

---

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](http://www.gost.ru))*

## 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.

## 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).

**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 ( $d$ ):** 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  $1330\text{ см}^{-1}$  и  $1396\text{ см}^{-1}$ .

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

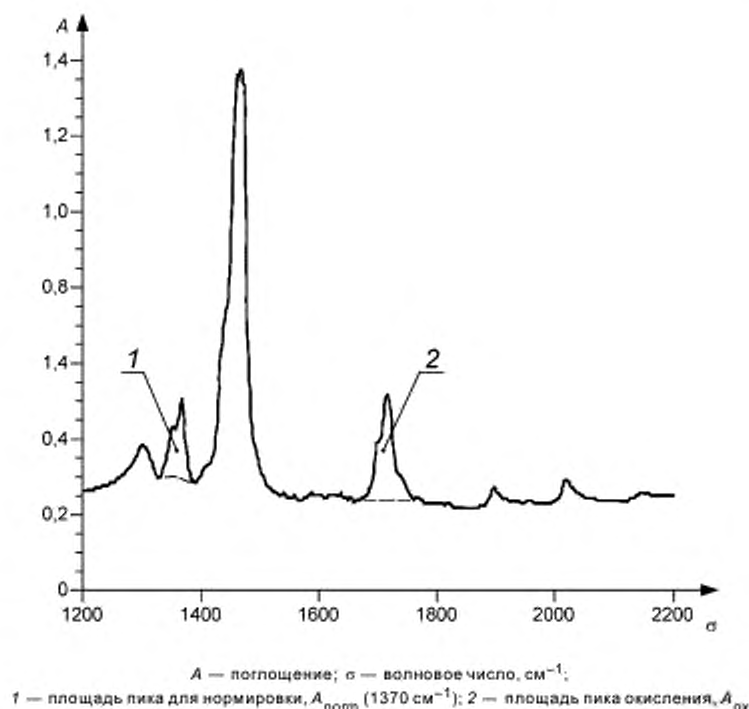


Рисунок 1 — Типичные Фурье ИК спектры окисленного ультравысокомолекулярного полиэтилена, иллюстрирующие расчет индекса окисления, основанный на площади, используя нормировку по пику при  $1370\text{ см}^{-1}$

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

**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  $1650\text{ см}^{-1}$  и  $1850\text{ см}^{-1}$  ( $A_{ox}$ ) к площади пика (пиков) поглощения между  $1330\text{ см}^{-1}$  и  $1396\text{ см}^{-1}$  ( $A_{norm}$ ).

**Примечание** — См. рисунок 1.

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

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

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

**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 ультра-высокомолекулярного 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  $1200\text{ см}^{-1}$  до около  $2000\text{ см}^{-1}$ , используя пленки толщиной от  $0,15\text{ мм}$  до  $0,25\text{ мм}$  с разрешением в  $4\text{ см}^{-1}$  и апертурой около  $0,2\text{ мм} \times 0,2\text{ мм}$ . Рекомендуемый размер инкремента составляет  $0,2\text{ мм}$ .

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  $0,15\text{ мм}$  до  $0,25\text{ мм}$  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  $0,15\text{ мм}$  до  $0,25\text{ мм}$ .

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<sup>-1</sup> и 1850 см<sup>-1</sup> (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<sup>-1</sup> и 1850 см<sup>-1</sup>.

## 8.3 Площадь нормализованного пика

Для каждого спектра поглощения рассчитайте общую площадь под пиком поглощения между 1330 см<sup>-1</sup> и 1396 см<sup>-1</sup> (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<sup>-1</sup> и 1396 см<sup>-1</sup>.

## 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:

$$d_i = 0,5L_a + nL_s$$

где  $L_a$  — размер апертуры в микрометрах в поперечном направлении;

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

$L_s$  — размер шага в микрометрах.

**Примечание** — Поглощение, записанное прибором, соответствует площади апертуры, освещенной пучком ИК-излучения. Фактор 0,5 $L_a$  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]

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  $\frac{1}{8}$ . 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](http://www.gostinfo.ru) [info@gostinfo.ru](mailto:info@gostinfo.ru)