ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 5834-4— 2015

Имплантаты для хирургии

ПОЛИЭТИЛЕН СВЕРХВЫСОКОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ

Часть 4

Метод измерения индекса окисления

ISO 5834-4:2005
Implants for surgery — Ultra-high molecular weight polyethylene — Part 4: Oxidation index measurement method
(IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Автономной некоммерческой организацией «Институт медико-биологических исследований и технологий» (АНО «ИМБИИТ») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 422 «Оценка биологического действия медицинских изделий»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 20 марта 2015 г. № 147-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 5834-4:2005 «Имплантаты для хирургии. Полиэтилен сверхвысокой молекулярной массы. Часть 4. Метод измерения показателя окисления» (ISO 5834-4:2005 «Implants for surgery — Ultra-high molecular weight polyethylene — Part 4: Oxidation index measurement method», IDT).

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 годовом (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном 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 (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2016

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 применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Исследуемые образцы 3
5 Материалы и приборы 3
6 Значение и применение 3
7 Процедура 3
8 Вычисления 4
9 Отчеты 5
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации 6
Библиография 7

Введение

ИСО (Международная Организация Стандартизации) является всемирной федерацией органов национальных стандартов (организаций — членов ИСО). Работа по подготовке международных стандартов обычно проводится через технические комитеты ISO. Каждая организация-член, заинтересованная в предмете, для которого создавался технический комитет, имеет право быть представленной в этом комитете. Международные организации, как государственные, так и негосударственные, также принимают участие в работе во взаимодействии с ИСО. ИСО тесно сотрудничает с Международной Электротехнической Комиссией (МЭК) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ИСО/МЭК, часть 2.

Основной задачей технических комитетов является подготовка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, распространяются организациям-членам для голосования. Публикация в качестве международного стандарта требует одобрения по меньшей мере 75 % организаций-членов с правом голоса.

Необходимо обратить внимание на возможность того, что некоторые элементы данного документа могут являться предметом патентообладания. ИСО снимает с себя ответственность за выявление каких-либо таковых патентных прав.

ИСО 5834-4 был подготовлен Техническим комитетом ИСО/ТК 150, Хирургические имплантаты, Подкомитет SC 1, Материалы.

ИСО 5834 состоит из следующих частей под общим заглавием «Хирургические имплантаты. Полиэтилен сверхвысокой молекулярной массы»:

Часть 1 — Порошкообразный

Часть 2 — Литейные формы

Часть 3 — Методика ускоренного старения

Часть 4 — Метод измерения показателя окисления

Часть 5 — Метод оценки морфологии.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Имплантаты для хирургии

ПОЛИЭТИЛЕН СВЕРХВЫСОКОЙ МОЛЕКУЛЯРНОЙ МАССЫ

Часть 4

Метод измерения индекса окисления

Implants for surgery. Ultra-high molecular weight polyethylene.
Part 4. Oxidation index measurement method

Дата введения — 2016— 03—01

1 Область применения

Настоящий стандарт определяет метод измерения относительной степени окисления полиэтилена сверхвысокой молекулярной массы (UHMWPE).

Настоящий стандарт применяется к полиэтилену сверхвысокой молекулярной массы (UHMWPE), предназначенному для применения в качестве хирургических имплантатов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы следующие ссылки на международные стандарты. При датированной ссылке применимо только указанное издание. При ссылке без даты применимо последнее издание указанного документа, включая все поправки.

ISO 5834-2, Implants for surgery — Ultra-high-molecular-weight polyethylene — Part 2: Moulded forms (Имплантаты для хирургии. Полиэтилен ультравысокой молекулярной массы. Часть 2. Литейные формы)

ISO 11542-1, Plastics — Ultra-high-molecular-weight polyethylene (PE-UHMW) moulding and extrusion materials. Part 1. Designation system and basis for specifications (Пластмассы. Полиэтилен со сверхвысокой молекулярной массой для формования и экструзии. Часть 1. Система обозначения и основа для составления технических условий)

ISO 11542-2, Plastics — Ultra-high-molecular-weight polyethylene (PE-UHMW) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties (Пластмассы. Полиэтилен со сверхвысокой молекулярной массой для формования и экструзии. Часть 2. Подготовка испытательных образцов и определение свойств)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины с соответствующими определениями, приведенные в ИСО 11542-1 и ИСО 11542-2, а также следующие:

3.1 **размер апертуры (L_a):** Длина и ширина прямоугольной апертуры или диаметр круглой апертуры, используемой в ИК спектрометре для спектральных измерений.

3.2 **общий индекс окисления ($I_{ox,b}$):** Средняя величина индексов окисления, измеренных в диапазоне 1,5 мм вблизи центра профиля окисления образца (для образца).

Издание официальное

Примечание — Типичная величина измеряется для участка плато с наименьшими индексами окисления. Для образцов толщиной менее чем 8—10 мм эта центральная область может иметь наивысшие индексы окисления в зависимости от состояния окисления образца.

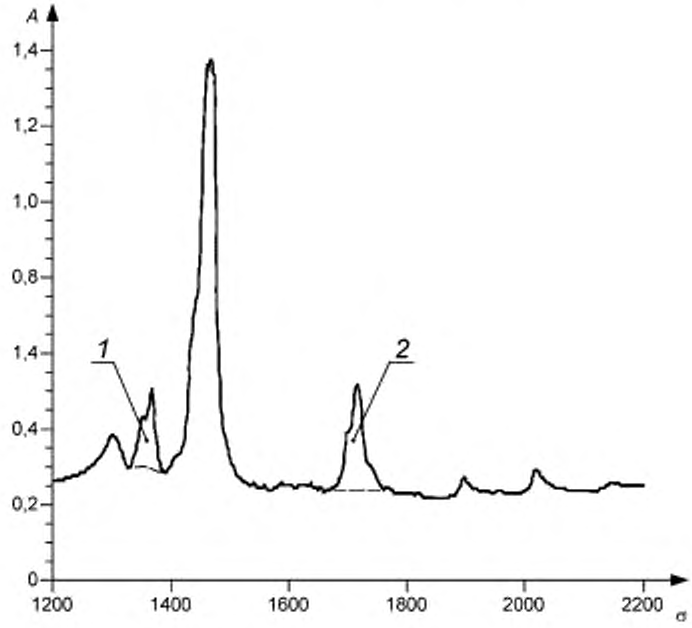
3.3 **локатор глубины (d_i):** Измерение среднего расстояния от исследуемой поверхности образца или интересующей нас поверхности, на которой был измерен спектр и вычислена величина I_{ox}.

3.4 **размер инкремента (L_i):** Расстояние между двумя прилегающими областями на испытываемой пленке, где последовательно измеряются ИК спектры.

Примечание — Это расстояние обычно является постоянной величиной для конкретного исследуемого образца.

3.5 **нормализованная площадь пика (A_{norm}):** Общая площадь нормализованного(ых) пика(ов) между 1330 $см^{-1}$ и 1396 $см^{-1}$.

Примечание — Эта область определяется как область между базовой линией и спектральной, как показано на рисунке 1.



A — поглощение; σ — волновое число, $см^{-1}$;
1 — площадь пика для нормировки, A_{norm} (1370 $см^{-1}$); 2 — площадь пика окисления, A_{ox}

Рисунок 1 — Типичные Фурье ИК спектры окисленного ультравысокомолекулярного полиэтилена, иллюстрирующие расчет индекса окисления, основанный на площади, используя нормировку по пику при 1370 $см^{-1}$

$$I_{ox} = A_{ox}/A_{norm}$$

3.6 **окисление:** Присоединение кислорода к молекуле (например, UHMWPE) посредством химической ковалентной связи.

3.7 **индекс окисления (I_{ox}):** Отношение площади пика (пиков) поглощения между 1650 $см^{-1}$ и 1850 $см^{-1}$ (A_{ox}) к площади пика (пиков) поглощения между 1330 $см^{-1}$ и 1396 $см^{-1}$ (A_{norm}).

Примечание — См. рисунок 1.

3.8 **профиль индекса окисления:** Графическое выражение изменения индекса окисления образца в зависимости от расстояния до определенной или интересуемой поверхности.

Примечание — Это график зависимости I_{ox} от d_i. Обычно график демонстрирует профиль по всей толщине образца.

3.9 **площадь пика окисления (A_{ox}):** Общая площадь пика (пиков) поглощения между 1650 $см^{-1}$ и 1850 $см^{-1}$.

Примечание — Эта величина вычисляется как площадь между базисной линией и спектральной линией образца, как показано на рисунке 1.

3.10 **индекс окисления поверхности ($I_{ox,s}$):** Средняя величина индекса окисления определенной или интересующей поверхности на глубину 3 мм приповерхностного слоя (для образца).

4 Исследуемые образцы

Исследуемые образцы должны быть получены из формованного материала на основе ультравысокомолекулярного полиэтилена и классифицированы как тип 1, тип 2 или тип 3 в соответствии с ИСО 5834-2.

Примечание — Готовые изделия ультравысокомолекулярного полиэтилена в этом случае не должны содержать светостабилизаторов и поэтому нуждаются в защите от ультрафиолетового излучения.

5 Материалы и приборы

5.1 Материалы

Исследуемые образцы для измерений индекса окисления должны быть получены из формованного ультравысокомолекулярного полиэтилена в соответствии с требованиями ИСО 5834-2.

5.2 Приборы

5.2.1 Инфракрасный спектрометр, калиброванный, способный записывать спектр пропускания или поглощения в диапазоне от около 1200 $см^{-1}$ до около 2000 $см^{-1}$, используя пленки толщиной от 0,15 мм до 0,25 мм с разрешением в 4 $см^{-1}$ и апертурой около 0,2 мм × 0,2 мм. Рекомендуемый размер инкремента составляет 0,2 мм.

Другие способы измерения [например, спектры отражения, нарушенное полное внутреннее отражение (МНПВО), и т. д.] и другие значения апертуры и величины инкремента могут быть использованы для получения спектра поглощения образца при условии, что они дадут достаточно эквивалентные результаты. Слишком большая апертура может привести к потере точности профиля измерения.

При использовании инфракрасного спектрометра с Фурье-преобразованием (Фурье-ИК), необходимо использовать как минимум 32 сканирования при измерении каждого спектра. Прибор Фурье-ИК и камера для образца должны быть обработаны инертным газом, не содержащим паров воды или углекислого газа (например, азотом, гелием или аргоном) для сведения к минимуму спектральных помех от этих компонентов.

5.2.2 Держатель образца должен быть устроен так, чтобы точно позиционировать образец перед апертурой.

5.2.3 Микротом, состоящий из оборудования, способного производить срезы (пленки) образца толщиной от 0,15 до 0,25 мм перпендикулярно к поверхности образца или интересующей поверхности.

6 Значение и применение

Методы, описанные в настоящем стандарте, могут быть использованы для измерения индексов окисления ультравысокомолекулярного полиэтилена в условиях реального времени, таких как старение в процессе хранения и после имплантации и быстрых окислительных процессов.

7 Процедура

7.1 Приготовление исследуемых образцов

Используя микротом или другое соответствующее устройство, подготовьте тонкий срез образца толщиной от 0,15 до 0,25 мм.

Срез обычно берется рядом с центром поверхности образца или интересующей поверхности.

Направление среза обычно является перпендикулярным к поверхности образца или интересующей поверхности.

7.2 Конфигурация исследуемого образца в спектрометре

Исследуемая пленка (срез) сначала устанавливается в спектрометре (после того как был измерен соответствующий фоновый спектр), так что апертура расположена на расстоянии 0,2 мм от поверхности пленки. Последующие спектры измеряются последовательно с шагом около 0,2 мм вдоль всей ширины пленки. Можно использовать и больший шаг, но слишком большой размер шага может привести к потере точности профиля.

7.3 Подготовка инфракрасного спектрометра

Подготовьте инфракрасный спектрометр к измерению спектра пропускания или поглощения тонкой пленки образца UHMWPE согласно рекомендациям производителя и условиям, описанным в 7.1.

Проведите измерения спектров в последовательности, описанной в 7.2.

8 Вычисления

8.1 Общая часть

Результаты, полученные после следующих вычислений, могут быть полезными при описании окислительных свойств образца или при сравнении окислительных свойств одного образца с другим.

8.2 Площадь пика окисления

Для каждого спектра поглощения рассчитайте общую площадь под пиком поглощения между 1650 $см^{-1}$ и 1850 $см^{-1}$ (рисунок 1, A_{ox}). Это площадь под пиком поглощения образца и над базисной линией, проведенной между теми же начальными и конечными точками, а именно: 1650 $см^{-1}$ и 1850 $см^{-1}$.

8.3 Площадь нормализованного пика

Для каждого спектра поглощения рассчитайте общую площадь под пиком поглощения между 1330 $см^{-1}$ и 1396 $см^{-1}$ (рисунок 1, A_{norm}). Это площадь под пиком поглощения образца и над базисной линией, проведенной между теми же начальными и конечными точками, а именно: 1330 $см^{-1}$ и 1396 $см^{-1}$.

8.4 Индекс окисления

Для каждого спектра поглощения рассчитайте величину I_{ox} путем деления площади пика окисления (8.1) на площадь нормализованного пика (8.2), как показано на рисунке 1.

8.5 Локатор глубины

Вычислите среднее расстояние от поверхности образца (d_i) для каждого спектра с соответствующим значением I_{ox}, используя следующее уравнение:

$$d_i = 0{,}5L_a + nL_i,$$

где L_a — размер апертуры в микрометрах в пошаговом направлении;

n — количество шагов (инкрементов), на которое апертура сдвигается от начального положения вдоль поверхности образца;

L_i — размер шага в микрометрах.

Примечание — Поглощение, записанное прибором, соответствует площади апертуры, освещенной пучком ИК-излучения. Фактор $0{,}5L_a$ в уравнении позволяет вычислить позицию центра апертуры относительно начальной точки или края пленки образца.

8.6 Индекс окисления поверхности образца

Рассчитайте $I_{ox,s}$ образца путем вычисления средней величины индексов окисления образца (I_{ox}) для значений локатора глубины (d_i) между 0 и 3 мм.

Примечание — Максимальное окисление наблюдается в ближайшем к поверхности образца слое толщиной 3 мм, который испытывает максимальные нагрузки при его использовании в реальном времени. Измерение величины $I_{ox,s}$ является одним из способов представить окисленное состояние образца для этой существенной области.

8.7 Общий индекс окисления образца

Рассчитайте $I_{ox,b}$ образца путем вычисления средней величины индексов окисления образца (I_{ox}), для участка длиной 1,5 мм в центре материала.

9 Отчеты

9.1 Общая часть

Важно отметить все детали, касающиеся подготовки исследуемых образцов, происхождения материала и рабочих параметров спектрометра. Отметьте следующую минимальную информацию в 9.2—9.8.

9.2 Информация, относящаяся к материалу

Необходимо отметить тип полимера и номер партии полимера, а также метод или методы его получения, а также указать производителя и номер партии от производителя. Необходимо также отметить какие-либо особые виды обработки после получения, например, прессование (ГИП), закаливание, стерилизацию, сшивку, стабилизацию, ускоренное старение, а также условия хранения.

9.3 Информация об образце

Каждый образец должен быть четко помечен как ортопедический имплантат или эксплантат или как лабораторный пробный образец. Общая геометрия образца должна быть четко описана, с указанием ориентации пленки пробного образца относительно его геометрии. Необходимо отметить какие-либо последующие особые виды обработки исследуемого образца, например, закаливание, стерилизация, сшивка, стабилизация, ускоренное старение, а также условия хранения.

В отчете необходимо отметить толщину и общую ширину исследуемой пленки, а также какие-либо последующие особые виды обработки исследуемых пленок, например, закаливание, стерилизация, сшивка, стабилизация, ускоренное старение, механическая обработка и условия хранения.

9.4 Параметры инфракрасного спектрометра

Необходимо включить в отчет производителя и номер модели спектрометра, а также параметры апертуры, размер инкремента, спектральное разрешение и количество сканирований для одного образца.

9.5 Методы вычисления

Методы, использованные для вычисления каких-либо приведенных профилей I_{ox}, $I_{ox,s}$, $I_{ox,b}$, и I_{ox}, должны быть четко описаны.

9.6 Рассчитанный индекс окисления поверхности образца

Необходимо внести в отчет индекс окисления поверхности для каждого образца.

9.7 Рассчитанный общий индекс окисления образца

Необходимо внести в отчет общий индекс окисления каждого образца.

9.8 Рассчитанный профиль индекса окисления образца

Необходимо внести в отчет рассчитанный профиль индекса окисления для каждого образца.

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 5834-2	—	*
ИСО 11542-1	—	*
ИСО 11542-2	—	*

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Библиография

[1] ИСО 5834-1:2005 Имплантаты для хирургии. Полиэтилен сверхвысокой молекулярной массы. Часть 1. Порошкообразный (ISO 5834-1, Implants for surgery — Ultra-high molecular weight polyethylene — Part 1: Powder form)

[2] ИСО 5834-3:2005 Имплантаты для хирургии. Полиэтилен ультравысокой молекулярной массы. Часть 3. Методика ускоренного старения (ISO 5834-3, Implants for surgery — Ultra-high molecular weight polyethylene — Part 3: Accelerated ageing methods)

[3] ИСО 14242 (все части) Имплантаты хирургические. Износ полных протезов тазобедренных суставов [ISO 14242 (all parts), Implants for surgery — Wear of total hip-joint prostheses]

[4] ИСО 14243 (все части) Имплантаты хирургические. Износ полных протезов коленного сустава [ISO 14243 (all parts), Implants for surgery — Wear of total knee-joint prostheses]

УДК 678.742:543.813:006.354 ОКС 11.040 ОКП 93 9800

Ключевые слова: имплантат, индекс окисления, полиэтилен сверхвысокой молекулярной массы

Редактор *К.В. Колесникова*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 29.02.2016. Подписано в печать 21.03.2016. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,40. Уч.-изд. л. 1,05. Тираж 30 экз. Зак. 784.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru