

T/CSBM

团 体 标 准

T/CSBM 0018—2021

镍钛形状记忆合金自膨式血管支架形状恢复能力测试方法

Test method for evaluating shape recoverability of Nickel-Titanium shape memory alloy self-expanding vascular stent

2021 - 04 - 26 发布

2021 - 10 - 01 实施

中国生物材料学会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 材料	1
5 要求	2
6 方法和原理	2
7 试验报告	5

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。

本文件由中国生物材料学会提出。

本文件由中国生物材料学会团体标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：上海微创医疗器械（集团）有限公司、先健科技（深圳）有限公司、江阴法尔胜佩尔新材料科技有限公司、有研医疗器械（北京）有限公司、中国食品药品检定研究院、上海市医疗器械检测所、深圳市药品检验研究院（深圳市医疗器械检测中心）。

本文件主要起草人：李勇、周俊蕾、王艳艳、刘艳文、刘攀攀、袁志山、李君涛、王玲玲、陈军、颜文涛、杨涵、刘洪伟、汤京龙、吕原原。

本文件首次发布。

镍钛形状记忆合金自膨式血管支架形状恢复能力测试方法

1 范围

本文件规定了镍钛形状记忆合金自膨式血管支架形状恢复能力测试方法的术语和定义、材料、要求、方法和原理、试验报告。

本文件适用于镍钛形状记忆合金自膨式血管支架形状恢复能力测试。

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 24627 医疗器械和外科植入物用镍-钛形状记忆合金加工材

YS/T 1064 镍钛形状记忆合金术语

YY/T 0663.1 心血管植入物 血管内器械 第1部分：血管内假体

YY/T 0663.2 心血管植入物 血管内器械 第2部分：血管支架

ASTM F2082M Standard Test Method for Determination of Transformation Temperature of Nickel-Titanium Shape Memory Alloys by Bend and Free Recovery

3 术语和定义

YY/T 0663.2、YY/T 0663.1及YS/T 1064界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

自膨式支架 self-expanding stent

从输送装置上释放后，直径从释放前尺寸增加到释放后尺寸的支架，该过程不依靠球囊充盈或其它机械装置辅助。

3.2

奥氏体相转变终了温度 austenite finish temperature

在一步相变加热过程中，马氏体相向高温奥氏体相转变的终了温度，或者在两步相变加热过程中，R相（镍钛形状记忆合金在一定条件下形成的介于高温奥氏体相和马氏体相之间的过渡相）向高温奥氏体相转变的终了温度。

注：奥氏体相转变终了温度(A_f)。

3.3

径向支撑力 radial force

镍钛形状记忆合金自膨式血管支架在相应外径下产生的径向（扩张或压缩）力。

4 材料

试样材料应符合GB 24627《医疗器械和外科植入物用镍-钛形状记忆合金加工材》及自膨式镍钛材料血管支架的相应要求。

5 要求

试样：满足测试要求的镍钛形状记忆合金自膨式血管支架。

6 方法和原理

6.1 A_f 温度测试 (BFR)

6.1.1 实验原理

将测试试样冷却至完全马氏体相状态，试样变形后加热至完全高温奥氏体相状态。在加热过程中，由于发生马氏体逆相变，试样的形状发生变化，通过测量试样随温度变化的变形位移量，绘成温度-位移曲线，用切线法在温度-直径（或位移）曲线上确定 A_f 。

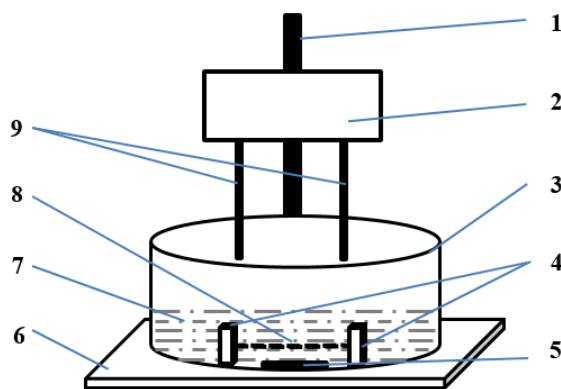
6.1.2 仪器及试剂

6.1.2.1 A_f 点测试仪，原理、位移传感器和热电偶满足 ASTM F2082M 的要求，图 1 所示。

6.1.2.2 恢复夹具。

6.1.2.3 磁力搅拌器。

6.1.2.4 所有测试设备在校准周期范围内。



注：1—测试仪滑杆；2—数据接收显示处理系统；3—容器；4—恢复夹具；5—磁力搅拌器；6—加热平台；7—冷却导热液体；8—样品；9—温度探测杆。

图1 A_f 点测试仪

6.1.3 实验步骤

6.1.3.1 在容器中倒入可浸没测试样品的冷却介质，对室温超弹性记忆合金，冷却介质温度需低于 $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，对于室温马氏体合金，冷却介质温度需低于 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.3.2 将对应的磁力搅拌器、样品与样品台放置在 6.1.3.1 的冷却介质中。

6.1.3.3 将容器放置于 A_f 点测试仪对应的加热平台上。

6.1.3.4 将样品挤压到直径变化不少于 50% 或者直接通过装载鞘管释放。

6.1.3.5 加热导热介质并搅拌，加热速度不超过 $4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

6.1.3.6 加热到恒定斜率对应温度至少 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上，停止测试。

6.1.3.7 用切线法在温度-直径（或位移）曲线上确定相变温度，取曲线上最大斜率的切线与恢复形变后的切线交点即为样品相变温度 A_f ，如图 2，记录数据。

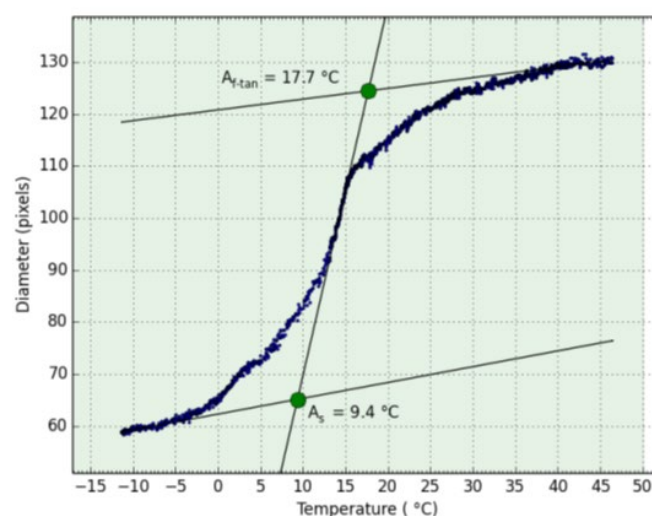


图2 切线法在温度-直径（位移）曲线上确定相变温度

6.2 弹性变形适应性测试方法

6.2.1 试验原理

镍钛形状记忆合金自膨式血管支架主要依靠镍钛合金的超弹性和温度特性实现自身在病变血管中的自扩张。血管支架系统在正常释放后，测量血管支架释放后关键尺寸并与标称尺寸进行对比，即评价血管支架的弹性变形适应性。

6.2.2 仪器及试剂

6.2.2.1 恒温箱或水浴：提供测试时所选择的温度条件，温度 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2.2 尺寸测量设备（例如电子显微镜、测微计、光学轮廓投影仪、激光测微计）。

6.2.2.3 测试设备在校准周期范围内。

6.2.3 试验步骤

6.2.3.1 血管支架系统置入 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中浸泡不少于 2 min。

6.2.3.2 在恒温水浴中将血管支架从鞘管中释放，测量血管支架自然状态的关键尺寸（如：直径和长度，对于变径血管支架，需评估关键管段的直径），并与标称尺寸进行对比。

6.2.3.3 对于可回收的自膨式血管支架，按照说明书极限要求在恒温水浴中进行多次释放，测量多次释放后血管支架自然状态的关键尺寸，并与标称尺寸进行对比。

6.3 径向支撑力测试方法

6.3.1 试验原理

镍钛形状记忆合金自膨式血管支架主要依靠镍钛合金的超弹性和温度响应特性实现自身在病变血管中的自扩张。测试血管支架从无载荷状态至压缩状态再恢复至完全无载荷状态过程中的力值变化，测定血管支架在相应外径下的径向支撑力。

6.3.2 仪器及试剂

- 6.3.2.1 恒温箱或水浴：提供测试时所选择的温度条件，温度 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.3.2.2 径向力测试仪（测试装置的精度应满足测试需求），扩张或压缩夹具的直径/尺寸宜适用于待测植入物。
- 6.3.2.3 尺寸测量设备（例如电子显微镜、测微计、光学轮廓投影仪、激光测微计）。
- 6.3.2.4 所有测试设备在校准周期范围内。

6.3.3 试验步骤

- 6.3.3.1 如血管支架已装载，将血管支架系统置入在 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中浸泡不少于 2 min，在恒温水浴中将血管支架从鞘管中释放；若支架未装载，则无需进行此操作。
- 6.3.3.2 对于自膨式变径血管支架，需评估不同管段的径向支撑力。
- 6.3.3.3 测试装置温度保持为 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ；初始孔径大于测试支架自然状态直径。
- 6.3.3.4 将释放后的血管支架放置在装置的测试孔中至少恒温 2 min。
- 6.3.3.5 根据血管支架状态，设置测试装置的孔径尽可能缓慢缩小至血管支架的预装载直径或直径减小至少 50%，再缓慢增加至无载荷状态（推荐移动速度如：0.1 mm/s~0.5 mm/s）。
- 6.3.3.6 测量样品在测试过程中预期植入血管内径的尺寸对应的扩张或压缩的力值，并观察外力撤除后血管支架是否能恢复其初始形状。

6.4 局部挤压性能测试方法

6.4.1 试验原理

镍钛形状记忆合金自膨式血管支架的使用可能会接触到病变斑块或者其他硬质植入物，局部挤压利用特定形状的压头（例如点载荷）对血管支架进行挤压，下压一定距离得到对应的下压载荷，压力撤除后观察血管支架是否能恢复其初始形状。

6.4.2 仪器及试剂

- 6.4.2.1 拉力试验机。
- 6.4.2.2 万能材料试验机，配备有合适的载荷传感器，测力的精度能够达到报告值的 $\pm 5\%$ ，具有恒定的移动速率。
- 6.4.2.3 测试装置，能施加正常向下的力（例如上下平板或者下板上夹头），有合适的长度、宽度和间距以便于夹持测试物。
- 6.4.2.4 温控环境，血管支架材料特性对于室温和生理温度之间的差异敏感时，温度控制在 $(37 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.4.2.5 辅件，与产品说明书一致的用于样品完成释放的必要器械。
- 6.4.2.6 所有测试设备在校准周期范围内。

6.4.3 试验步骤

- 6.4.3.1 如血管支架已装载，将支架系统置入在 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中浸泡不少于 2 min，在恒温水浴中将血管支架从鞘管中释放；若支架未装载，则无需进行此操作；
- 6.4.3.2 对于自膨式变径血管支架，需评估不同管段的局部抗挤压性能；
- 6.4.3.3 测试装置温度保持为 $37^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ；
- 6.4.3.4 设置压头最低点与平台的垂直距离至少大于血管支架标称直径；
- 6.4.3.5 将血管支架垂直放置在局部挤压测试载台上，使用一定的压缩速率（如：20 mm/min~200 mm/min）压缩血管支架至少低于预期使用直径或使直径至少减少 50%；
- 6.4.3.6 记录血管支架说明书标注的预期使用直径对应的力值，并观察压力撤除后血管支架是否坍塌或者能恢复其初始形状，如果坍塌，记录最大力。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 目的：陈述与本文件中相对应的测试项目的目的；
 - b) 材料：列举测试中用到的所有材料（如测试样品、设备），适当时使用数据和图表；
 - c) 取样：陈述取样计划，包括取样原则和测试样品数量（宜说明测试样品的选择理由，如尺寸、条件，以及样品信息如批号等，样品数量等）；
 - d) 接受标准：陈述测试结果的接受标准；
 - e) 测试方法：详细描述所采用的测试方法，包括任何预先定义的检验程序，并提供关键测试参数的确定依据；
 - f) 单位：建议采用国际单位制；
 - g) 方案偏差：描述任何偏差以及其对结果分析的潜在影响，例如编织支架或者非闭合结构单元的自膨式支架，总径向支撑力可变成单位长度的径向支撑力或者单位面积的径向支撑力，企业也可根据产品的具体特点选取其它的取点方式；
 - h) 结果表述：测试结果使用测试方法指定的结果表述方式；
 - i) 结论：比较测试结果与接受标准，得出结论，包括这些结果对临床的潜在影响。
-