



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1809—2021

医用增材制造 粉末床熔融成形工艺 金属粉末清洗及清洗效果验证方法

Additive manufacturing for medical applications—Verification methods of cleaning
and cleaning effectiveness of metal powder used in powder-bed fusion process

2021-09-06 发布

2022-09-01 实施



国家药品监督管理局 发布

目 次

前言 III

引言 IV

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 残留金属粉末常用清洗流程 1

5 清洗效果验证方法 2

参考文献..... 4

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家药品监督管理局提出。

本标准由中国食品药品检定研究院归口。

本标准起草单位：国家药品监督管理局医疗器械技术审评中心、中国食品药品检定研究院、四川大学、无锡市产品质量监督检验院/国家增材制造产品质量监督检验中心（江苏）、华南理工大学医疗器械研究检验中心、大博医疗科技股份有限公司、北京爱康宜诚医疗器材有限公司、医千骨（北京）医疗科技有限公司。

本标准主要起草人：郭亚娟、王健、丁金聚、吴静、王亚宁、韩倩倩、毛歆、王春仁、冒浴沂、曾达、徐昕荣、王彩梅、邓翔、徐保东。

引 言

增材制造技术通过材料堆积的方式,可实现复杂宏观和微观结构的医疗器械制造,例如拓扑优化过的部件、网格结构,尤其是多孔结构。粉末床熔融增材制造过程中,多余金属粉末会填充器械内部空间,滞留在多孔内部结构中,难以去除。部分烧结的金属颗粒通常与未熔融颗粒难以区分,并且在器械的使用期间可能存在分离的风险。

本标准提供了高压介质清洗、超声波清洗、声波干洗、固体介质喷击、化学清洗等用于粉末床熔融成形增材制造过程中残留金属粉末的常用清洗流程,以及清洗效果的验证方法。制造商(技术提供方)在制定清洗流程时可参考本标准,也可以根据产品特点选择其他清洗方法。



医用增材制造 粉末床熔融成形工艺 金属粉末清洗及清洗效果验证方法

1 范围

本标准规定了医用增材制造粉末床熔融成形工艺残留金属粉末清洗方法及清洗效果的验证方法。本标准适用于清洗方法的选择和清洗效果的有效性评价。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 29070 无损检测 工业计算机层析成像(CT)检测 通用要求

GB/T 35351 增材制造 术语

中华人民共和国药典 2020 年版四部

3 术语和定义

GB/T 35351 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

颗粒物 **particulate matter**

具有不同尺寸任意形状的离散物质。本标准中特指增材制造加工及后处理完成后残留的固态颗粒物,包括原材料粉末、喷砂介质和其他碎屑等。

3.2

残留金属粉末 **residual metal powder**

粉末床熔融成形工艺过程及后处理工艺残留在制造部件(器械)的金属粉末颗粒物。

4 残留金属粉末常用清洗流程

4.1 总则

制造商(技术提供方)宜按照残留金属粉末的来源及特点,根据产品材料、结构设计特征、体积等关键参数和自身技术条件,按需选择并自主确定粉末床熔融成形工艺金属粉末的清洗方案,并自行选择适合评价对应样品残留金属粉末清洗效果的验证方法,以确保残留金属粉末清除的效果,不排除采用其他清洗工艺。

4.2 清洗工艺

4.2.1 高压介质清洗

利用流动的高压介质对样品表面及孔状结构内部进行喷射,达到清理残留金属粉末的目的,制造商

(技术提供方)可根据残留金属粉末清洗要求确定喷射介质、流速、压力、喷射方向和角度、喷射口与部件表面喷射距离、喷射时间等参数。

4.2.2 超声波清洗

利用超声波在液体中的空化作用、加速作用及直进流作用,使残留金属粉末从样品表面及孔状结构内部被分散、剥离,进而达到清理目的,制造商(技术提供方)可根据残留金属粉末清洗要求确定清洗介质、超声波清洗机工作参数、清洗温度、清洗时间和清洗次数等。

注:超声波清洗机工作频率、功率、温度控制范围和精度等各项技术参数,可参考 YY/T 1309、YY/T 0734.1 和 YY/T 0734.2 的相关规定,制造商(技术提供方)亦可根据需求自行选择并设定适宜的技术参数。

4.2.3 声波干洗

利用声波产生的震荡效应对样品表面及孔状结构内部进行处理,达到清理残留金属粉末的目的,制造商(技术提供方)可根据残留金属粉末清洗要求确定声波震动频率、处理时间等参数。

4.2.4 固体介质喷击

利用高速固体介质流的冲击作用对样品表面及孔状结构内部进行处理,达到清理残留金属粉末的目的,制造商(技术提供方)可根据残留金属粉末清洗要求确定喷击介质、目数、气流速或压力、喷击距离、喷击方式等参数。

4.2.5 化学清洗

使用化学试剂对样品表面及孔状结构内部进行处理,达到清理残留金属粉末的目的,制造商(技术提供方)可根据残留金属粉末清洗要求确定清洗介质、清洗时间、清洗温度、清洗次数、处理温度、处理时间等参数。尽管化学清洗能够有效去除残留金属粉末,但需注意化学试剂在产品表面及孔状结构内部的残留问题,宜评估后续清洗工艺对于化学清洗残留的化学试剂的去除效果。鉴于化学清洗可能存在引入新残留的风险,制造商(技术提供方)宜通过风险收益分析充分评估采用化学清洗方法的必要性。

5 清洗效果验证方法

5.1 总则

制造商(技术提供方)宜根据自身产品特性、制造工艺和自身具备的检测技术条件选择样品清洗难度最大的部位(应具体规定和解释说明),选取下述所列的一种或几种检测方法进行清洗效果的验证,并对验证结果做出判断;不排除使用其他经过验证的清洗效果验证方法。

5.2 外观检查

在 300 lx~700 lx 照度下,用正常或矫正视力分别在不经放大条件下(或自行确定的放大倍数)下观察样品表面金属粉末残留情况。

5.3 光学检查

5.3.1 全光透过检查

若样品的点阵结构允许光透过,可测定重复打印的点阵结构中残留金属粉末的存在。具体方法如下:

- a) 将灯台或光纤灯作为光源对齐部件,使点阵结构的常规开放空间与光源和成像设备对齐。

- b) 使用对比色滤镜或滤纸确保开放空间的清晰可视化。堵塞或封闭的孔隙将被遮蔽并且可能表明残留的材料被困在点阵结构内。
- c) 可以对堵塞的孔隙进行可见区域测量,以获得半定量结果。

注:无法确定残留金属粉末是否完全固化在结构中,也无法确定在正常使用中被检出的粉末是否容易脱落,如需获取这两方面的信息还可采取其他分析方法,进一步测试。

5.3.2 显微镜检查

制造商(技术提供方)可根据样品特性和自身设备条件,选择光学显微镜、扫描电子显微镜、X射线显微镜(XRM)等一种或几种适宜的检测设备,观察残留金属粉末情况,记录并保留不同放大倍数下($n \geq 2$ 张)能够足以说明清洗效果的清晰照片(有无残留金属粉末,残留物颗粒计数),并对检测结果做出清洗效果是否达到要求的判断。

5.4 末道清洗纯化水电导率

按照《中华人民共和国药典》2020年版四部通则 0681 制药用水电导率测定法,测定末道清洗纯化水的电导率(25℃)。若电导率仪不具有温度补偿功能,可装恒温水浴槽,使待测水样温度控制在 $25\text{℃} \pm 1\text{℃}$;或记录水温度,按 GB/T 6682—2008 附录 C 方法进行换算。

注:不适用于清洗介质在清洗过程中动态更新的清洗设备。

5.5 末道清洗纯化水 pH 值

按照《中华人民共和国药典》2020年版四部通则 0631 pH 值测定法,测定末道清洗纯化水的 pH 值(25℃)。若 pH 计不具有温度补偿功能,可装恒温水浴槽,使待测水样温度控制在 $25\text{℃} \pm 1\text{℃}$;或记录水温度,按 GB/T 6682—2008 附录 C 方法进行换算。

注:不适用于清洗介质在清洗过程中动态更新的清洗设备。

5.6 样品称重法

将经过清洗验证之后的样品干燥至恒重,采用精度不低于 0.000 1 g 的天平称重,记为 m_0 ,然后将样品按需选择清洗方法,清洗处理后将样品干燥至恒重,称重,记为 m_1 ,计算得出清洗前后的质量变化 $\Delta m_1 = m_0 - m_1$,即为金属粉末的残留量;再经一次清洗后将样品干燥至恒重,称重,记为 m_2 。 $m_1 - m_2$ 应不大于制造商(技术提供方)规定的限量,代表清洗效果可以被接受。

5.7 工业计算机层析成像(CT)检查

按照 GB/T 29070 中的相关要求,在高度复杂的器械中存在的残留金属粉末,可采用高分辨率 CT 检测开放空隙空间分布,颗粒之间夹杂物以及表面包裹物,通过计算,间接评估粉末在零件开放空间内的剩余量,以及颗粒残留水平:

- a) 采用高分辨率 CT 观察颗粒尺寸 $\geq D_{50}$ (分布曲线中累积分布为 50% 时最大颗粒的等效直径)的颗粒,颗粒的三个维度中每个维度都至少要有三个像素的长度;
- b) 扫描方法和后处理应在相同设计和材料的样本之间保持一致。应使用标准参考材料定期进行扫描校准;
- c) 应使用标准化和经过验证的程序对扫描数据的阈值进行处理,以最大限度地提高部件材料与周围介质之间的对比度。在对固体组分边界处的阈值进行处理期间需要特别注意,因为部件的外边缘可能难以与松散或部分熔合的颗粒区分开。

5.8 破坏性试验

制造商(技术提供方)认为必要时,产品经末道清洗及烘干后,将样品剖开,观察样品内部的金属粉末残留情况。

参 考 文 献

- [1] YY/T 0734.1 清洗消毒器 第1部分:通用要求和试验
 - [2] YY/T 0734.2 清洗消毒器 第2部分:对外科和麻醉器械等进行湿热消毒的清洗消毒器
要求和试验
 - [3] YY/T 1309 清洗消毒器 超声清洗的要求和试验
 - [4] ASTM F3335-20 Standard Guide for Assessing the Removal of Additive Manufacturing
Residues in Medical Devices Fabricated by Powder Bed Fusion
-

YY/T 1809-2021

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
医用增材制造 粉末床熔融成形工艺
金属粉末清洗及清洗效果验证方法
YY/T 1809—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

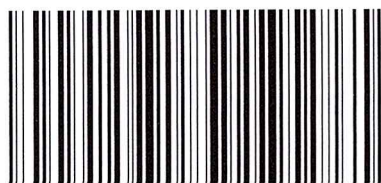
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2021年4月第一版 2021年4月第一次印刷

*

书号: 155066·2-35959 定价 18.00 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)68510107



YY/T 1809-2021



码上扫一扫 正版服务到