含量应不大于 15 mg/L。

3.1.5 有害微量杂质元素和重金属总量极限

有害微量杂质元素和重金属总量极限应符合表 1 的规定。

表 1 有害微量杂质元素和重金属总量极限

名 称	砷	镉	汞	铅	重金属总量(以铅计)
极限含量/(mg/kg)	≤3	≤5	≤5	≤30	≤50

3.2 物理性能

3.2.1 外观

纳米复合材料的外观应无机械杂质。

3.2.2 磷灰石粒径

纳米复合材料中磷灰石颗粒尺寸至少有一维在 100 nm 之内。

3.2.3 浸出液 pH 值

纳米复合材料按 1% 的质量比在 37℃ 的去离子水中浸泡 24 h, 浸出液的 pH 值介于 6.5~7.5 之间。

3.2.4 热稳定性

纳米复合材料的热稳定性取 3 次焐变温度测定结果的平均值作为试验结果, 3 次测定结果之间的差值应在 ±5℃ 范围内。

3.3 力学性能

力学性能应符合表 2 规定。

表 2 力学性能要求

力学性能	断裂伸长率 ϵ_t /%	弯曲强度 σ_t /MPa	压缩强度 σ_c /MPa	弹性模量 E_t /GPa
范围	≥1	≥30	≥60	1~30

3.4 生物学性能

3.4.1 热原试验

热原试验应符合 GB/T 16175—1996 中 12.5.1 的规定。

3.4.2 急性全身毒性试验

急性全身毒性试验按照 GB/T 16175—1996 中表 13 分级, 程度级别应是无。

3.4.3 溶血试验

溶血试验应符合 GB/T 16175—1996 中 11.4.1 的规定, 溶血率不大于 5%。

3.4.4 细胞毒性试验

细胞毒性试验按照 GB/T 16175—1996 中表 5 分级, 细胞毒性应不大于 1 级。

3.4.5 皮肤刺激试验

皮肤刺激试验按照 GB/T 16175—1996 中表 10 分级, 反应分级为无。

3.4.6 致敏试验

致敏试验按照表 3 分级, 致敏反应率分度不大于 I 级。

表 3 致敏反应率分级标准

致敏率 ^a /%	分 度	分 级
0~8	I	与阴性对照无差别
9~28	II	轻微反应
29~64	III	中度反应
65~80	IV	强烈反应
81~100	V	极强反应

^a 致敏率等于过敏动物所占实验动物的百分比。

3.4.7 遗传毒性试验

遗传毒性试验应符合 GB/T 16886.3—1997 中 4.1 的规定,结果应为阴性。

3.4.8 植入试验

骨填充试验应符合 YY/T 0127.4—1998 中 10.3.1 无反应或轻微组织反应的规定。皮下植入试验应符合 YY/T 0127.8—2001 中 9.4.1 无反应或轻度组织反应的规定。

3.4.9 致癌试验

遗传毒性试验中得出阳性结果或可疑者应做致癌试验。致癌试验应符合 GB/T 16886.3—1997 中 5.3 的规定,结果应为阴性。

4 试验方法

4.1 化学组成

化学组成的取样方法按 GB/T 6678 规定进行。

4.1.1 相成分

纳米复合材料粉末或薄片用 X-射线衍射仪测定其衍射谱,扫描速度 $0.2^{\circ}/s$,扫描范围 $2\theta:10^{\circ}\sim 70^{\circ}$,所得的纳米复合材料的 X-射线衍射图谱分别与纳米磷灰石和聚酰胺的 X-射线衍射图谱相比较,并通过红外光谱验证特征基团的存在。

4.1.2 纳米复合材料中纳米磷灰石的钙磷原子摩尔比(Ca/P)

按 GB/T 1871.1 测定磷含量,GB/T 1871.4 测定钙含量,并据此计算纳米磷灰石的钙磷原子摩尔比 Ca/P。

4.1.3 纳米复合材料中纳米磷灰石的质量分数

纳米复合材料的粉末或块状产品在空气中燃烧,实验燃烧温度为 600°C 以上,保温 2 h,剩余的残余物为磷灰石,称重后除以复合材料的总质量,表示方法:(残余物质量/纳米复合材料的总质量) $\times 100\%$ 。

4.1.4 己内酰胺分析

己内酰胺检验方法按 GB/T 5009.125 的规定进行。

4.1.5 有害元素分析

4.1.5.1 砷的测定

砷的测定按 YY/T 0313 砷盐检查法进行。

4.1.5.2 镉的测定

镉的测定按 GB/T 15337 的规定进行。

4.1.5.3 汞的测定

汞的测定按 GB/T 15337 的规定进行。

4.1.5.4 铅的测定

铅的测定按 GB/T 15337 的规定进行。

4.1.5.5 重金属总量(以铅计)

重金属总量(以铅计)按 YY/T 0313 重金属总量检查法进行。

4.2 物理性能

4.2.1 外观

目测将试样放入培养皿中,在自然光下用目视观察(照度范围为 $200\text{ lx}\pm 100\text{ lx}$)。

4.2.2 磷灰石粒径

用透射电镜或 X-射线衍射仪或粒度分析仪检测尺寸,应符合 3.2.2 的规定。

4.2.3 浸出液 pH 值

浸出液 pH 值按 GB/T 9724 规定进行。

4.2.4 热稳定性

热稳定性按 GB/T 13464 规定进行。

4.3 力学性能

4.3.1 断裂伸长率

断裂伸长率试样按 GB/T 17037.1 制备,试验按 GB/T 1040.2 规定进行。

4.3.2 弯曲强度

弯曲强度试样按 GB/T 17037.1 制备,试验按 GB/T 9341—2000 规定进行。

4.3.3 压缩强度

压缩强度试样按 GB/T 17037.1 制备,试验按 GB/T 1041 规定进行。

4.3.4 弹性模量

弹性模量试样按 GB/T 17037.1 制备,试验按 GB/T 1040.2 规定进行。

4.4 生物学性能

4.4.1 热原试验

热原试验按 GB/T 16175—1996 规定进行。

4.4.2 急性全身毒性试验

急性全身毒性试验按 GB/T 16175—1996 规定进行。

4.4.3 溶血试验

溶血试验按 GB/T 16175—1996 规定进行。

4.4.4 细胞毒性试验

细胞毒性试验按 GB/T 16175—1996 规定进行。

4.4.5 皮肤刺激试验

皮肤刺激试验按 GB/T 16175—1996 规定进行。

4.4.6 致敏试验

致敏试验按 GB/T 14233.2—2005 规定进行。

4.4.7 遗传毒性试验

遗传毒性试验按 GB/T 16886.3—1997 规定进行。

4.4.8 植入试验

骨填植试验按 YY/T 0127.4—1998 规定进行。皮下植入试验按 YY/T 0127.8—2001 规定进行。

4.4.9 致癌试验

致癌试验按 GB/T 16886.3—1997 规定进行。

5 检验分类

本部分规定的检验分为出厂检验、抽查检验和型式检验。

5.1 出厂检验

每批产品出厂检验项目：

- a) 化学组成：钙磷原子摩尔比、磷灰石含量、重金属总量；
- b) 物理性能：外观、浸出液 pH 值。

5.2 抽查检验

5.2.1 产品每三个月抽检 1 次：以聚酰胺 6 为原料的应进行己内酰胺检测。

5.2.2 产品每年抽检一次的项目：

- a) 化学组成：相成分、微量杂质元素；
- b) 物理性能：磷灰石粒径、热稳定性；
- c) 力学性能。

5.3 型式检验

5.3.1 有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品或老产品转厂生产时的试制定性鉴定；
- b) 正式生产后，如配方、原料、工艺有较大改变，可能影响产品性能时；
- c) 正常生产时，二年进行 1 次检验；
- d) 产品长期停产超过一年，恢复生产时；
- e) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

5.3.2 产品型式检验项目按第 3 章中所规定的项目进行检验，其中 3.4.8 和 3.4.9 仅在 a)，b)，d)，e) 情况下进行型式检验。

6 检验规则

6.1 作为生物医用材料的原料使用时，按 GB/T 16886.1—2001 要求，应满足本部分各项要求。作为化工材料和功能材料的原料使用时，可不进行 3.1.5 和 3.4 的测定。

6.2 检验时以批为单位，同类原料、同一配方、同一工艺生产的同一产品作为一批，每批数量不超过 1 t。

6.3 取样按 GB/T 6678 规定，允许在生产线或包装线上抽取均匀的、有代表性的样品，取样量按 GB/T 2547 规定进行。

6.4 每批产品必须由生产厂的质量检验部门按出厂检验项目检测，保证出厂的所有产品符合本部分要求。每批产品应出具质量检验报告单。

6.5 检查结果，若有某项指标不符合本部分要求时，应重新从两倍的包装单元中取样，对该项指标进行复检，如仍不合格则该产品不能使用。3.2 的生物学性能不允许复验，化学及生物学性能不合格不能作为医用。

6.6 使用单位按本部分规定的技术要求进行抽样检查，如有异议需在产品出厂一年内向生产厂提出。

6.7 当供需双方对纳米复合材料质量发生异议时，由双方协商解决或请法定质量检验部门进行仲裁。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

纳米复合材料包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括生产厂名、厂址和电话、产品名称、商标、型号、批号、生产日期、有效期、净重和本部分编号，以及 GB/T 191 中规定的“防尘”、“防潮”、“防晒”、“防辐射”等标志。

7.2 包装

7.2.1 作为化工材料或功能材料的原料使用时，按 GB/T 9174 执行。作为生物医用材料的原料使用时，按 YY/T 0313 执行。

7.2.2 纳米复合材料应密封于内包装袋内,外包装用纸塑复合袋,内包装袋用聚乙烯内衬袋双层包装。包装袋的封口应保证在运输、贮存时纳米复合材料不被污染,包装应能防尘、防潮。按计量值装料,每袋净重 5 kg 或 10 kg。也可按供需双方协商的包装形式及计量包装。每批纳米复合材料应附有检验报告单,每一包装件应附有合格证。

7.3 运输

纳米复合材料在运输时应注意干燥,避免日晒雨淋,远离污染源,保持清洁。搬运时小心轻放,避免包装袋破裂、损伤。本纳米复合材料属非危险品。

7.4 贮存

纳米复合材料应存放在清洁、干燥、通风的库房内,不得接触热源和有机溶剂,不应受到日光直射。并按型堆放。

纳米复合材料自出厂之日起,贮存期为 4 年。超过贮存期应按本部分规定进行检验,若检验结果符合本部分要求,仍可使用。