
**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И
СЕРТИФИКАЦИИ (МГС)**

**INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND
CERTIFICATION (ISC)**

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ
СТАНДАРТ**

**ГОСТ
31617–
2012**

ИМПЛАНТАТЫ ДЛЯ ХИРУРГИИ

**Метод определения радикалообразующей активности
частиц износа имплантируемых материалов**

Издание официальное

**Москва
Стандартинформ
2013**

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным унитарным предприятием «Всероссийский научно-исследовательский институт стандартизации и сертификации в машиностроении» (ВНИИНМАШ)

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 41-2012 от 24 мая 2012 г.)

За принятие стандарта проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|-----------------------------------------------------|------------------------------------|-----------------------------------------------------------------|
| Азербайджан | AZ | Азстандарт |
| Беларусь | BY | Госстандарт Республики Беларусь |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызстан | KG | Кыргызстандарт |
| Молдова | MD | Молдова-Стандарт |
| Российская Федерация | RU | Росстандарт |
| Таджикистан | TJ | Таджикстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 01 ноября 2012 г. № 668-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31617–2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2015 г.

5. Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 52642–2006

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего публикуется в ежемесячно издаваемом указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок – в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты»

© Стандартиформ, 2013

В Российской Федерации 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

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 свежесформированной 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 радикалообразующую способность.

ИМПЛАНТАТЫ ДЛЯ ХИРУРГИИ**Метод определения радикалообразующей активности частиц
износа имплантируемых материалов**

Implants for surgery.

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

Дата введения — 2015—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 радикалообразующей 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 8.423—81 Государственная система обеспечения единства измерений. Секундомеры механические. Методы и средства поверки

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 31617–2012

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 по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (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

Радикалообразующую 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 радикалообразующей 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 радикалообразующую 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:

$$W_1^2 / W_2^2 = W_{i1} / W_{i2}. \quad (3)$$

Определив скорость окисления кумола, инициируемую различными частицами износа, с помощью этого соотношения можно также определить относительную радикалообразующую 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 $\pm 0,02$ °С.

Жидкостный циркуляционный термостат с пределом регулирования от 0 °С до 50 °С со стабильностью регулирования температуры не ниже $\pm 0,02$ °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 8.423.

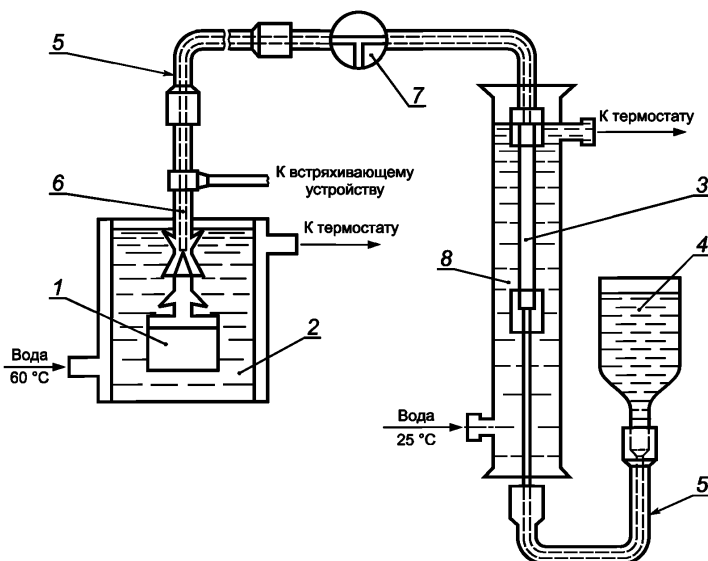
Лабораторные весы по ГОСТ 24104.

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

Реакционный сосуд с герметично закрывающейся горловиной вместимостью 5—12 см³.

Газометрическая установка (рисунок 1).

Установка состоит из реакционного сосуда *1* вместимостью 5—12 см³, 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

ГОСТ 31617–2012

реакционного сосуда и бюретки должна быть $\pm 0,02$ °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 ($20—50$ мм³) 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.

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

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

Приложение А (справочное)

Радикалообразующая активность ортопедических материалов

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

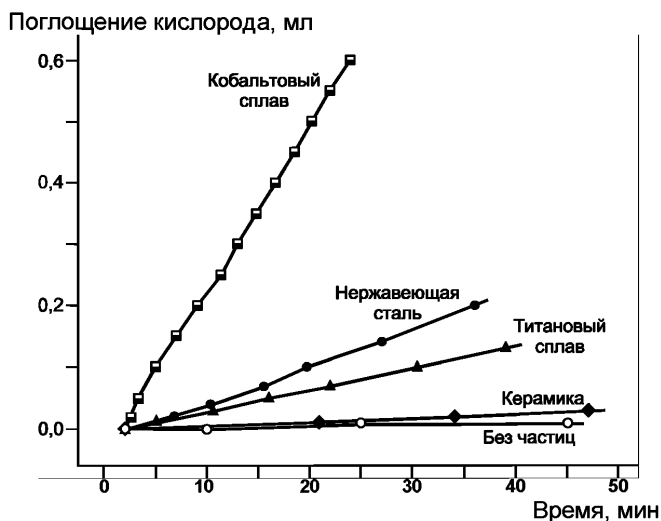


Рисунок А.1 — Кинетика окисления кумола в присутствии различных частиц износа

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.

Т а б л и ц а 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 |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------------|------------------------|----------------------|
| $W_i, \text{л/с}$ | $3,3 \cdot 10^{-7}$ | $5,8 \cdot 10^{-9}$ | $6,9 \cdot 10^{-9}$ | $6,1 \cdot 10^{-11}$ |
| 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.

Ключевые слова: ортопедические сплавы, имплантируемые материалы, свободные радикалы, частицы износа, скорость окисления, радикалообразующая активность, скорость иницирования
