ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 13779-4 2013

Имплантаты для хирургии ГИДРОКСИАПАТИТ

Часть 4 Определение прочности сцепления покрытия

ISO 13779-4:2002
Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion strength

(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2014

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели и принципы стандартизации в Российской Федерации установлены Федеральным законом от 27 декабря 2002 г. № 184-ФЗ «О техническом регулировании», а правила применения национальных стандартов Российской Федерации – ГОСТ Р 1.0–2004 «Стандартизация в Российской Федерации. Основные положения»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «ЦИТОпроект» (ООО «ЦИТОпроект») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК453 «Имплантаты в хирургии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 7 мая 2013 г. № 79-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 13779-4:2002 «Имплантаты для хирургии. Гидроксиапатит. Часть 4. Определение прочности сцепления покрытия» (ISO 13779-4:2002 «Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion strength»).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок – в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (gost.ru)

© Стандартинформ, 2014

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Введение

Ни один из известных имплантационных материалов, используемых в хирургии, не продемонстрировал абсолютного отсутствия способности вызывать нежелательные реакции в организме человека. Тем не менее, длительный клинический опыт применения материала, упоминаемого в настоящем стандарте, продемонстрировал, что при использовании этого материала при условии его надлежащего применения можно ожидать приемлемый уровень биологического ответа.

Наличие биологического ответа на керамический гидроксиапатит доказано опытом его клинического применения и лабораторными исследованиями. Для получения дополнительной информации см. библиографию.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Имплантаты для хирургии
ГИДРОКСИАПАТИТ
Часть 4
Определение прочности сцепления покрытия

Implants for surgery. Hydroxyapatite. Part 4. Determination of coating adhesion strength

Дата введения – 2015–01–01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод испытания для измерения прочности сцепления покрытий из гидроксиапатита, предназначенных для использования в компонентах хирургических имплантатов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий международный стандарт:

ИСО 7500-1:1999 Металлические материалы. Верификация статических одноосевых машин для испытаний. Часть 1. Аппараты для испытаний напряжением/компрессией. Верификация и калибровка системы для измерения силы (ISO 7500-1:1999, Metallic materials - Verification of static uniaxial testing machines - Part 1: Tension/compression testing machines - Verification and calibration of the force-measuring system)

Примечание – *При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.*

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **керамический гидроксиапатит:** Гидроксиапатит, подвергшийся спеканию с образованием прочной кристаллической массы в условиях, при которых кристаллы порошка сплавляются друг с другом [1].

3.2 **покрытие:** Отдельный слой материала, нанесенный на поверхность металлического или неметаллического основания термическим способом, методом выпаривания или путем осаждения из водной среды.

3.3 **гидроксиапатит:** Химическое соединение с кристаллографической структурой, охарактеризованной в Файле порошковой дифракции PDF 9-432 Международного центра дифракционных данных (ICDD), Ньютон Сквер, шт. Пенсильвания, США.

Издание официальное

Примечание – Химическая формула – $Ca_5(OH)(PO_4)_3$ [1].

3.4 **спекание:** Процесс производства керамических изделий, при котором высокотемпературная обработка приводит к значительному уменьшению площади поверхности и общего объема частиц с уплотнением и соответствующим увеличением прочностных свойств [1].

4 Определение прочности сцепления покрытия из гидроксиапатита

4.1 Основной принцип

Прочность сцепления покрытия определяют, прикладывая растягивающую одноосную нагрузку к цилиндрической испытательной сборке, состоящей из одного покрытого гидроксиапатитом образца, соединенного с компонентом без покрытия.

4.2 Аппаратура

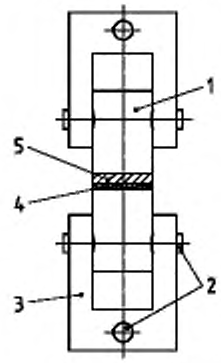
4.2.1 Испытательная машина для проверки на механическую прочность, обеспечивающая нагрузку не менее 30 кН и точность ± 2 % от показания полной шкалы. Растягивающую нагрузку прикладывают перпендикулярно к плоскости покрытия.

Верификация и калибровка системы для измерения силы должны соответствовать ИСО 7500-1.

4.2.2 Нагрузочный блок, используемый для передачи нагрузки от испытательной машины на испытательную сборку.

Нагрузочный блок должен обеспечивать отсутствие отклонения оси испытательной сборки от оси испытательной машины более чем на ± 1° и ± 0,1 мм, чтобы плоскость испытуемого покрытия была перпендикулярна к направлению осевой нагрузки. Эксцентричная нагрузка на испытательную сборку приводит к недействительным результатам.

Примером нагрузочного блока, соответствующего этим требованиям, является конструкция из хомута и соединительного штифта, изображенная на рисунке 1. Образец с покрытием и компонент без покрытия, фиксируют с помощью двух перпендикулярных штифтов, что минимизирует внеосевую нагрузку. Размеры нагрузочного блока, указанные в таблице 1, подходят для испытания покрытий с максимальной прогнозируемой адгезионной или когезионной прочностью 50 МПа.



1 – испытательная сборка, *2* – штифты, *3* – хомут; *4* – адгезивный связующий материал; *5* – испытуемое покрытие

Рисунок 1 – Иллюстрация нагрузочного блока, позволяющего минимизировать внеосевую нагрузку

Таблица 1 – Размеры зажимных приспособлений и образцов для испытания покрытий с адгезионной/когезионной прочностью менее 50 МПа

Обозначение на рисунке 2	Испытуемый компонент/зажимное устройство		Размеры, мм	
			Сплав Ti6Al4V	Нержавеющая сталь марки 316
ts	Диаметр испытуемой поверхности	Испытуемый компонент с уступом	25 ± 0,05	25 ± 0,05
		Испытуемый компонент прямой формы	$25^{-0,02}_{-0,041}$	$25^{-0,02}_{-0,041}$
a	Диаметр уступа держателя образца		$20^{-0,02}_{-0,041}$	18 -0,02 -0,041
b	Диаметр отверстия для установки штифта		$9^{+0,015}_{0}$	$8^{+0,015}_{0}$
c	Глубина отверстия в образце		14 ± 0,1	12 ± 0,1
d	Диаметр штифта		$9^{-0,005}_{-0,041}$	$8^{-0,005}_{-0,041}$
e	Длина штифта		55 ± 0,1	50 ± 0,1
f	Внутренний диаметр хомута	Испытуемый компонент с уступом	$20^{+0,033}_{0}$	$18^{+0,033}_{0}$
		Прямой испытуемый компонент	$25^{+0,033}_{0}$	$25^{+0,033}_{0}$
g	Внешний диаметр хомута	Испытуемый компонент с уступом	40 ± 0,1	35 ± 0,1
		Прямой испытуемый компонент	45 ± 0,1	45 ± 0,1
h	Глубина отверстия в хомуте		14 ± 0,1	12 ± 0,1
k	Внутренняя высота хомута		40 ± 0,1	40 ± 0,1

4.2.3 Испытательная сборка

Элементы испытательной сборки (образец с покрытием и компонент без покрытия) соединяют друг с другом с помощью полимерного адгезивного связующего материала.

Компонент без покрытия должен быть изготовлен из того же материала, что и основание образца с покрытием. Рекомендуемые материалы перечислены в таблице 1.

Размеры компонента без покрытия должны соответствовать размерам образца с покрытием (размеры и допуски приведены в таблице 1).

Нагрузочный блок и испытуемые компоненты изображены на рисунке 2. Размеры указанных компонентов подходят для испытания покрытий с максимальной прогнозируемой адгезионной или когезионной прочностью 50 МПа.

Примечание 1 – Точность настоящего метода испытания высоко чувствительна к подготовке образца с покрытием, нанесению полимерного адгезивного связующего материала и надлежащему выравниванию образца с покрытием и компонента без покрытия. Неправильное выравнивание приводит к эксцентричной нагрузке и воздействию напряжений при изгибе на конструкцию, что ведет к недействительным результатам.

Примечание 2 – Поверхности компонента без покрытия можно придать шероховатость для более прочного соединения с ней полимерного адгезивного связующего материала.

4.2.4 Полимерный адгезивный связующий материал с минимальной адгезионной прочностью не менее чем на 5 МПа превышающей адгезионную или когезионную прочность покрытия, либо равной 30 МПа, в зависимости от того, какое значение больше. Используемый полимерный адгезивный связующий материал должен быть указан в отчете об испытании.

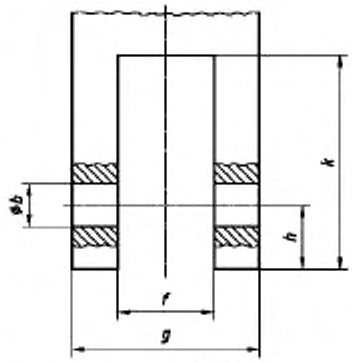
В случае, если поверхность границы «покрытие - основание» является пористой, следует выбрать полимерный адгезивный материал с достаточной вязкостью и тщательно нанести его на покрытие, чтобы гарантировать, что полимерный адгезивный связующий материал не проникнет через покрытие к основанию. Проникновение адгезивного связующего материала через покрытие приводит к недействительным результатам.

Проникновение адгезивного связующего материала определяют путем осмотра поперечных сечений опытного образца.

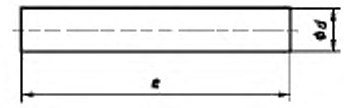
4.3 Подготовка образца с покрытием

При подготовке образца с покрытием следует соблюдать осторожность. Проверяют все образцы, как перед сборкой компонентов, так и перед проведением испытания. Любые образцы, признанные нетипичными в аспекте конкретного испытуемого покрытия, бракуют. Не следует подвергать испытуемые образцы механической обработке после нанесения покрытия из гидроксиапатита. Площадь испытуемого покрытия должна представлять собой номинальную окружность диаметром 25 мм (с допусками, указанными в таблице 1) либо представлять собой эквивалент площади поперечного сечения. Измеряют и регистрируют площадь поперечного сечения и размеры образца с покрытием.

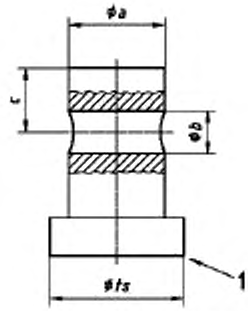
В случае использования образцов с другими размерами или площадью поперечного сечения необходимо показать, что данные испытаний этих образцов эквивалентны результатам, полученным для образцов номинальной цилиндрической формы диаметром 25 мм.



a) Хомут

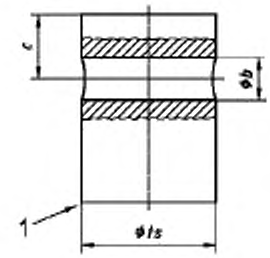


b) Штифт



c) Stepped test component

c) Испытуемый компонент с уступом



d) Испытуемый компонент прямой формы

1 – поверхность покрытия из гидроксиапатита (где применимо).

Расшифровка обозначений и размеров приведена в таблице 1

Рисунок 2 – Размеры нагрузочного блока и испытуемых компонентов

4.4 Нанесение полимерного адгезивного материала и выравнивание элементов испытуемой конструкции

Наносят одним движением полимерный адгезивный материал на осевой центр покрытия. Регулируют количество нанесенного адгезивного материала и силу, прикладываемую для соединения элементов конструкции друг с другом, таким образом, чтобы излишек адгезивного материала не выступал за пределы зоны соединения образца с покрытием и компонента без покрытия. После затвердевания удаляют все излишки адгезивного материала, не нарушая целостности испытуемой конструкции. Соединяют компонент без покрытия и образец с покрытием с нанесенным на него адгезивным материалом таким образом, чтобы адгезивный материал образовал

плоскопараллельный слой с равномерной толщиной на испытуемой площади поперечного сечения.

Чтобы обеспечить выравнивание элементов конструкции по одной оси, используют устройство для жесткой фиксации элементов конструкции в нужном положении во время затвердевания полимерного адгезивного материала. Это устройство позволяет прикладывать постоянное осевое растягивающее усилие (обычно 0,2 МПа) на сборку в процессе затвердевания, чтобы компенсировать любую возможную усадку адгезивного материала.

4.5 Процедура

Испытательную сборку помещают в зажимы испытательной машины для проверки на растяжение так, чтобы длинная ось испытуемой сборки совпадала с направлением прилагаемой растягивающей нагрузки. Применяют растягивающее усилие с постоянной поперечной скоростью (1,0 ± 0,01) мм/мин, пока не будет достигнуто полное разделение компонентов. Записывают значение максимальной приложенной нагрузки с точностью до 100 Н.

Путем осмотра с помощью 10-кратной оптической линзы необходимо подтвердить, что разрыв произошел именно через покрытие, а не через зону контакта покрытия с адгезивным материалом.

4.6 Вычисление прочности сцепления покрытия

Адгезионную или когезионную прочность покрытия σ, МПа, вычисляют по следующей формуле:

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

где F – максимальная нагрузка, выраженная в ньютонах;

A – площадь поперечного сечения (номинально 490,87 мм2), вычисленная с точностью ±0,5 мм^2.

5 Отчет об испытании покрытий из гидроксиапатита на растяжение

Отчет об испытании должен включать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) идентификационную информацию относительно материалов, используемых в испытательной сборке, включая информацию о типе полимерного адгезивного материала и компоненте без покрытия. Указывают подробную информацию о любой обработке контактной поверхности компонентов без покрытия и параметрах шероховатости поверхности в результате обработки;

c) число испытанных образцов;

d) подробные сведения о методе, использованном в процессе производства образцов с покрытием, а также любую идентификационную информацию касательно образцов с покрытием (например, дату и номер партии);

e) все данные о размерах для каждого образца с покрытием и компонента без покрытия, а также контактную площадь поперечного сечения и толщину гидроксиапатитного покрытия;

f) все значения максимальной нагрузки и вид разрушения (например, адгезионное либо когезионное);

g) следующие параметры прочности сцепления: максимум, минимум, среднее значение и стандартное отклонение;

h) степень проникновения адгезивного материала в основание;

i) подтверждение того, что разрушение произошло в пределах гидроксиапатитного основания, а не в зоне контакта основания с адгезивным связующим материалом.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА 1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 7500-1:1999	–	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Библиография

[1] ИСО 13779-1 Имплантаты для хирургии. Гидроксиапатит. Часть 1. Керамический гидроксиапатит

[2] ИСО 13779-2 Имплантаты для хирургии. Гидроксиапатит. Часть 2. Покрытия из гидроксиапатита

[3] ASTM F 1609:1995 Стандартная спецификация покрытий из фосфата кальция для имплантационных материалов

[4] ASTM F 1185:1988 Стандартная спецификация соединений керамического гидроксиапатита, используемых для хирургических имплантатов

[5] ASTM C 633-79:1979 Стандартные методы испытания для оценки адгезионной или когезионной прочности покрытий, нанесённых методом пламенного распыления

[6] BS 5350-C15:1990 Методы испытания адгезивных материалов. Клеевые соединения. Тесты на механическую прочность. Определение прочности склеивания путем испытания на срез с помощью сжатия

[7] JIS H 8666:1994 Методы испытания керамических покрытий, наносимых методом напыления

[8] NF S94-072 Материалы для хирургических имплантатов. Определение прочности сцепления при растяжении фосфорнокальциевых покрытий для биомедицинского применения

УДК 616-089.843:006.354 ОКС 11.040.40 ОКП 943800

Ключевые слова: покрытие, гидроксиапатит, определение прочности сцепления покрытия, испытательная сборка

Подписано в печать 01.04.2014. Формат 60x84 1/8.
Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1798.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru