ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56332— 2014

Имплантаты для хирургии

ГИДРОКСИАПАТИТ

Определение прочности сцепления покрытия

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Обществом с ограниченной ответственностью «ЦИТОпроект» (ООО «ЦИТОпроект»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 453 «Имплантаты в хирургии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 25 декабря 2014 № 2135-ст

4 ВЗАМЕН ГОСТ Р ИСО 13779-4—2013

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. 2015

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

Настоящий стандарт учитывает положения проекта международного стандарта ИСО 13779-4-CD «Имплантаты для хирургии. Гидроксиапатит. Часть 4. Определение прочности сцепления покрытия (ISO 13779-CD “Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion strength”)

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИМПЛАНТАТЫ ДЛЯ ХИРУРГИИ ГИДРОКСИАПАТИТ
Определение прочности сцепления покрытия

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

Дата введения — 2017—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

Следующая нормативная ссылка, полностью или частично, является обязательной при применении настоящего стандарта. Для датированных нормативных ссылок применимо только указанное издание. Для недатированных нормативных ссылок применимо последнее издание указанного документа (включая все поправки).

ИСО 7500-1:2004, Металлические материалы. Верификация статических одноосевых машин для испытаний. Часть 1. Аппараты для испытаний напряжением/компрессией. Верификация и калибровка системы для измерения силы (ISO 7500-1:2004, Metallic materials — Verification of static uniaxial testing machines — Part 1:Tension/compression testing machines — Verification and calibration of the force-measuring system.)

3 Термины и определения

В настоящей части стандарта 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.

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.

Примечание — химическая формула — $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$.

4 Определение прочности сцепления покрытия из гидроксиапатита

4.1 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 50 кН с точностью ± 1 % от показания полной шкалы. Растягивающую нагрузку прикладывают перпендикулярно к плоскости покрытия.

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

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

испытательную сборку.

Нагрузочный блок должен обеспечивать отсутствие отклонений оси испытательной сборки от оси испытательной машины, чтобы плоскость испытуемого покрытия была перпендикулярна направлению осевой нагрузки.

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.

Условные обозначения

1 – испытательная сборка; 2 – штифты; 3 – хомут; 4 – полимерный адгезив; 5 – испытуемое покрытие

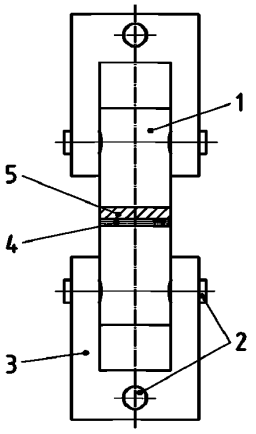


Рисунок 1 – Иллюстрация нагрузочного блока, позволяющего минимизировать внеосевую нагрузку

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 выполнен из того же материала, что и основание образца с покрытием.

Размеры компонента без покрытия должны соответствовать размерам образца с покрытием.

Образцы для испытания должны представлять из себя цилиндры с номинальным диаметром в пределах от 25,0 до 25,4 мм. Допустимое отклонение на диаметр должно быть менее 0,2 мм.

Примечание — Поверхности компонента без покрытия можно придать шероховатость для более прочного соединения с ней полимерного адгезивного 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 34,5 МПа, в зависимости от того, какое значение больше. Используемый полимерный адгезивный связующий материал должен быть указан в любом отчете об испытании.

В случае, если в области контакта покрытие пористое, следует выбрать полимерный адгезивный материал с такой вязкостью, чтобы предотвратить проникновение полимерного адгезивного связующего материала через покрытие к основанию. Проникновение адгезивного материала через покрытие приводит к искажению результатов испытания.

Пригодность клея для данной цели оценивается на самом тонком слое покрытия путём определения его отсутствия на разрушенной поверхности.

Примечание — Для покрытий толщиной более 70 мкм клей FM1000 с толщиной пленки 250 мкм способен обеспечить надежные результаты. Поставщиком клея FM1000 является Cytec Engineering Materials, Inc., 1300 Revolution St., Havre de Grace, MD 21078, USA

4.3 Подготовка образца с покрытием

Как минимум, 6 образцов с покрытием должно быть испытано.

Покрытие испытуемых образцов должно быть репрезентативным для процесса плазменного нанесения, который испытывается: одинаковая предоперационная подготовка, одинаковая установка

для плазменного нанесения, одинаковые параметры процесса, одинаковая послеоперационная подготовка (очистка, стерилизация и т.д.).

Толщина покрытия должна оцениваться на каждом образце неразрушающим методом (взвешиванием покрытия, вихревыми токами....) с тем, чтобы каждый покрытый образец находился в указанных допусках.

4.4 Процедура испытания

Испытательную сборку помещают в зажимы испытательной машины для проверки на растяжение так, чтобы длинная ось испытуемой сборки совпадала с направлением прилагаемой растягивающей нагрузки. Прилагают растягивающее усилие с постоянной скоростью (2,5 ± 0,5) мм/мин, пока не будет достигнуто полное разделение компонентов. Записывают значение максимальной приложенной нагрузки с точностью до 100 Н.

Разрушение может быть засчитано если оно произошло в зоне раздела между покрытием и подложкой или в самом покрытии. Если более чем 50% разрушений происходят по разделу между покрытием и клеем, то результат испытания образца должен быть забракован. Если при испытании образцов осталось менее 4 результатов, то испытание считается не действительным.

4.5 Вычисление прочности сцепления покрытия

Адгезионная или когезионная прочность покрытия (σ) в мегапаскалях вычисляется для каждого образца по следующей формуле:

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

где

F – максимальная нагрузка, Н;

A – площадь поперечного сечения покрытого образца, мм^2.

Среднее значение и стандартное отклонение прочности, полученное на различных испытуемых образцах, должно быть рассчитано.

5 Отчет об испытании покрытий из гидроксиапатита на растяжение

Отчет об испытании должен включать следующую информацию:

а) ссылку на настоящий стандарт;

б) наименование, адрес и сертификат испытательной лаборатории;

в) идентификационную информацию о материалах, используемых в испытательной сборке, включая тип полимерного адгезивного материала и компонент без покрытия, подробную информацию о любой обработке контактной поверхности компонентов без покрытия и параметрах шероховатости поверхности в результате обработки;

г) количество испытанных образцов;

д) 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);

е) диаметр и допуски покрытых образцов;

ж) индивидуальную толщину покрытия, определенную на испытуемых образцах;

з) все значения максимальной нагрузки и характер разрушения (расслоение между покрытием и основой, когезионный или расслоение между покрытием и клеем);

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

к) число забракованных образцов и число оставшихся образцов

Приложение А
(справочное)

Процедура использования клея FM 1000

При использовании клея FM 1000 необходимо использовать следующую процедуру применения адгезива:

- Вырежте адгезивную плёнку по форме диска того же диаметра, что и испытуемый образец.
- Поместите адгезив между покрытым образцом и непокрытым контртелом.
- Поместите эти части в сборку, способную поддерживать устойчивое положение между покрытым образцом, клеем и непокрытым контртелом и способным приложить постоянную силу от 0,1 МПа до 0,3 МПа между образцом и контртелом.
- Поместите сборку в печь при 176^0C ± 5^0C на 2-3 часа.
- Извлеките сборку из печи и остудите её до комнатной температуры.
- Удалите излишки клея на внешних сторонах покрытой и непокрытой поверхностей сборки.

Библиография

[1] ИСО 13779-4 Имплантаты для хирургии. Гидроксиапатит. Часть 4. Покрытия из гидроксиапатита. Определение прочности сцепления покрытия. (ISO/CD 13779-4 “Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion strength” ISO/TC 150/SC 1/WG N 900 Date:2014-05-13)

[2] ASTM F 1609 Стандартная спецификация покрытий из фосфата кальция для имплантационных материалов (ASTM F 1609 Standard specification for calcium phosphate coatings for implantable materials).

[3] ASTM F 1185 Стандартная спецификация соединений керамического гидроксиапатита, используемых для хирургических имплантатов (ASTM F 1185 Standard specification for composition of ceramic hydroxyapatite for surgical implants).

[4] ASTM C 633 Стандартные методы испытания для оценки адгезионной или когезионной прочности покрытий, нанесённых методом пламенного напыления (ASTM C 633 Standard test method for adhesion or cohesion strength of flame sprayed coatings[1)]).

[5] BS 5350-C15 Методы испытания адгезивных материалов. Клеевые соединения. Тесты на механическую прочность. Определение прочности склеивания путем испытания на срез с помощью сжатия (BS 5350-C15 Methods of test for adhesives. Adhesively bonded joints: mechanical tests. Determination of bond strength in compressive shear).

[6] JIS H 8666 Методы испытания керамических покрытий, наносимых методом напыления (JIS H 8666 Test methods for ceramic sprayed coatings).

[7] NF S94-072 Материалы для хирургических имплантатов – Определение прочности сцепления при растяжении фосфорнокальциевых покрытий для биомедицинского применения (NF S94-072, Materials for surgical implants — Determination of tensile adherence of phosphocalcic coatings for biomedical applications).

[1)] Пересмотрен в 1999 г.

УДК 620.179.4:621.793 ОКС 11.040.40

Ключевые слова: имплантаты, прочность сцепления покрытия, покрытие из гидроксиапатита, керамический гидроксиапатит, спекание, полимерный адгезивный материал

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84 1/8.

Усл. печ. л. 1,40. Тираж 31 экз. Зак. 1347.

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