

推荐性国家标准项目建议书

中文名称	外科植入物 羟基磷灰石 第 4 部分：涂层粘结强度的测定		
英文名称	Implants for surgery -- Hydroxyapatite -- Part 4: Determination of coating adhesion strength		
制定/修订	<input type="checkbox"/> 制定 <input checked="" type="checkbox"/> 修订	被修订标准号	GB/T 23101.4-2008
采用国际标准	<input type="checkbox"/> 无 <input checked="" type="checkbox"/> ISO <input type="checkbox"/> IEC <input type="checkbox"/> ITU <input type="checkbox"/> ISO/IEC <input type="checkbox"/> ISO 确认的标准	采用程度	<input type="checkbox"/> 等同 <input checked="" type="checkbox"/> 修改 <input type="checkbox"/> 非等效
采标号	ISO 13779-4:2018	采标名称	Implants for surgery -- Hydroxyapatite -- Part 4: Determination of coating adhesion strength
标准类别	<input type="checkbox"/> 安全 <input type="checkbox"/> 卫生 <input type="checkbox"/> 环保 <input type="checkbox"/> 基础 <input checked="" type="checkbox"/> 方法 <input type="checkbox"/> 管理 <input type="checkbox"/> 产品 <input type="checkbox"/> 其他		
ICS	11.040.40		
上报单位	全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会		
技术归口单位 (或技术委员会)	全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会		
主管部门	国家药品监督管理局		
起草单位	史赛克（北京）医疗器械有限公司等		
项目周期	<input type="checkbox"/> 12个月 <input checked="" type="checkbox"/> 24个月		
是否采用快速程序	<input type="checkbox"/> 是 <input checked="" type="checkbox"/> 否	快速程序代码	<input type="checkbox"/> B1 <input type="checkbox"/> B2 <input type="checkbox"/> B3 <input type="checkbox"/> B4 <input type="checkbox"/> C3
经费预算说明	经费总额 40.4 万（资料费 1 万，起草费 2 万，试验费 5 万，差旅费 3 万，咨询费 2 万，验证费 20 万，会议费 4 万，审查费 2.4 万，其他 1 万），其中国拨经费 10 万，自筹经费 30 万。当国家补助经费达不到预算要求时，能确保项目按时完成。		
目的、意义	羟基磷灰石（HA）涂层因其良好的机械性能和生物相容性，已被广泛应用于临床，如 HA 涂层的髋关节假体、牙种植体等。尤其对于髋关节假体，经 20 多年的临床实践证实，HA 涂层的非骨水泥髋关节假体可促进早期骨长入，使植入物获得更好的早期稳定性及更持久的生物学稳定性。然而，HA 涂层在植入过程中经常面临脱落、失效等风险，HA 涂层的力学性能的不足是引发此类风险的重要因素之一。因此，制定 HA 涂层应满足的力学要求及其对应的验方法是保证涂层预期性能的重要前提。		

范围和主要技术内容	范围：本标准规定了应用于金属基体外科植入物部件羟基磷灰石涂层粘结强度的测量方法。主要技术内容：术语和定义、羟基磷灰石涂层粘结强度的测定（包括仪器、检测方法、涂层粘结强度的计算等）、羟基磷灰石涂层拉伸试验报告等。		
国内外情况简要说明	目前 HA 涂层在外科植入物中的应用十分广泛，且随着临床应用及相关研究的逐渐加深，国际上对 HA 涂层的认识和要求也随之发生变化。目前国际上关于 HA 涂层粘结强度试验方法的现行标准为 ISO 13779-4:2018，并与 ISO 13779-2:2018 配套使用。国内目前现行的标准为 GB 23101.4-2008（ISO 13779-4:2002, IDT），即此次等同转化国际标准的上一版本。因此，为推动国内本领域的技术发展，满足相关企业及监管机构的技术和监管需求，建议将 ISO 13779-4:2018 等同转化为国内标准。		
有关法律法规和强制性标准的关系	本标准不与现有法律、法规和强制性标准相抵触。本标准现行版本为推荐性标准，被 GB 23101.2-2008 规范性引用。GB 23101.2 目前被 YY 0118-2016 及 YY 0502-2016 规范性引用。		
标准涉及的产品清单	股骨柄、髌臼假体、牙种植体、羟基磷灰石涂层金属骨针、带 HA 涂层脊柱动力型非融合内固定螺钉等		
是否有国家级科研项目支撑	<input type="checkbox"/> 是 <input checked="" type="checkbox"/> 否	科研项目编号及名称	
是否涉及专利	<input type="checkbox"/> 是 <input checked="" type="checkbox"/> 否	专利号及名称	
是否由行标或地标转化	<input type="checkbox"/> 是 <input checked="" type="checkbox"/> 否	行地标标准号及名称	
备注	委员总数 33 人，投票人数 33 人，赞成 33 票，赞成率 100%		

填写说明：

1. 非必填项说明

- 1) 采用国际标准为“无”时，“采用程度”、“采标号”、“采标名称”无需填写；
- 2) 不采用快速程序，“快速程序代码”无需填写；
- 3) 无国家级科研项目支撑时，“科研项目编号及名称”无需填写；
- 4) 不涉及专利时，“专利号及名称”无需填写；
- 5) 不由行地标转化时，“行地标标准号及名称”无需填写。

2. 其它项均为必填。其中经费预算应包括经费总额、国拨经费、自筹经费的情况，并需说明当国家补助经费达不到预算要求时，能否确保项目按时完成。

3. ICS 代号可从委网站公布的“ICS 分类号”文件中获得，下载地址为：

<http://www.sac.gov.cn/bsdt/xz/201011/P020130408501048214251.pdf>。

2. 备注中必须注明项目投票情况，格式为“技术委员会委员总数/参与投票人数/赞成票数”。

省级质监局申报的项目还应注明与归口技术委员会或归口单位的协调情况。

外科植入物羟基磷灰石

第 4 部分：涂层粘结强度的测定 草案

目录	页码
引言.....	2
1 范围.....	3
2 规范性引用文件.....	3
3 术语和定义.....	3
4 羟基磷灰石涂层粘结强度的测定.....	3
4.1 原理.....	3
4.2 测试设备.....	4
4.2.3 试验组件.....	4
4.2.4 粘结剂.....	5
4.3 试验方法.....	5
4.3.1 试验样品的数量.....	5
4.3.2 带涂层试样的制备.....	5
4.3.3 步骤.....	5
4.4 涂层粘结强度的计算.....	6
5 羟基磷灰石涂层拉伸试验的试验报告.....	6

引言

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。本文档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。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。

1 范围

本文件规定了预期用于金属基体外科植入物部件羟基磷灰石涂层粘结强度的试验方法。

注：检测实验室能力的要求见 ISO/IEC 17025。

2 规范性引用文件

本文中引用以下文件，其部分或全部内容构成本文件的要求。凡是注明日期的引用文件，仅注明日期的版本适用于本文件。凡是未注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修订）适用于本文件。

ISO 5832-1, *外科植入物-金属材料-第1部分：锻造不锈钢*

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*

ISO 7500-1, *金属材料-静态单轴试验机的校准和验证-第1部分：拉伸/压缩试验机-力测量系统的校准和验证*

ISO 13779-3, *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*

3 术语和定义

ISO 13779-3 中及以下术语和定义适用于本文件。

3.1

粘结强度

涂层与基体之间的界面或涂层内部的拉伸强度

注 1：就本文档而言，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

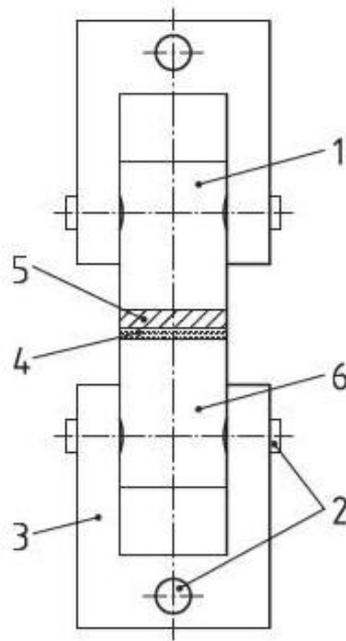
4.2.1 力学试验机，载荷能力不少于 30 kN，精度为满刻度读数的 $\pm 2\%$ 。施加的拉伸载荷应垂直于涂层平面。

测力系统的验证和校准应符合 ISO 7500-1。

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。被涂层的试样和未涂层的部件每一个均由两个垂直的销钉固定，以使对轴向载荷的偏离最小。



图例

- 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 —使偏离轴向加载最小的加载组件图

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

试验组件的各个部件（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 ISO 5832-1 的不锈钢、符合 ISO 5832-3 的 Ti6Al4V 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：小心夹住试样，以将基体变形而导致的涂层应力效应降至最低，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。可以将无涂层对接面进行粗糙处理以帮助粘结。所有试验样品和试验组件应小心轻放，并保持清洁，因为试验结果可能会受到污染（例如涂层粘结界面上的油和碎屑）的影响。

4.2.4 粘结剂

粘结剂的粘结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，因此必须通过小心对涂层的操作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。粘结剂的粘度和与涂层的接触角，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 个带涂层试样的有效结果。

4.3.2 带涂层试样的制备

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、生产设施、基体表面工艺、涂层工艺参数、清洁和灭菌，除非制造商给出特殊理由。

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）来评估每个带涂层试样上的涂层厚度。

如果可以证明沉积方法相同以及较厚的涂层可以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所带来的不良试验结果。

4.3.3 步骤

将试验组件放置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 100N。

注：尽管选择的粘结剂的粘结强度（两个金属试样之间进行试验时）大于涂层强度，但当粘结剂位于金属对接面和羟基磷灰石涂层之间时，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中。任何一个断裂面上存在粘结剂都应视为无效。

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，则此试样结果应视为无效。

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。在这种情况下，应记录每种失效模式的比例。

4.4 涂层粘结强度的计算

使用以下公式计算每个试样的涂层粘结强度 σ （以兆帕为单位）：

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

其中

F 为最大载荷，单位是牛顿；

A 为带涂层试样的横截面积，单位为 mm^2 。

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（参见 [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（参见 [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（参见 [4.4](#)）；