ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р ИСО 16428— 2014**

# ИМПЛАНТАТЫ ДЛЯ ХИРУРГИИ

# Испытательные растворы и условия среды для статических и динамических испытаний на коррозионную стойкость имплантируемых материалов и медицинских изделий

**ISO 16428:2005**
**Implants for surgery — Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices**
**(IDT)**

**Издание официальное**

**Москва**
**Стандартинформ**
**2015**

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

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 ТК 453 «Имплантаты в хирургии»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 12 декабря 2014 г. № 2070-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 16428:2005 «Имплантаты для хирургии. Испытательные растворы и условия среды для статических и динамических испытаний на коррозионную стойкость имплантируемых материалов и медицинских изделий» (ISO 16428:2005 «Implants for surgery — Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices»)

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 формационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного 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

Во многих случаях испытание медицинских изделий и материалов в физиологических условиях весьма желательно для научных целей и разработок, а также для оценки эксплуатационных характеристик хирургических имплантатов и устройств. Использование собственно физиологических жидкостей часто затруднительно вследствие быстрого ухудшения их качества.

Часто используются искусственные среды, однако их недостатком является широкая вариабельность их состава, что часто затрудняет сравнение результатов испытаний.

В настоящем Международном стандарте установлены основные условия для выполнения воспроизводимых экспериментов с использованием в качестве испытательной жидкости изотонического раствора хлорида натрия (NaCl). Этот раствор является подходящим, поскольку используется для инъекций и промываний в хирургии и имеет ионный состав, аналогичный составу жидкостей человеческого организма. Особое значение имеет то, что в нем содержатся ионы хлора ($Cl^-$), поскольку они существенно влияют на коррозионную стойкость большинства металлов. Соответственно, изотонический раствор NaCl широко используется при испытании медицинских изделий.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ИМПЛАНТАТЫ ДЛЯ ХИРУРГИИ

## Испытательные растворы и условия среды для статических и динамических испытаний на коррозионную стойкость имплантируемых материалов и медицинских изделий

Implants for surgery — Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices

**Дата введения – 2016—01—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает стандартные условия для испытания имплантируемых металлических материалов, хирургических имплантатов и медицинских изделий. Описанные условия испытания имитируют упрощенные физиологические условия с контролем состава испытательного раствора, заданной температуры, газового состава и соотношения размера образца и объема раствора.

Эти условия испытания при необходимости могут комбинироваться с разнообразными статическими или динамическими тестами, при которых необходимо принимать во внимание влияние физиологической среды. Типичными примерами использования являются испытание на коррозионную усталость и некоторые тесты на фреттинг-износ, а также обычные электрохимические тесты.

Обычные тесты на имитаторах сочлененных суставов и аспекты, относящиеся к области стоматологии, настоящим Международным стандартом не рассматриваются.

Растворы, используемые с целью воспроизведения трибологических (связанных с трением) характеристик жидкостей организма, например, в испытаниях на износ, не входят в сферу рассмотрения данного Международного стандарта.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующий стандарт:

ИСО 3696 Вода для использования в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытания (ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

3.1 **испытание на коррозионную усталость** (corrosion fatigue testing): Оценка коррозионной усталости при проведении циклических нагрузочных тестов в водном тестируемом растворе, близком по составу к физиологической среде человеческого организма.

Примечание - Испытательный раствор может вызывать видимые коррозионные эффекты и/или ускорение процесса коррозионной усталости.

3.2 **условия испытания** (environmental testing conditions): Условия испытания пробы (образца), включая испытательную жидкость, температуру, аэрацию, pH, объемное соотношение и смену жидкости.

3.3 **изотонический раствор хлорида натрия** (isotonic sodium chloride solution): Водный раствор натрия хлорида (массовая доля NaCl 0,9%), который обеспечивает то же осмотическое давление в живых тканях, что и физиологическая жидкость (сыворотка крови).

Примечание - В хирургии раствор препятствует снижению тургора тканей и служит в качестве инфузионного раствора.

**Издание официальное**

3.4 **раствор Рингера** (Ringer's solution): Изотонический водный раствор натрия хлорида, содержащий дополнительные соединения, входящие в состав жидкостей человеческого организма (сыворотка крови)

Примечание - См. также приложение А.

3.5 **статический и динамический тест** (static and dynamic test): Механическая организация теста с учетом требований данного Международного стандарта.

Примечание - Это не относится к электрохимическим условиям.

## 4 Значимость и применение

### 4.1 Значение испытательного раствора

Описанные условия окружающей среды предназначены для ситуаций, когда требуется, чтобы условия испытания металлических медицинских изделий или материалов совпадали с физиологическими условиями. Изотонический раствор натрия хлорида используется для инъекций[3] и для промывания и очистки в хирургической практике. Концентрация ионов в растворе аналогична составу жидкостей человеческого организма. Особое значение имеют ионы $Cl^-$, поскольку они обладают коррозионным воздействием на металлы, в частности, на такие металлы и сплавы, которые образуют защитные пленки, предохраняющие от коррозии.

### 4.2 Применение

#### 4.2.1 Общие требования

Описанные условия испытания применимы к статическим и динамическим механическим тестам для оценки потенциальной чувствительности к коррозионному влиянию, связанному с воздействием физиологических условий.

#### 4.2.2 Испытание в статических условиях

Описанные условия среды применимы для статических испытаний с погружением образцов (иммерсионных), предназначенных, например, для изучения особых коррозионных эффектов, таких как точечная или контактная коррозия, выщелачивание или проведение особых видов поверхностной обработки. Такие тесты могут включать равномерную механическую нагрузку.

Примечания - В случае имплантируемых металлических материалов с высокой коррозионной стойкостью при проведении статических иммерсионных испытаний видимых поверхностных изменений может не быть. Описанные условия среды позволяют обнаружить эффекты, возникающие только при более суровых, специально заданных условиях или при механической нагрузке и/или в динамических условиях.

#### 4.2.3 Испытание в условиях динамической нагрузки

Описанные условия среды добавляются к механическим настройкам испытания, которые обычно проводятся в воздушной среде. Например, они могут применяться при усталостном испытании для оценки подверженности к коррозионной усталости, а также в рамках отдельных испытаний на фреттинг-износ, при которых учитываются эффекты коррозии и изнашивания.

Данный Международный стандарт не применим к обычным тестам на имитаторах сочлененных суставов и к стоматологической области, а также для воспроизведения трибологических характеристик жидкостей организма, например, используемых в испытаниях на износ. В краткосрочных манипуляционных испытаниях (например, с фиксацией), когда имеют значение трение или поверхностная коррозия, может использоваться испытательный раствор(ы) (5.1), тогда как другие условия среды (раздел 5) в зависимости от ситуации, могут не приниматься во внимание.

#### 4.2.4 Электрохимические исследования

В целом описанные условия среды применимы к электрохимическому испытанию. Однако в зависимости от типа испытаний, более жесткие условия могут быть необходимы для определенных протоколов испытаний.

## 5 Условия среды испытания

### 5.1 Испытательный раствор

Для приготовления изотонического водного раствора хлорида натрия с массовой долей хлорида натрия 0,9% к очищенной воде добавляют 9 г NaCl квалификации «ч.д.а.» в соответствии со стандартом ИСО 3696. В результате получается 1000 мл испытательного раствора (дополнительная информация см. в ссылке [3]).

Если при испытании используется другой, не изотонический раствор NaCl, это необходимо указывать, отмечая обоснование такого использования.

При проведении конкретных испытаний могут быть определенные причины для использования модифицированного изотонического раствора NaCl, например фосфатно-буферного раствора. Данный раствор необходимо использовать с осторожностью. Существуют различные составы, известные как «растворы Рингера», содержащие добавки, входящие в состав жидкостей организма; в приложении А общепринятый состав приводится в пункте А.1. В пункте А.2 приводится состав модифицированного раствора с низким pH, для случая, когда требуются более жесткие условия испытания.

К дополнительным подходящим испытательным растворам, сходными по составу с физиологическими жидкостей организма человека, относятся растворы, приведенные в приложении X2 ASTM F 2129:2003[8].

### 5.2 Температура испытания

Во время испытания температура раствора поддерживается на постоянном уровне (37 ± 1)°С термостатически.

### 5.3 Значение pH

Испытательный раствор имеет почти нейтральное значение pH. При длительном испытании значение pH должно регистрироваться регулярно.

Воздух ($CO_2$) может вызывать незначительные сдвиги pH. Значительные изменения значения pH могут указывать на ухудшение качества испытательного раствора. Это может быть связано с продуктами деградации (например, продуктами коррозии или частицами износа) испытуемых образцов или, возможно, элементов испытательной камеры. В том случае, если качество испытательного раствора ухудшается, о чем свидетельствует, например, сдвиг pH или изменение цвета, испытательный раствор должен быть заменен, а испытательная камера перед повторным заполнением должны быть вымыта.

Если требуется изучить продукты деградации и/или их эффекты, испытательный раствор можно не заменять, однако это необходимо зафиксировать и приложить к отчету об испытании объяснительную записку.

### 5.4 Аэрация

Для определенных условий, воспроизводимости и оценки коррозионных свойств в испытательном растворе растворяют чистые газы:

a) чистый кислород - для пассивирования поверхности метала; или

b) чистый азот - для уменьшения пассивирующего эффекта растворенного кислорода на поверхности образца для проведения более жесткого испытания.

В зависимости от целей исследования может потребоваться проведение испытаний с обоими газами, для того чтобы изучить влияние на пассивность поверхности металла. Для некоторых испытаний может оказаться достаточным использование воздуха.

Условия аэрации должны быть указаны при описании испытания.

### 5.5 Объем испытательного раствора

Соотношение объема испытательного раствора и подвергнутой обработке площади образца должно составлять не менее 10 мл/см$^2$ [1].

### 5.6 Циркуляция раствора

Если образец подвергается циклическим нагрузкам, а в испытательный раствор вводится газ, обычно достаточно встряхивания раствора. Если имеется подозрение, что часть испытательного раствора застаивается в некоторых участках образца, может потребоваться дополнительное встряхивание или нагнетание через присоединение к запасной емкости.

Для серий испытаний, результат которых подлежат сравнению, условия циркуляции испытательного раствора должны быть одинаковыми.

### 5.7 Испытательная камера

Условия в испытательной камере регулируют в соответствии с типом проводимых испытаний. Обычно испытательная камера представляет собой емкость из подходящего стекла или полимера. При электрохимическом или коррозионном испытании будут соблюдаться соответствующие протоколы испытаний.

В целом, установка испытуемых образцов и испытательной камеры должны исключить возможность получения ошибочных результатов испытания. В частности, следует избегать использования металлических монтажных частей, или они должны быть сделаны из такого материала и иметь такую конструкцию, которые исключали бы развитие электрохимической коррозии. Следует также принять меры предосторожности, чтобы избежать щелевой коррозии, которая может быть обусловлена некоторыми особенностями конструкции или углублениями в испытуемом образце.

## 6 Испытуемые образцы

Испытуемые образцы могут представлять собой типичные образцы материала, специально предназначенные для определенного вида испытания (см.[2]), или же представляют собой хирургические имплантаты, или компоненты имплантатов, или другие медицинские изделия.

Подготовка поверхности испытуемого образца может в значительной степени влиять на результаты испытания. В связи с этим образцы не должны иметь никаких загрязнений, таких как жир, отпечатки пальцев или случайные незамеченные зоны окисления (дальнейшее рассмотрение этого вопроса см. приложение В.2).

Необходимо привести описание процедур подготовки и очистки поверхности. Если используется стерилизация, об этом необходимо упомянуть и указать, какой метод стерилизации использовался.

## 7 Оценка и отчет

### 7.1 Оценка результатов испытаний

Оценка результатов испытаний устанавливается спецификациями или протоколами конкретных испытаний. Подлежащие рассмотрению аспекты приведены в приложении В.2.

### 7.2 Отчет об испытании

В отчетах об испытаниях с условиями среды, соответствующими данному Международному стандарту, должна быть включена следующая информация:

a) ссылка на данный Международный стандарт (ИСО 16428:2005);

b) любые отклонения от процедуры или любые операции, рассматриваемые как необязательные;

c) испытательный раствор;

d) температура испытания;

e) значение pH;

f) аэрация;

g) объем испытательного раствора;

h) циркуляция испытательного раствора;

i) описание испытательной камеры, включая материал изготовления, и её конструкцию;

j) подготовка образцов.

**Приложение А**
**(справочное)**

## Дополнительные испытательные растворы

**А.1 Изотонический раствор Рингера**

Добавить компоненты квалификации «ч.д.а.» в следующих количествах:

– NaCl 8,36 г

– KCl 0,3 г

– $CaCl_2$ 0,15 г

к очищенной воде, в соответствии со стандартом ИСО 3696 для получения 1000 мл раствора [4].

Примечание — Данный раствор рассматривается как изотонический раствор электролитов (electrolytorum solutio composita) для инфузий или орошения и вводится в тех случаях, когда необходимо ввести раствор Рингера. Синонимическим термином является термин «физиологический раствор Рингера» [5].

Разновидность данного раствора содержит добавку 0,1% $NaHCO_3$, который добавляется перед $CaCl_2$. Это ведет к уменьшению срока годности раствора и препятствует проведению его стерилизации при температуре 121°С. Первоначально этот состав вводился Рингером для замещения сыворотки крови [6].

**А.2 Водный раствор 0,9 % NaCl с низким pH кислого диапазона**

К 0,9% (массовая доля) раствору NaCl, описанному в пункте 5.1, добавляют HCl квалификации «ч.д.а.» для достижения pH раствора, равного 2.

Этот раствор может применяться в тех случаях, когда необходимы более жесткие условия испытания.

**Приложение В**
**(справочное)**

# Замечания относительно подготовки поверхности и оценки результатов испытания

## В.1 Замечания относительно подготовки поверхности образцов

Если выбран способ подготовки поверхности испытываемого образца, а определенный протокол испытания не установлен, то надо иметь в виду следующее.

Испытуемые образцы можно подготовить в виде соответствующих имплантатов перед их установкой. Необходимо решить, входит ли в подготовку образца его стерилизация. Большинство металлических имплантируемых материалов в процессе стерилизации окисляются, что может способствовать пассивации и влиять на результаты испытания. Необходимо придерживаться единообразных процедур при проведении серий испытаний, подлежащих сравнению. При наличии шлифовки поверхности может возникнуть необходимость в определении её влияния. В этом случае также следует учитывать эффект стерилизации.

## В.2 Замечания относительно оценки результатов испытания

В зависимости от типа испытания, влияние условий окружающей среды может оцениваться при помощи оптического или сканирующего электронного микроскопа.

Снижение предела усталости при испытании на коррозионную усталость может служить критерием оценки влияния условий окружающей среды.

Для оценки влияния условий окружающей среды при динамическом испытании (например, усталости материала) в целях сравнения может быть проведено испытание дополнительных образцов в атмосфере при этих условиях.

При испытании на усталость (или другом динамическом испытании), в котором установлено, что системы или материалы не чувствительны к условиям среды, последующие испытания, если это применимо, могут быть проведены в атмосфере при этих условиях.

**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 3696:1987 | MOD | ГОСТ Р 52501-2005 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия |

Примечание – В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- MOD – модифицированный стандарт..

## Библиография


[1] ИСО 8044:1999, Коррозия металлов и сплавов. Общие термины и определения (ISO 8044:1999, Corrosion of metals and alloys — Basic terms and definitions)

[2] ИСО 11845:1995, Коррозия металлов и сплавов. Общие принципы испытаний на коррозионную стойкость(ISO 11845:1995, Corrosion of metals and alloys — General principles for corrosion testing)

[3] ASTM F1801:1997, Стандартный метод определения коррозионной усталости металлических материалов для имплантатов (ASTM F1801:1997, Standard Practice for Corrosion Fatigue Testing of Metallic Implant Materials)

[4] Швейцарская Фармакопея VIII, 1997, CH 196 с Европейской Фармакопеей (Евр. Фарм. 4, 2001) Изотонический раствор натрия хлорида 9 г/л для инъекций (Natrii chloridi solutio infundibilis 9 g/l)

[5] Швейцарская Фармакопея VIII, 1997, CH 94 с Европейской Фармакопеей (Евр. Фарм. 4, 2011) Раствор электролитов (Electrolytorum solutio composita)

[6] Швейцарская Фармакопея VII, 1991 Electrolytorum Solutio Composita (Zusammengesetzte Elektrolytloesung)

[7] Roempps Chemie Lexikon, Otto-Albrecht Neumueller, 8-е издание, издательство Frankh'sche Verlagshandlung, Штутгарт

[8] ASTM F2129:2004, Стандартный метод испытания для измерений токопроводящей циклической потенциометрической поляризации для определения чувствительности к коррозии небольших имплантируемых устройств (ASTM F2129:2004, Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements to Determine the Corrosion Susceptibility of Small Implant Devices

[9] JIS T 0302.Метод испытания на коррозионную стойкость металлических биоматериалов путем измерения анодной поляризации (JIS T 0302, *Testing method for corrosion resistance of metallic biomaterials by anodic polarization measurement)*



УДК 620.193.27:006.354 ОКС 19.020

Ключевые слова: имплантаты, испытательные растворы, условия среды, статические и динамические испытания, коррозионная стойкость, имплантируемые материалы

Подписано в печать 02.03.2015. Формат 60x84 1/8. Усл. печ. л. 1,40. Тираж 32 экз. Зак. 843.

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