

TCVN 13391-4:2021

ISO 5834-4:2019

Xuất bản lần 1

**VẬT CÂY GHÉP PHẪU THUẬT –
NHỰA POLYETYLEN SIÊU CAO PHÂN TỬ –
PHẦN 4: PHƯƠNG PHÁP ĐO CHỈ SỐ OXY HÓA**

*Implants for surgery- Ultra-high-molecular- weight polyethylene –
Part 4 : Oxidation index measurement method*

Mục lục

Trang

Lời nói đầu4

Lời giới thiệu.....5

1 Phạm vi áp dụng7

2 Tài liệu viện dẫn.....7

3 Thuật ngữ và định nghĩa7

5 Vật liệu và thiết bị dụng cụ9

6 Ý nghĩa và sử dụng10

7 Quy trình thử.....10

8 Tính toán11

9 Báo cáo.....13

Thư mục tài liệu tham khảo15

Lời nói đầu

TCVN 13391-4:2021 hoàn toàn tương đương với ISO 5834-4:2019.

TCVN 13391-4:2021 do Viện Trang thiết bị và Công trình y tế biên soạn, Bộ Y tế đề nghị, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng thẩm định, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 13391 (ISO 5834) *Vật cấy ghép phẫu thuật - Nhựa polyetylen siêu cao phân tử*, gồm các tiêu chuẩn sau:

- TCVN 13391-1:2021 (ISO 5834-1:2019) Phần 1: Dạng bột
- TCVN 13391-2:2021 (ISO 5834-2:2019) Phần 2: Dạng đúc
- TCVN 13391-3:2021 (ISO 5834-3:2019) Phần 3: Phương pháp già hoá tăng tốc
- TCVN 13391-4:2021 (ISO 5834-5:2019) Phần 4: Phương pháp đo chỉ số oxy hoá
- TCVN 13391-5:2021 (ISO 5834-5:2019) Phần 5: Phương pháp đánh giá hình thái

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này mô tả phương pháp đo mức độ tương đối của quá trình oxy hóa có trong nhựa polyetylen siêu cao phân tử (UHMWPE) được sử dụng trong cấy ghép phẫu thuật. Vật liệu được phân tích bằng phương pháp quang phổ hồng ngoại. Cường độ sự hấp thụ cacbonyl ($> C = O$) tập trung gần 1720 cm^{-1} có liên quan đến sự tồn tại của oxy hóa dính kết hóa học trong vật liệu. Các dạng khác oxy của oxy hóa dính kết hóa học (R_1OR_2 , R_1OOR_2 , ROH , vv) không được phát hiện bằng phương pháp này.

Mặc dù phương pháp này có thể cung cấp cho các nhà nghiên cứu phương tiện để so sánh mức độ tương đối của quá trình oxy hóa cacbonyl có trong những mẫu UHMWPE khác nhau, nó được công nhận rằng các dạng khác của oxy hóa dính kết hoá học có thể đóng góp quan trọng tới đặc tính của các vật liệu này.

Việc ứng dụng các phương pháp hồng ngoại đã được chứng minh bởi nhiều tài liệu báo cáo. Phương pháp đặc biệt này sử dụng cường độ (khu vực) của sự hấp thụ C-H tập trung gần 1370 cm^{-1} để tiêu chuẩn hóa cho độ dày của mẫu được xác nhận bởi một nghiên cứu liên phòng (ILS).

Vật cấy ghép phẫu thuật – Nhựa polyetylen siêu cao phân tử – Phần 4: Phương pháp đo chỉ số oxy hóa

Implants for surgery - Ultra-high-molecular-weight polyethylene-

Part 4: Oxidation index measurement method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp đo mức độ tương đối của quá trình oxy hóa có trong nhựa polyetylen siêu cao phân tử (UHMWPE).

Tiêu chuẩn này được áp dụng đối với nhựa polyetylen siêu cao phân tử (UHMWPE) sử dụng trong cấy ghép phẫu thuật.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 13391-2 (ISO 5834-2), *Vật cấy ghép phẫu thuật – Nhựa polyetylen siêu cao phân tử – Phần 2: Dạng đúc.*

ISO 11542-1, *Plastics – Ultra-high-molecular-weight polyethylene (PE-UHMW) moulding and extrusion materials– Part 1: Designation system and basis for specifications (Chất dẻo- Nhựa polyetylen siêu cao phân tử (PE-UHMW) vật liệu đúc và vật liệu đùn - Phần 1: Hệ thống ký hiệu và cơ sở cho các thông số kỹ thuật).*

ISO 11542-2, *Plastics – Ultra-high-molecular- weight polyethylene (PE- UHMW) moulding and extrusion materials– Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties (Nhựa polyetylen siêu cao phân tử (PE-UHMW) vật liệu đúc và vật liệu đùn - Phần 2: Chuẩn bị mẫu thử nghiệm và xác định các đặc tính).*

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này sử dụng các thuật ngữ và định nghĩa trong ISO 11542-1 và ISO 11542-2 và các định nghĩa sau đây:

3.1

kích thước khẩu độ (aperture size)

L_a

chiều dài và chiều rộng của một khẩu độ hình chữ nhật, hoặc đường kính của khẩu độ tròn được sử dụng bởi phổ kế hồng ngoại để thực hiện phép đo quang phổ

3.2

chỉ số oxy hóa chung (bulk oxidation index)

$I_{ox,b}$

<mẫu> trung bình của các chỉ số oxy hóa thu được trên phạm vi khoảng 0,5 mm gần trung tâm của biên dạng chỉ số oxy hóa của mẫu.

CHÚ THÍCH: Thông thường đây là một vùng bình ổn với các chỉ số oxy hóa nhỏ nhất. Đối với các mẫu có độ dày nhỏ hơn khoảng 8 mm đến 10 mm, vùng trung tâm này có thể hiển thị các chỉ số oxy hóa cao nhất của mẫu, tùy thuộc vào trạng thái của quá trình oxy hóa.

3.3

định vị chiều sâu (depth locator)

d_i

khoảng cách trung bình từ mặt khớp, hoặc bề mặt cần phân tích, từ đó một quang phổ được thu thập và tính toán I_{ox} tương ứng

3.4

kích cỡ tăng thêm (increment size)

L_i

khoảng cách giữa hai vị trí liên tiếp trên một màng phủ thử nghiệm nơi quang phổ hồng ngoại liên tiếp được thu thập

CHÚ THÍCH 1: Khoảng cách này thường là một hằng số đối với một mẫu thử đã cho.

3.5

vùng đỉnh bình thường hóa (normalization peak area)

A_{norm}

tổng diện tích của đỉnh bình thường hóa (s) từ 1330 cm^{-1} đến 1396 cm^{-1}

CHÚ THÍCH: Khu vực này được tính như khu vực từ đường cơ sở đến dấu quang phổ, thể hiện trong Hình 1.

3.6

oxy hóa (oxidation)

sự kết hợp của oxy vào phân tử khác (ví dụ UHMWPE) bằng một liên kết cộng hóa trị hóa học

3.7**chỉ số oxy hóa (oxidation index)** I_{ox}

tỷ lệ diện tích của đỉnh hấp thụ từ 1650 cm^{-1} đến 1850 cm^{-1} (A_{ox}) với diện tích của đỉnh hấp thụ từ 1330 cm^{-1} đến 1396 cm^{-1} (A_{norm})

CHÚ THÍCH: Xem Hình 1.

3.8**biên dạng chỉ số oxy hóa (oxidation index profile)**

mô tả đồ họa của sự biến đổi chỉ số oxy hóa của mẫu với khoảng cách từ bề mặt khớp hoặc các bề mặt cần phân tích

CHÚ THÍCH: Đây là biểu đồ của I_{ox} tương phản với d . Thông thường các biểu đồ sẽ hiển thị biên dạng thông qua toàn bộ độ dày của mẫu.

3.9**vùng đỉnh oxy hóa (oxidation peak area)** A_{ox}

tổng diện tích của đỉnh hấp thụ từ 1650 cm^{-1} đến 1850 cm^{-1}

CHÚ THÍCH: Khu vực này được tính như khu vực từ đường cơ sở đến đầu quang phổ, như thể hiện trong Hình 1.

3.10**chỉ số oxy hóa bề mặt (surface oxidation index)** $I_{ox,s}$

<mẫu> trung bình của các chỉ số oxy hóa từ bề mặt khớp của mẫu, hoặc các bề mặt cần phân tích, đến độ sâu dưới bề mặt 3mm

4 Vật phẩm thử nghiệm

Các vật phẩm thử nghiệm được làm từ vật liệu đúc UHMWPE và được phân loại theo Loại 1, Loại 2 hoặc Loại 3 phù hợp với TCVN 13391-2 (ISO 5834-2).

CHÚ THÍCH: UHMWPE thành phẩm cho ứng dụng này không được bổ sung chất ổn định ánh sáng do đó cần được bảo vệ để chống lại các ảnh hưởng của bức xạ tia cực tím.

5 Vật liệu và thiết bị dụng cụ**5.1 Vật liệu**

Các vật phẩm thử nghiệm để đo chỉ số oxy hóa được làm từ UHMWPE dạng đúc phù hợp với các yêu cầu của TCVN 13391-2 (ISO 5834-2).

5.2 Thiết bị, dụng cụ

5.2.1 Phô kế hồng ngoại, được hiệu chuẩn, có khả năng ghi lại một quang phổ hấp thụ truyền dẫn trên phạm vi khoảng 1200 cm^{-1} đến khoảng 2000 cm^{-1} , sử dụng $150\text{ }\mu\text{m}$ đến $250\text{ }\mu\text{m}$ màng phủ dày

ở độ phân giải 4 cm^{-1} và khẩu độ khoảng $0,2\text{ mm} \times 0,2\text{ mm}$. Một lượng tăng $0,2\text{ mm}$ được khuyến dùng.

Các hình thức khác của sự thu thập [ví dụ: phản xạ phản xạ, phản xạ toàn phần bên trong (ATR), vv] và khẩu độ, lượng tăng có thể được sử dụng để tạo ra quang phổ hấp thụ của mẫu miễn là chúng có thể được chứng minh là tạo ra được các kết quả tương đương. Khẩu độ quá lớn có thể dẫn đến việc mất đi độ chính xác của biên dạng.

Khi phổ kế hồng ngoại biến đổi (FTIR) được sử dụng, tối thiểu là 32 lần quét được thu được trên mỗi quang phổ. Các dụng cụ FTIR và bộ phận mẫu nên được tẩy sạch với khí trơ không ẩm và không chứa Carbon-dioxide (ví dụ như khí Nitơ, heli, hoặc argon) để giảm thiểu sự gây nhiễu quang phổ từ các bộ phận này.

5.2.2 Giá giữ mẫu, bao gồm các thiết bị có khả năng định vị chính xác mẫu dưới khẩu độ.

5.2.3 Máy cắt lát vi thể, bao gồm các thiết bị có khả năng tạo ra các lát cắt có độ dày $150\text{ }\mu\text{m}$ đến $250\text{ }\mu\text{m}$ của mẫu vuông góc với bề mặt khớp hoặc bề mặt cần phân tích.

6 Ý nghĩa và sử dụng

Các phương pháp được mô tả trong tiêu chuẩn này có thể được sử dụng để đo lường các chỉ số oxy hóa của các thành phần UHMWPE dưới điều kiện thời gian thực như ngăn ngừa già hóa và sau cấy ghép và các yêu cầu oxy hóa tăng tốc.

7 Quy trình thử

7.1 Chuẩn bị mẫu thử

Sử dụng một thiết bị vi phẫu hoặc thiết bị thích hợp khác, chuẩn bị một lát mỏng mẫu dày $150\text{ }\mu\text{m}$ đến $250\text{ }\mu\text{m}$. Lát mẫu này thường phải được lấy gần trung tâm bề mặt khớp hoặc bề mặt cần phân tích. Hướng của lát mẫu thường phải vuông góc với bề mặt khớp hoặc bề mặt cần phân tích.

Nếu các mẫu được lấy từ các thiết bị thu được hoặc mẫu thử trong ống nghiệm đã tiếp xúc với lipid, các thiết bị được lấy phải được ngâm trong thuốc thử (heptan hoặc hexan) để tách lipid từ polyme gây cản trở sự hấp thụ đỉnh carbonyl.

7.2 Cấu hình của mẫu thử trong quang phổ kế

Màng thử nghiệm (lát mỏng) phải được định hình đầu tiên trong quang phổ kế (sau khi quang phổ nền thích hợp được thu thập) để khẩu độ được định vị phía trên $200\text{ }\mu\text{m}$ đầu tiên của màng phủ bắt đầu ở bề mặt khớp. Quang phổ tiếp theo sẽ được thu thập theo trình tự vào khoảng $200\text{ }\mu\text{m}$ tăng dần từ bề mặt khớp ngang qua chiều rộng của màng đến bề mặt đối diện. Kích cỡ tăng thêm lớn hơn có thể được sử dụng, tuy nhiên kích cỡ tăng thêm quá lớn có thể dẫn đến sự mất đi độ chính xác của biên dạng.

7.3 Chuẩn bị quang phổ kế hồng ngoại

Chuẩn bị quang phổ kế hồng ngoại cho việc thu thập quang phổ hấp thụ truyền dẫn từ một màng mỏng của mẫu UHMWPE theo giới thiệu của nhà sản xuất và các điều kiện được mô tả trong Điều 5.2.1. Thu thập các dãy quang phổ theo Điều 7.2.

8 Tính toán

8.1 Yêu cầu chung

Các kết quả thu được từ các phép tính sau đây có thể hữu ích cho việc mô tả các đặc tính oxy hóa của một mẫu hoặc so sánh các đặc tính oxy hóa của mẫu này với mẫu khác.

8.2 Vùng đỉnh oxy hóa

Đối với mỗi quang phổ hấp thụ, tính tổng diện tích của sự hấp thụ đỉnh từ 1650 cm^{-1} đến 1850 cm^{-1} (Hình 1, A_{ox}). Đây là khu vực dưới đường cong hấp thụ của mẫu và trên đường ranh giới thẳng giữa cùng một điểm đầu và điểm cuối, cụ thể là: 1650 cm^{-1} và 1850 cm^{-1} .

CHÚ THÍCH: Đối với những mẫu được oxy hóa đáng kể, (các) đỉnh hấp thụ cacbonyl của chúng thường rất mạnh và rộng. Đối với các mẫu như vậy, số sóng bắt đầu và kết thúc cho (các) đỉnh hấp thụ và đường cơ sở của nó có thể rộng từ 1650 cm^{-1} và 1850 cm^{-1} . Đối với những mẫu mà mức độ oxy hóa nhỏ, (các) đỉnh hấp thụ carbonyl của chúng thường yếu và hẹp khi so sánh với các mẫu được oxy hóa mạnh. Ví dụ, số sóng bắt đầu và kết thúc cho (các) đỉnh hấp thụ và đường cơ sở có thể từ 1680 cm^{-1} và 1765 cm^{-1} .

8.3 Vùng đỉnh bình thường hóa

Đối với mỗi quang phổ hấp thụ, tính tổng diện tích của sự hấp thụ đỉnh từ 1330 cm^{-1} đến 1396 cm^{-1} Hình 1, A_{norm} . Đây là khu vực dưới đường cong hấp thụ của mẫu và trên đường ranh giới thẳng giữa cùng điểm đầu và điểm cuối, cụ thể là: 1330 cm^{-1} và 1396 cm^{-1} .

8.4 Chỉ số oxy hóa

Đối với mỗi quang phổ hấp thụ, tính toán I_{ox} bằng cách chia diện tích của đỉnh oxy hóa (8.2) thành diện tích đỉnh bình thường hóa (8.3), như thể hiện trong Hình 1.

8.5 Bộ định vị chiều sâu

Tính khoảng cách trung bình từ bề mặt khớp (d) cho mỗi quang phổ và I_{ox} tương ứng theo công thức sau:

$$d_i = 0,5L_a + nL_i$$

Trong đó:

L_a là kích thước khẩu độ trong vi kế theo hướng bước;

n là số bước (lượng gia) mà khẩu độ được chuyển từ vị trí ban đầu ở bề mặt khớp;

L_i là kích thước bước (lượng tăng) trong vi kế.

CHÚ THÍCH: Độ hấp thụ được ghi lại bởi các công cụ tương ứng với diện tích của mẫu (khẩu độ) được chiếu sáng bởi chùm tia hồng ngoại. Yếu tố 0,5 L_a trong công thức cho phép tính toán vị trí của trung tâm của khẩu độ tương ứng với điểm khởi đầu hoặc cạnh của màng phủ mẫu.

8.6 Chỉ số oxy hóa bề mặt của mẫu

Tính toán $I_{OX,s}$ của mẫu bằng cách tính giá trị trung bình các chỉ số oxy hóa của mẫu (I_{OX}) với giá trị bộ định vị chiều sâu (d_i) từ 0 mm đến 3 mm.

CHÚ THÍCH 1: 3 mm đầu tiên của lớp dưới bề mặt vật liệu đến bề mặt khớp thường trải qua mức độ lớn nhất của oxy hóa thời gian thực và ứng suất lớn nhất trong khi sử dụng thời gian thực. $I_{OX,s}$ là một cách để biểu thị tình trạng oxy hóa của mẫu trong khu vực quan trọng này.

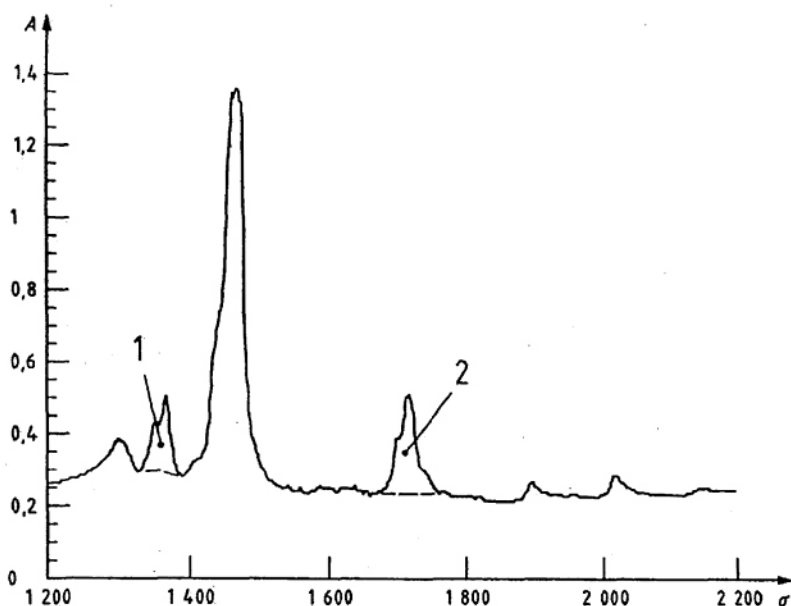
Đối với các mẫu thể hiện mức độ oxy hóa thấp, bước sóng cơ sở của vùng carbonyl phải được thiết lập từ 1680 cm^{-1} và 1765 cm^{-1} .

CHÚ THÍCH 2: Không có sự đồng thuận về định nghĩa mức độ oxy hóa thấp, việc giảm đường cơ sở trong khu vực carbonyl có thể được yêu cầu.

CHÚ THÍCH 3: Một kết quả robin tròn cho UHMWPE mới nguyên có thể được tìm thấy trong ASTM 2102:2013.

8.7 Chỉ số oxy hóa lượng lớn của mẫu

Tính toán $I_{OX,b}$ của mẫu bằng cách tính toán giá trị trung bình của các chỉ số oxy hóa của mẫu (I_{OX}) tương ứng với 0,5 mm trung tâm của vật liệu.

**CHÚ DẪN:**

A Sự hấp thụ

σ Số sóng, cm^{-1}

1 vùng đỉnh bình thường hóa, $A_{\text{norm}}(1370 \text{ cm}^{-1})$

2 vùng đỉnh oxy hóa, A_{ox}

$$I_{\text{ox}} = A_{\text{ox}}/A_{\text{norm}}$$

Hình 1- Phổ kế hồng ngoại biến đổi tiêu biểu FTIR của UHMWPE oxy hóa, cho thấy định nghĩa của một chỉ số oxy hóa theo vùng dựa trên bình thường hóa bằng cách sử dụng đỉnh 1370cm^{-1}

8.8 Biên dạng chỉ số oxy hóa của mẫu

Xây dựng một biểu đồ các chỉ số oxy hóa của mẫu (I_{ox} , trục y) so với định vị độ sâu tương ứng của chúng (d , trục x).

9 Báo cáo**9.1 Quy định chung**

Điều quan trọng là các chi tiết liên quan đến việc chuẩn bị các mẫu thử nghiệm, lịch sử trước đó của vật liệu và các thông số vận hành máy quang phổ được ghi lại. Báo cáo các thông tin tối thiểu sau đây trong Điều 9.2 đến Điều 9.8.

9.2 Thông tin liên quan đến vật liệu

Loại nhựa và số lô nhựa sẽ được báo cáo cùng với phương pháp cố kết của nó, nhà sản xuất và số lô nhà sản xuất. Bất kỳ phương pháp xử lý đặc biệt sau cố kết nào, ví dụ ép nóng (HIP), ủ, khử khuẩn, liên kết ngang, ổn định, già hóa tăng tốc và điều kiện bảo quản cũng được báo cáo lại.

9.3 Thông tin mẫu

Mỗi mẫu được xác định rõ ràng là một cấy ghép chỉnh hình hoặc cấy mô bên ngoài hoặc là một mẫu thử nghiệm trong phòng thí nghiệm. Hình dạng chung của mẫu phải được mô tả chi tiết rõ sự đặt hướng của màng phủ thử nghiệm mẫu cân xứng với hình dạng mẫu. Bất kỳ sự xử lý tiếp theo đặc biệt nào của các mẫu thử nghiệm ban đầu, ví dụ như ủ, khử khuẩn, liên kết ngang, ổn định, già hóa tăng tốc và điều kiện bảo quản đều được ghi lại.

Độ dày màng phủ thử nghiệm và tổng chiều rộng được báo cáo cùng với bất kỳ sự xử lý tiếp theo đặc biệt nào của màng phủ thử nghiệm, ví dụ ủ, khử khuẩn, liên kết ngang, ổn định, già hóa tăng tốc, xử lý máy móc và điều kiện bảo quản.

9.4 Thông số quang phổ kế hồng ngoại

Nhà sản xuất và số mô hình của quang phổ kế được báo cáo cùng với các kích thước khẩu độ, lượng tăng, độ phân giải quang phổ, và số lần quét được sử dụng.

9.5 Phương pháp tính toán

Phương pháp được sử dụng để tính toán bất kỳ biên dạng được báo cáo nào I_{OX} , $I_{OX,s}$, $I_{OX,b}$, và I_{OX} phải được mô tả rõ ràng.

9.6 Chỉ số oxy hóa bề mặt mẫu

Chỉ số oxy hóa bề mặt của mỗi mẫu phải được báo cáo.

9.7 Chỉ số oxy hóa chung của mẫu

Chỉ số oxy hóa chung của mỗi mẫu phải được báo cáo.

9.8 Biên dạng chỉ số oxy hóa mẫu

Biên dạng chỉ số oxy hóa của mỗi mẫu phải được báo cáo.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 13391-1 (ISO 5834-1), *Vật cấy ghép phẫu thuật - Nhựa polyetylen siêu cao phân tử - Phần 1: Dạng bột.*
 - [2] TCVN 13391-3 (ISO 5834-3), *Vật cấy ghép phẫu thuật - Nhựa polyetylen siêu cao phân tử - Phần 3: Phương pháp già hóa tăng tốc.*
 - [3] ISO 14242 (tất cả các phần), *Vật cấy ghép phẫu thuật - Sự thoái hóa của toàn bộ bộ phận giả khớp hông.*
 - [4] ISO 14243 (tất cả các phần), *Vật cấy ghép phẫu thuật - Sự thoái hóa của toàn bộ bộ phận giả khớp gối.*
 - [5] ASTM F2102:2013, *Standard Guide for Evaluating the Extent of Oxidation in Polyethylene Fabricated Forms Intended for Surgical Implants (Hướng dẫn tiêu chuẩn để đánh giá mức độ oxy hóa trong các dạng được chế tạo bằng polyetylen dùng cho cấy ghép phẫu thuật).*
-