

《外科植入物 羟基磷灰石 第 4 部分：涂层粘结强度的测定》

国家标准编制说明

一、工作简况

1.任务来源：

根据 2021 年 10 月 13 日国家标准委员会发布的《国家标准化委员会关于下达 2021 年第三批推荐性国家标准制计划及相关标准外文版计划的通知》(国标委发[2021]28 号)文件要求,国家标准《外科植入物 羟基磷灰石 第 4 部分:涂层粘结强度的测定》修订项目由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会归口,计划编号为:20214262-T-464,项目周期为 18 个月,完成年限为 2023 年 4 月,标准起草单位为:史赛克(北京)医疗器械有限公司等。参与单位为天津市医疗器械质量监督检验中心等。技术归口单位为全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会。

2.工作过程：

任务下达后,在全国外科植入物和矫形器械标委会的统筹安排下,于年初开始向全行业征集标准起草参与单位。2022 年 2 月 24 日通过网络会的形式组织召开 2022 年度外科植入物国家标准制修订启动会。启动会上项目负责人简要介绍了标准的修订背景、新旧标准的主要变化、标准验证重点、工作进度安排。各参与代表踊跃发言,表达参与标准起草、验证意愿,会后成立了该项目起草工作组,并于 2022 年 4 月形成了标准草案、编制说明和验证方案,并在起草工作组内征求意见。结合各单位的反馈意见,工作组于 2022 年 5 月 19 日召开了该项目的中期会,对标准草案进行了认真的校对和修改,其中对于施乐辉公司提出的在确定涂层粘结强度是否达标(即是否满足给定的接受标准)的情况下,原标准中所规定的有效结果判定原则是否适用的意见,工作组展开了充分的讨论,并在会后形成基本共识,即在试验结果符合给定的接受标准的情况下,应接受原 ISO 标准中认定为无效试验的结果,但就将此意见如何体现和落实在标准草案中的问题上,需与 ISO 相关委员会/起草人取得联系并确认 ISO 原文中对有效结果判定原则制定的根本原因,从而有针对性的完善本标准中的相应表述,为标准实施后相关情况的处理提供依据;也在便于标准使用的同时,避免标准的误解和误用。中期会后,起草负责人与技委会秘书处立即向 ISO 起草人进行了邮件咨询,但截至 7 月初仍未收到回复。在秘书处的建议下,起草负责人依据自身研发、检测经验得出的对 ISO 原文的理解,完善了草案中的相应表述,并于 2022 年 7 月 4 日将草案发送起草工作组进行公示,最终于 2022 年 7 月 8 日形成标准征求意见稿。后续工作组将继续尝试与 ISO 起草人取得联系,以印证上述理解。此外,在中期会后,确定了验证单位和任务分工,正式启动了标准验证工作。

二、标准编制原则和确定标准主要内容的依据

1.标准编制原则：

本标准按照 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》及 GB/T 1.2-2020《标准化工作导则 第 2 部分:以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》的要求进行编写。

2.确定标准主要内容的依据：

本标准作为试验方法标准，修改采用 ISO 13779-4:2018 中的内容进行编制，并结合验证情况、行业内共识、我国国情等因素，确定最终的标准主要内容。其中关于有效结果的判定原则，结合工作组内意见和共识，认为 ISO 原文中有效结果的判定原则主要适用于需要准确测量涂层粘结强度的场合，不完全适用于判定涂层粘结强度是否符合接受标准的场合。经对 ISO 原文的研判和解读，ISO 原文将所有不能排除粘结剂穿透涂层到达了基体可能性的试验全部作为无效试验处理（如在情况 b 涂层内断裂面发现粘结剂、情况 d 粘结剂内断裂，等等），但实际上，由于粘结工艺、涂层工艺的多样性，无论是在企业还是检测机构进行的此试验，不鲜出现上述 ISO 原文中应作为无效结果的失效模式（如情况 d 粘结剂内断裂，等等），但试验结果符合给定的接受标准（如实测值为 18 MPa，接受标准为 15 MPa），如按照 ISO 原文的规定，此试验将作废；但从技术角度分析，如果可以证明粘结剂未穿透涂层到达基体，即使失效模式发生在粘结剂处、或断裂面存在粘结剂，尽管该试验无法给出粘结强度的真实数值，但可以肯定的是涂层粘结强度大于 18 MPa，可以确认样品符合 15 MPa 的接受标准，试验结果应视为有效。基于上述论证和对 ISO 标准的理解，工作组在 ISO 原文的基础上，在草案中增加了相关表述，明确了用于判定样品是否符合接受标准的试验的有效结果判定原则，详见标准征求意见稿 4.3.3。

3. 标准的主要修订：

- 更改了适用范围，明确本标准适用于预期用于外科植入物金属基体部件羟基磷灰石涂层的粘结强度试验方法（见第 1 章，2008 年版的第 1 章）；
- 更改了术语和定义（见第 3 章；2008 年版的第 3 章）；
- 删除了加载组件的尺寸要求（见 4.2.2，2008 年版 4.2.2）；
- 更改了试验组件的尺寸要求（见 4.2.3，2008 年版 4.2.3）；
- 更改了粘结剂的要求（见 4.2.4，2008 年版 4.2.4）；
- 增加了试验样品数量的要求（见 4.3.1）；
- 增加了对被测涂层厚度的评价方法（见 4.3.2）；
- 删除了聚合物粘结剂的使用和测试组件的校直的要求（见 2008 版 4.4）；
- 更改了拉伸试验的加载速率（见 4.3.3，2008 年版 4.5）；
- 更改了有效结果的判定原则（见 4.3.3，2008 年版 4.5）。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果；

组织各验证单位根据验证方案对本标准进行试验验证，确保试验方法可靠性和可行性。验证单位名单如下：

史赛克（北京）医疗器械有限公司
天津市医疗器械质量监督检验中心
四川大学（四川医疗器械生物材料和制品检验中心）
广东省医疗器械质量监督检验所
苏州微创关节医疗科技有限公司
大博医疗科技股份有限公司
北京纳通医疗科技控股有限公司
国合通用测试评价认证股份公司

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比的情况。

本标准修改采用 ISO 13779-4:2018，为国际上现行版标准。本标准的修订可促进我国相关领域技术与国际的接轨，同时结合行业内共识、我国国情等因素，在进行充分调研和验证的基础上，补充了有效结果判定原则的相关要求，为相关企业、检测机构以及监管部门提供有力技术支撑。

五、与有关的现行法令、法规和强制性国家标准、行业标准的关系。

本标准与现行法令、法规和强制性国家标准、行业标准不冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、作为强制性行业标准或推荐性行业标准的建议。

本标准作为试验方法标准，建议按推荐性标准实施。

八、贯彻行业标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

建议在本标准发布后实施之前，由标委会组织召开标准宣贯会。为了标准使用者更好的理解和应用本标准，建议本标准自发布之日起后 12 个月开始实施。

九、废止现行有关标准的建议

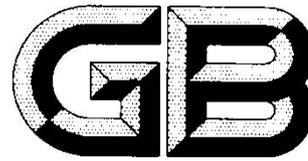
本标准将替代 GB/T 23101.4-2008《外科植入物 羟基磷灰石 第 4 部分：涂层粘结强度的测定》。

十、其他应予说明的事项

无。

《外科植入物 羟基磷灰石 第 4 部分：涂层粘结强度的测定》标准起草工作组

2022 年 7 月



中华人民共和国国家标准

GB/T 23101.4—XXXX
代替 GB/T 23101.4—2008

外科植入物 羟基磷灰石 第4部分：涂层 粘结强度的测定

Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion
strength

(ISO 13779-4:2018, MOD)

(草案)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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 羟基磷灰石涂层粘结强度的测定	1
5 羟基磷灰石涂层拉伸试验的试验报告	4
参考文献	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。

本文件是《外科植入物 羟基磷灰石》的第4部分。《外科植入物 羟基磷灰石》已经发布了以下部分：

- 第1部分：羟基磷灰石陶瓷；
- 第2部分：羟基磷灰石涂层；
- 第3部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征；
- 第4部分：涂层粘结强度的测定。
- 第6部分：粉末

本文件代替GB/T 23101.4—2008《外科植入物 羟基磷灰石 第4部分：涂层粘结强度的测定》，与GB/T 23101.4—2008相比，主要技术变化如下：

- 更改了适用范围，明确本标准适用于预期用于外科植入物金属基体部件羟基磷灰石涂层的粘结强度试验方法（见第1章，2008年版的第1章）；
- 更改了术语和定义（见第3章；2008年版的第3章）；
- 删除了加载组件的尺寸要求（见4.2.2，2008年版4.2.2）；
- 更改了试验组件的尺寸要求（见4.2.3，2008年版4.2.3）；
- 更改了粘结剂的要求（见4.2.4，2008年版4.2.4）；
- 增加了试验样品数量的要求（见4.3.1）；
- 增加了对被测涂层厚度的评价方法（见4.3.2）；
- 删除了聚合物粘结剂的使用和测试组件的校直的要求（见2008版4.4）；
- 更改了拉伸试验的加载速率（见4.3.3，2008年版4.5）；
- 更改了有效结果的判定原则（见4.3.3，2008年版4.5）；

本文件使用重新起草法修改采用ISO 13779-4:2018《外科植入物 羟基磷灰石 第4部分：涂层粘结强度的测定》。

本文件与ISO 13779-4:2018相比，存在如下技术差异：

- 增加了用于判定样品是否符合接受标准的试验的有效结果判定原则（见4.3.3）；
- 关于规范性引用文件，本文件做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第2章“规范性引用文件”中，具体调整如下：
 - 用修改采用国际标准的GB 4234.1代替了ISO 5832-1；
 - 用等同采用国际标准的GB/T 16825.1代替了ISO 7500-1；
 - 用等同采用国际标准的GB/T 23101.3代替了ISO 13779-3。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家药品监督管理局提出。

本文件由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会（SAC/TC 110）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件历次版本发布情况：

- GB/T 23101.4-2010。

引 言

羟基磷灰石作为一种骨修复材料，在外科植入物中的应用十分广泛。

GB (GB/T) 23101《外科植入物 羟基磷灰石》由国际标准ISO 13779系列标准转化而来，提供了羟基磷灰石陶瓷、羟基磷灰石涂层、羟基磷灰石粉末的性能要求及相关试验方法。

GB (GB/T) 23101现已发布5个部分，包括：

- 第1部分：羟基磷灰石陶瓷，旨在规范用作外科植入物的羟基磷灰石陶瓷的要求；
- 第2部分：羟基磷灰石涂层，旨在规范应用于金属和非金属外科植入物的羟基磷灰石陶瓷涂层的要求；
- 第3部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征，旨在提供羟基磷灰石材料，包括粉末、涂层或产品的化学分析、结晶度和相组成评估的测定方法。；
- 第4部分：涂层粘结强度的测定，旨在提供羟基磷灰石涂层粘结强度的测量方法；
- 第6部分：粉末，即本文件，旨在规范羟基磷灰石粉末原材料的要求。

由于ISO 13779-5空缺，第5部分暂时空缺。

本文件为第4部分，详细介绍了在干燥条件下初步测量涂层粘结性能的方法，目的是为了保证植入过程中涂层的最低力学性能。羟基磷灰石涂层旨在促进与骨的粘结与结合。因此，植入后在涂层的骨结合过程中，涂层中的机械应变和涂层的力学性能将随时间变化。ISO 13779-2中定义的最低性能要求是为了使涂层在植入过程中保持其形态（厚度、粗糙度等），并避免涂层在植入过程中的碎裂和剥落。

外科植入物 羟基磷灰石 第4部分：涂层粘结强度的测定

1 范围

本文件规定了预期用于外科植入物金属基体部件羟基磷灰石涂层的粘结强度试验方法。

本文件适用于羟基磷灰石涂层粘结强度的测定。

注：检测实验室能力的要求见ISO/IEC 17025。

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 4234.1 外科植入物 金属材料 第1部分：锻造不锈钢

注：GB 4234.1—2017 外科植入物 金属材料 第1部分：锻造不锈钢（ISO 5832-1:2007，MOD）

GB/T 16825.1 静力单轴试验机的检验 第1部分：拉力和（或）压力试验机 测力系统的检验与校准

注：GB/T 16825.1—2008 静力单轴试验机的检验 第1部分：拉力和（或）压力试验机 测力系统的检验与校准（ISO 7500-1:2004，IDT）

GB/T 23101.3 外科植入物 羟基磷灰石 第3部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征

注：GB/T 23101.3—XXXX 外科植入物 羟基磷灰石 第3部分：结晶度和相纯度的化学分析和表征（ISO 13779-3:2018，MOD）

ISO 5832-3 外科植入物 金属材料 第3部分：锻造钛6-铝4-钒合金（Implants for surgery — Metallic materials — Part 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy）

3 术语和定义

GB/T 23101.3界定的以及以下术语和定义适用于本文件。

3.1

粘结强度 adhesion strength

涂层与基体之间的界面或涂层内部的拉伸强度。

注：就本文件而言，粘结强度和内聚强度均以粘结强度表示。

4 羟基磷灰石涂层粘结强度的测定

4.1 原理

涂层粘结强度是通过施加一个单轴拉伸载荷于一个圆柱形试验组件上测定的，试验组件由一个羟基磷灰石涂层样品粘结一个未涂层的部件构成。

4.2 测试设备

4.2.1 力学试验机

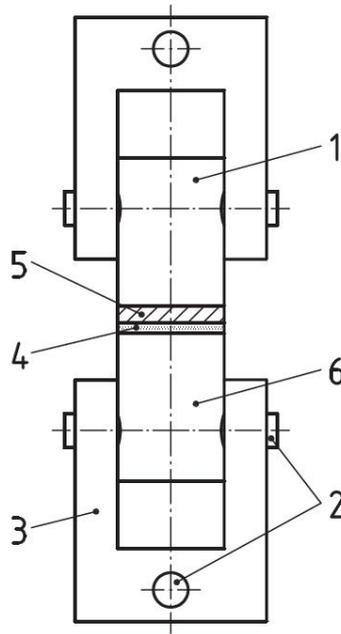
载荷能力不少于30 kN，精度为满量程读数的 $\pm 2\%$ 。施加的拉伸载荷应垂直于涂层平面。
测力系统的检验和校准应符合GB/T 16825.1。

4.2.2 加载组件

将试验机的载荷传递给试验组件的装置。

加载组件应保证试验组件的轴线与试验机的轴线不发生偏离，从而保证涂层测试平面垂直于加载轴。

图1为满足这些要求由轭架和销钉组合而成的加载组件实例之一。带涂层的试样和无涂层的对接部件分别由两个相互垂直的销钉固定，以最小化加载轴线的偏移。



标引序号说明：

- 1——带涂层的试样
- 2——销钉
- 3——轭架
- 4——粘结剂
- 5——涂层
- 6——对接部件

图 1 最小化加载轴线偏移的加载组件图

加载组件在使用前应进行检查，以确保正确安装且未损坏。

4.2.3 试验组件

试验组件的部件（带涂层的试样和对接部件）通过粘结剂粘结在一起。

对接部件应由符合GB 4234.1的不锈钢、符合ISO 5832-3的钛6-铝4-钒（Ti-6Al-4V）合金或与带涂层试样基体相同的材料制成。

带涂层的试样应为标称直径在24.8 mm至25.6 mm之间的棒。直径公差应小于0.2 mm。

注：仔细装夹试样，以最小化基体变形而导致的涂层应力效应，该效应可能对待测界面产生影响。

对接部件的直径应与带涂层试样的直径相同。可以将无涂层对接部件的粘结面进行粗糙处理以助于粘结。

所有试验样品和试验组件应小心轻放，并保持清洁，因为涂层粘结界面上的污染物（如油和碎屑）可能会影响试验结果。

4.2.4 粘结剂

粘结剂的粘合强度应至少比涂层的粘结强度大5 MPa。

注：由于羟基磷灰石涂层含有孔隙，因此必须仔细操作涂层并选择粘性足够强的粘结剂，确保粘结剂不会穿透涂层到达基体。粘结剂的粘度、粘结剂与涂层的湿润角，以及涂层中孔隙的数量、大小和分布将影响粘结剂渗透的机率。

4.3 试验方法

4.3.1 试验样品的数量

至少应获得10个有效结果。

4.3.2 带涂层试样的制备

除非制造商给出特殊理由，所有试样均应使用与常规植入物部件生产方法相同的方法进行制备，包括初始粉末、基体材料、生产设施、基体表面工艺、涂层工艺参数、清洁和灭菌。

ISO 13779-2提供了有关试样涂层厚度的信息。应通过无损方法（例如，涡流、千分尺或与ASTM F1854所得结果有相关性的其他合适方法）来测量每个带涂层试样上的涂层厚度。

如果可以证明以相同方法沉积的较厚涂层作为最差情况的合理性，则可以使用厚度大于标准产品所用厚度的涂层来测试涂层强度。较厚的涂层可以减轻较薄涂层的粘结剂渗透对试验结果的不良影响。

4.3.3 步骤

将试验组件装配在拉伸试验机的夹具中，使其长轴与所施加拉伸载荷的方向一致。以恒定的加载速度（ 2.5 ± 0.5 ）mm/min施加拉伸载荷，直到部件完全分离。记录施加的最大载荷，精确到100 N。

注：尽管选择的粘结剂的粘合强度（两个金属试样之间进行试验时）大于涂层的粘结强度，但当采用该粘结剂粘结金属对接面和羟基磷灰石涂层时，情况可能并非如此。这可能是由于粘结剂对羟基磷灰石较差的润湿效果所致。

应用显微照片记录失效模式，且失效模式应分为：

- a) 于基体和涂层之间的界面失效，
- b) 于涂层内失效，
- c) 于涂层和粘结剂之间的界面失效，
- d) 于粘结剂内失效，
- e) 或上述类型的组合。

一旦确定了失效模式，应对显微照片注释所识别出的失效模式的示例。

情况a) 和b)

有效试验的失效应发生在基体和涂层之间的界面或涂层内。任何一个断裂面上存在粘结剂都应视为无效。但如果试验结果符合规定的接受标准，且可以提供证据或理由证明粘结剂没有穿透涂层到达基体，可作为有效试验。

情况c) 和d)

如果失效仅发生在粘结剂内部或涂层与粘结剂之间的界面，则此试样的试验结果应视为无效。但如果试验结果符合规定的接受标准，且可以提供证据或理由证明粘结剂没有穿透涂层到达基体，可作为有效试验。

情况e)

若为混合失效模式，则仅当失效模式a) 和b) 混合时试验结果有效。如果试验结果符合规定的接受标准，且可以提供证据或理由证明粘结剂没有穿透涂层到达基体，则无论为何种混合失效模式，亦可作为有效试验。应记录每种失效模式的比例。

4.4 涂层粘结强度的计算

应使用公式（1）计算每个试样的涂层粘结强度 σ （以兆帕为单位）：

$$\sigma = \frac{F}{A} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

F 为最大载荷，单位为牛顿（N）；

A 为带涂层试样的横截面积，单位为平方毫米（mm²）。

应计算有效试验中带涂层试样的粘结强度的平均值和标准偏差。

5 羟基磷灰石涂层拉伸试验的试验报告

以下信息应纳入试验报告中：

- a) 参考的本文件（包括出版年代）；
- b) 检测实验室的名称、地址和资质认证；
- c) 粘结剂和无涂层对接面的材料信息。无涂层对接面的粘结表面进行的任何表面处理的详细信息；
- d) 使用的粘结剂；
- e) 用于制造涂层试样的方法的详细信息或与带涂层试样相关的任何形式的信息，例如日期和批号；
- f) 测量涂层厚度的方法（见 4.3.2）；
- g) 检测的试样数量；
- h) 对于每个检测的试样，请详细说明以下内容：
 - 1) 涂层厚度；
 - 2) 粘结强度；
 - 3) 失效模式和每个断裂表面的显微照片，并带有适当的比例尺（见4.3.3）；
 - 4) 试验被视为有效还是无效；
 - 5) 结果无效时，给出理由（见4.3.3）；
- i) 对于有效结果，详细说明带涂层试样的以下粘结强度值：平均值和标准偏差（见 4.4）。

参 考 文 献

[1] ISO 13779-2, Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 2: Thermally sprayed coatings of hydroxyapatite

[2] ASTM F1854, Standard Test Method for Stereological Evaluation of Porous Coatings on Medical Implants

[3] ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
