ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 52642— 2006

ИМПЛАНТАТЫ ДЛЯ ХИРУРГИИ

Метод определения радикалобразующей активности частиц износа имплантируемых материалов

Издание официальное

БЗ 12—2006/345

Москва
Стандартинформ
2007

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 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Всероссийский научно-исследовательский и испытательный институт медицинской техники» (АНО «ВНИИИМТ») и Федеральным государственным учреждением «Центральный научно-исследовательский институт травматологии и ортопедии им. Н.Н. Приорова»

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 27 декабря 2006 г. № 406-ст

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемых информационных указателях «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячно издаваемом информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2007

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

Содержание

1 Область распространения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Принцип метода 1
4 Оборудование, реактивы, материалы 2
4.1 Оборудование 2
4.2 Реактивы, материалы 3
5 Метод определения 3
5.1 Подготовка материалов и оборудования 3
5.2 Проведение измерений 3
6 Обработка результатов 4
Приложение А (справочное) Радикалобразующая активность ортопедических материалов 5

Введение

В связи с развитием материаловедения увеличивается применение различных материалов в травматологии и ортопедии, поэтому всестороннее изучение их взаимодействия с биологическими тканями является актуальной задачей. Взаимодействие материалов с тканевой средой может привести к коррозии материалов, появлению их частиц в окружающих тканях и удаленных органах. Поэтому необходимо изучать свойства частиц, образующихся при механическом изнашивании материалов, например в узлах трения эндопротезов, при накостном остеосинтезе и в других случаях. В условиях высоких давлений и температур, возникающих при соударении микронеровностей трущихся частей, может произойти разрыв химических связей и образование свободных радикалов на свежеобразованной поверхности и частицах износа материалов. Способность частиц износа имплантируемых материалов инициировать образование токсичных радикалов кислорода и их воздействие на биологические ткани является важным фактором при использовании имплантатов. Эффективный отбор и создание перспективных и безопасных имплантируемых материалов требует применения методов, позволяющих адекватно и надежно оценить их радикалобразующую способность.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ИМПЛАНТАТЫ ДЛЯ ХИРУРГИИ

Метод определения радикалобразующей активности частиц износа имплантируемых материалов

Implants for surgery.
Method for determination of the radical-formation activity of wear particles of orthopedic materials

Дата введения — 2008—01—01

1 Область распространения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения окислительных свойств частиц износа имплантируемых материалов, в том числе ортопедических материалов, используемых для изготовления эндопротезов суставов человека.

Стандарт предназначен для применения при проведении количественного анализа радикалобразующей способности частиц износа имплантируемых материалов по скорости инициирования ими окисления кумола в диапазоне от 10^{-11} до 10^{-7} моль/ л·с.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 5072—79 Секундомеры механические. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Реактивы. Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7995—80 Краны соединительные стеклянные. Технические условия

ГОСТ 29227—91 (ИСО 835-1—81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 24104—2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агенства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Принцип метода

Радикалобразующую способность частиц износа ортопедических материалов оценивают по скорости инициирования ими окисления изопропилбензола (кумола), которое происходит по цепному свободнорадикальному механизму. Метод заключается в определении зависимости поглощенного молекулярного кислорода от времени процесса окисления кумола, инициированного частицами материалов. По данному методу интенсивность реакции окисления кумола определяют в соответствии с

Издание официальное

радикалобразующей способностью частиц износа анализируемого материала. Частицы износа вызывают только зарождение цепей окисления. Обрыв цепей окисления происходит в результате взаимодействия радикалов между собой (квадратичный обрыв цепей). В этом случае скорость реакции окисления (поглощения кислорода) W, моль/ л·с, и скорость инициирования радикалов W_i, моль/ л·с, связаны соотношением

$$W = W_i^{1/2} K_3 / K_6^{1/2} [RH], \quad (1)$$

следовательно W_i определяют по следующей формуле

$$W_i = W^2 K_6 / K_3^2 [RH]^2, \quad (2)$$

где K_3 и K_6 — константы скоростей продолжения и обрыва цепей реакции окисления кумола соответственно;

$[RH]$ — концентрация кумола, моль/л.

Константы скоростей K_3 и K_6 для кумола равны $1{,}75 \cdot 10^5$ л/моль·с; $1{,}84 \cdot 10^5$ л/моль·с соответственно, а концентрация кумола $[RH]$ — 6,9 моль/л.

Экспериментально определив скорость поглощения кислорода W по формуле (2) вычисляют радикалобразующую способность (скорость инициирования) W_i частиц износа анализируемых материалов в кумоле.

Отношение квадратов скоростей реакции окисления для частиц различных материалов равно отношению их скоростей инициирования:

$$W_1^2 / W_2^2 = W_{i_1} / W_{i_2}. \quad (3)$$

Определив скорость окисления кумола, инициируемую различными частицами износа, с помощью этого соотношения можно также определить относительную радикалобразующую активность различных имплантируемых материалов.

4 Оборудование, реактивы, материалы

4.1 Оборудование

Жидкостный циркуляционный термостат с пределом регулирования от 0 °С до 100 °С со стабильностью регулирования температуры не ниже ± 0,02 °С.

Жидкостный циркуляционный термостат с пределом регулирования от 0 °С до 50 °С со стабильностью регулирования температуры не ниже ± 0,02 °С.

Термостатируемая жидкость — дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Трехходовый кран по ГОСТ 7995.

Измерительные пипетки вместимостью 2 или 5 мл по ГОСТ 29227.

Секундомер по ГОСТ 5072.

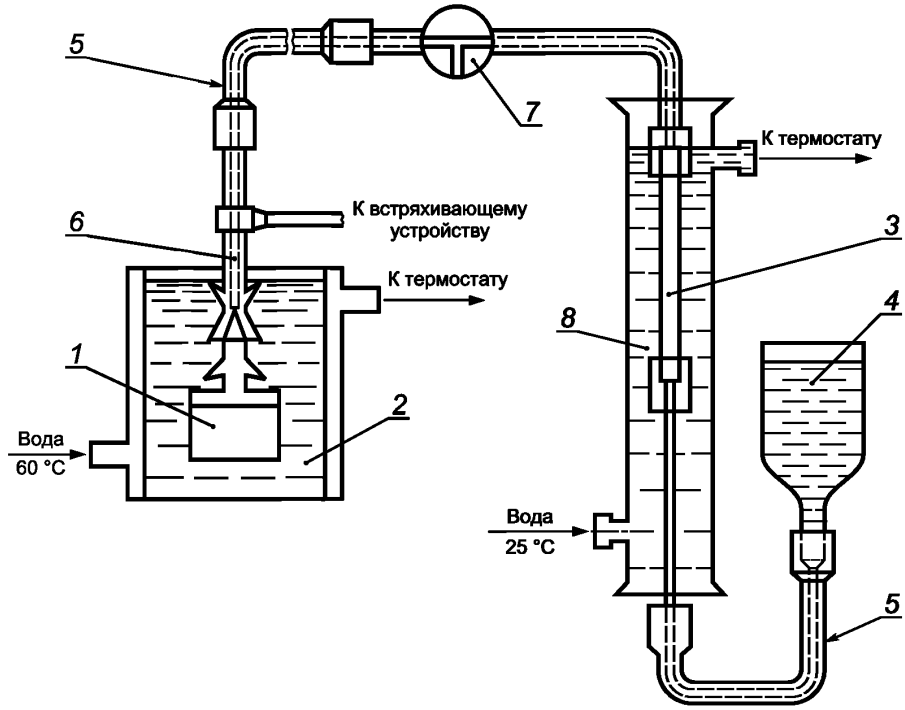
Лабораторные весы по ГОСТ 24104.

Встряхивающее устройство с частотой встряхивания 2—10 циклов в секунду.

Реакционный сосуд с герметично закрывающейся горловиной вместимостью 5—12 $см^3$.

Газометрическая установка (рисунок 1).

Установка состоит из реакционного сосуда *1* вместимостью 5—12 $см^3$, погружаемого при анализе в термостат *2*. Термостатируемой жидкостью служит дистиллированная вода температурой 60 °С. Измерительную бюретку *3* термостатируют при 25 °С и соединяют с заполненным подкрашенной водой уравнительным сосудом *4* с помощью резиновой капиллярной трубки *5*. Реакционный сосуд *1* соединен со стеклянным капилляром *6* и через резиновую капиллярную трубку *5* с трехходовым краном *7*, предназначенным для заполнения атмосферным воздухом бюретки *3*, окруженной термостатирующей рубашкой *8*.



1 — реакционный сосуд; *2* — термостат; *3* — измерительная бюретка; *4* — уравнительный сосуд с подкрашенной водой; *5* — резиновая трубка; *6* — стеклянный капилляр; *7* — трехходовой кран; *8* — термостатирующая рубашка

Рисунок 1 — Газометрическая установка

4.2 Реактивы, материалы

Изопропилбензол (кумол) квалификации «Чистые вещества для хроматографии» используется без дополнительной очистки.

Искусственные частицы износа материалов с размером частиц от 100 до 600 нм, полученные при сухом трении образцов испытуемых материалов.

Вакуумная смазка.

5 Метод определения

5.1 Подготовка материалов и оборудования

Устанавливают режим работы термостата с реакционным сосудом при температуре 60 °С. В термостате для термостатирования измерительной бюретки *3* поддерживают температуру 25 °С. Точность термостатирования реакционного сосуда и бюретки должна быть ± 0,02 °С. В реакционный сосуд измерительной пипеткой вносят 2 мл кумола и навеску частиц износа испытуемого материала, равную 1 мг. Реакционный сосуд с помощью шлифа на вакуумной смазке соединяют со стеклянным капилляром. Измерительную бюретку и реакционный сосуд с помощью трехходового крана соединяют между собой и атмосферой.

5.2 Проведение измерений

Реакционный сосуд со смесью кумола и частиц испытуемого материала и часть стеклянного капилляра помещают в термостат, в котором установлена необходимая температура воды, и включают секундомер. Сосуд встряхивают с частотой 3—4 цикла в секунду для насыщения смеси кумола и частиц кислородом. Через 2 мин прогрева реакционного сосуда перекрывают с помощью трехходового крана сообщение бюретки и реакционного сосуда с атмосферой, оставляя их соединенными между собой. Выравнивают уровни жидкости в бюретке и уравнительном сосуде *4* и начинают измерение поглощения

кислорода. При поглощении в измерительной бюретке определенного объема кислорода (20—50 мм^3) выравнивают уровни жидкости в бюретке и уравнительном сосуде и фиксируют время. Измерение продолжают, фиксируя время следующих поглощений таких же объемов воздуха. Продолжительность измерения должна быть от 10 до 30 мин в зависимости от интенсивности поглощения кислорода.

6 Обработка результатов

Скорость движения жидкости в бюретке пропорциональна скорости поглощения кислорода кумолом. Измеряя время и объем поглощенного кислорода, строят график зависимости количества поглощенного кислорода от времени. Если скорость окисления постоянна, то определяемая зависимость будет представлять собой прямую линию. Скорость окисления кумола в любой момент времени определяют по отношению объема поглощенного кислорода и продолжительности измерения к данному моменту времени. Определяемую по этому методу скорость реакции выражают в кубических миллиметрах в минуту или в единицах моль/л с помощью коэффициента

$$1 \text{ мм}^3/\text{мин} = 6{,}81 \cdot 10^{-7}/V_0 \text{ моль/л},$$

где V_0 — количество реакционной смеси, мл.

Радикалобразующую способность частиц износа рассчитывают как скорость инициирования ими окисления кумола по формуле (2) и выражают в молях на литр в секунду.

Результаты оценки радикалобразующей способности некоторых материалов по данному методу приведены в приложении А.

Приложение А
(справочное)

Радикалобразующая активность ортопедических материалов

Кинетические кривые поглощения кислорода при окислении кумола в присутствии частиц износа ряда ортопедических материалов изображены на рисунке А.1



Рисунок А.1 — Кинетика окисления кумола в присутствии различных частиц износа

Согласно графику поглощение кислорода в присутствии частиц износа в течение испытания является постоянным. В то же время скорость поглощения кислорода существенно зависит от материала частиц. Скорость инициирования, вычисленная по формуле (2), и относительная каталитическая способность различных частиц износа при окислении кумола, вычисленная по формуле (3), приведены в таблице А.1.

Таблица А.1 — Скорость инициирования и относительная каталитическая способность различных частиц износа

Показатель	Литейный сплав на основе кобальта	Нержавеющая сталь	Сплав на основе титана	Корундовая керамика
W_i, л/с	$3{,}3 \cdot 10^{-7}$	$5{,}8 \cdot 10^{-9}$	$6{,}9 \cdot 10^{-9}$	$6{,}1 \cdot 10^{-11}$
W_i / W_i^k	1,0	0,0176	0,0021	0,0002
Примечание — W_i^k — скорость инициирования частицами кобальтового сплава в молях на литр в секунду.				

По данным таблицы А.1 видно, что из изученных частиц наиболее активными являются частицы кобальта, значительно менее активны частицы других сплавов, а частицы корундовой керамики практически инертны[1)].

[1)] При определении были использованы частицы износа, полученные на трибометре Optimol SRV путем сухого трения шариков по дискам, изготовленным из соответствующих сплавов, при нагрузке 100 Н · м, амплитуде движений шарика 1,65 мм и частоте движений 10 Гц. Данный способ позволяет получить частицы износа различных сплавов размером 440—560 нм. Частицы износа керамики изготовлены путем раздавливания и измельчения кусочков керамики до размера 200—300 нм на универсальной испытательной машине Zwick-1464.

УДК 616—089.843:006.354 ОКС 11.040.40 Р22 ОКП 94 3800

Ключевые слова: ортопедические сплавы, имплантируемые материалы, свободные радикалы, частицы износа, скорость окисления, радикалобразующая активность, скорость инициирования

Редактор *Т.А. Леонова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.03.2007. Подписано в печать 19.04.2007. Формат 60 × 84 1/8. Бумага офсетная. Гарнитура Ариал.
Печать офсетная. Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 122 экз. Зак. 335. С 3933.

ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
Набрано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» на ПЭВМ.
Отпечатано в филиале ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ» — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru