



中华人民共和国国家标准

GB 23101.4—2008/ISO 13779-4:2002

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 13779-4:2002, IDT)

2008-12-30 发布

2010-03-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本部分的全部技术内容为强制性。

GB 23101《外科植入物 羟基磷灰石》分为 4 个部分：

- 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。

本部分为 GB 23101 的第 4 部分。

本部分等同采用 ISO 13779-4:2002《外科植入物 羟基磷灰石 第 4 部分：涂层粘结强度的测定》。

本部分由国家食品药品监督管理局提出。

本部分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。

本部分起草单位：四川大学生物材料工程研究中心、国家生物医学材料工程技术研究中心。

本部分主要起草人：曹阳、陈继镛、张兴栋。

引 言

目前已知的外科植入材料中还没有一种被证明对人体完全无毒副作用。但是本部分所涉及的材料在长期临床应用中表明,如果应用适当,其预期的生物学反应水平是可接受的。

羟基磷灰石陶瓷的生物学反应已经长期临床应用和实验室研究所证实。参见参考文献。

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

GB 23101 的本部分规定羟基磷灰石涂层粘结强度的测量方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB 23101 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 16825.1—2002 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 7500-1:1999, IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB 23101 的本部分。

3.1

羟基磷灰石陶瓷 ceramic hydroxyapatite

通过烧结使粉体中的晶粒融合成为凝聚的结晶块体的羟基磷灰石。

3.2

涂层 coating

通过热、汽相或液相技术在金属或非金属基体表面上沉积的明显不同的材料层。

3.3

羟基磷灰石 hydroxyapatite

具有晶体结构特征为国际衍射数据委员会(ICDD)的粉末衍射卡 PDF 9-432 所表征的化学合成物。

注:化学式: $\text{Ca}_5(\text{OH})(\text{PO}_4)_3$ 。

3.4

烧结 sintering

通过加热使粉体颗粒表面积和粉体整个体积显著减小而实现致密化,并继之提高力学性能的陶瓷生产过程。

4 涂层粘结强度的测定方法

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

加载能力不低于 30 kN,精度不低于满刻度 $\pm 2\%$ 的力学试验机。所施拉伸负荷应垂直地施于涂层平面上。

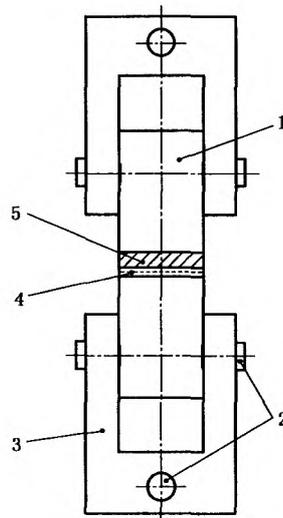
(根据 GB/T 16825.1 检验和校准力学测量系统)

4.2.2 加载组件

将试验机的负荷传递给试验组件的装置。

加载组件应保证试验组件的轴与试验机轴之间的偏差 $\leq 1^\circ$ 和 ± 0.1 mm,从而保证涂层测试面垂直于加载轴。偏心的加载组件所得结果无效。

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。被涂层的样品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。加载组件的具体尺寸如表 1 所规定,适合于预期最大粘结或内聚强度为 50 MPa 的涂层试验样品。



- 1——试验组件;
- 2——销钉;
- 3——轭架;
- 4——粘结剂;
- 5——被测试涂层。

图 1 使偏离轴向加载最小的加载组件图

4.2.3 试验组件

试验组件部分(被涂层样品和未涂层部件)用聚合物粘结剂粘结在一起。

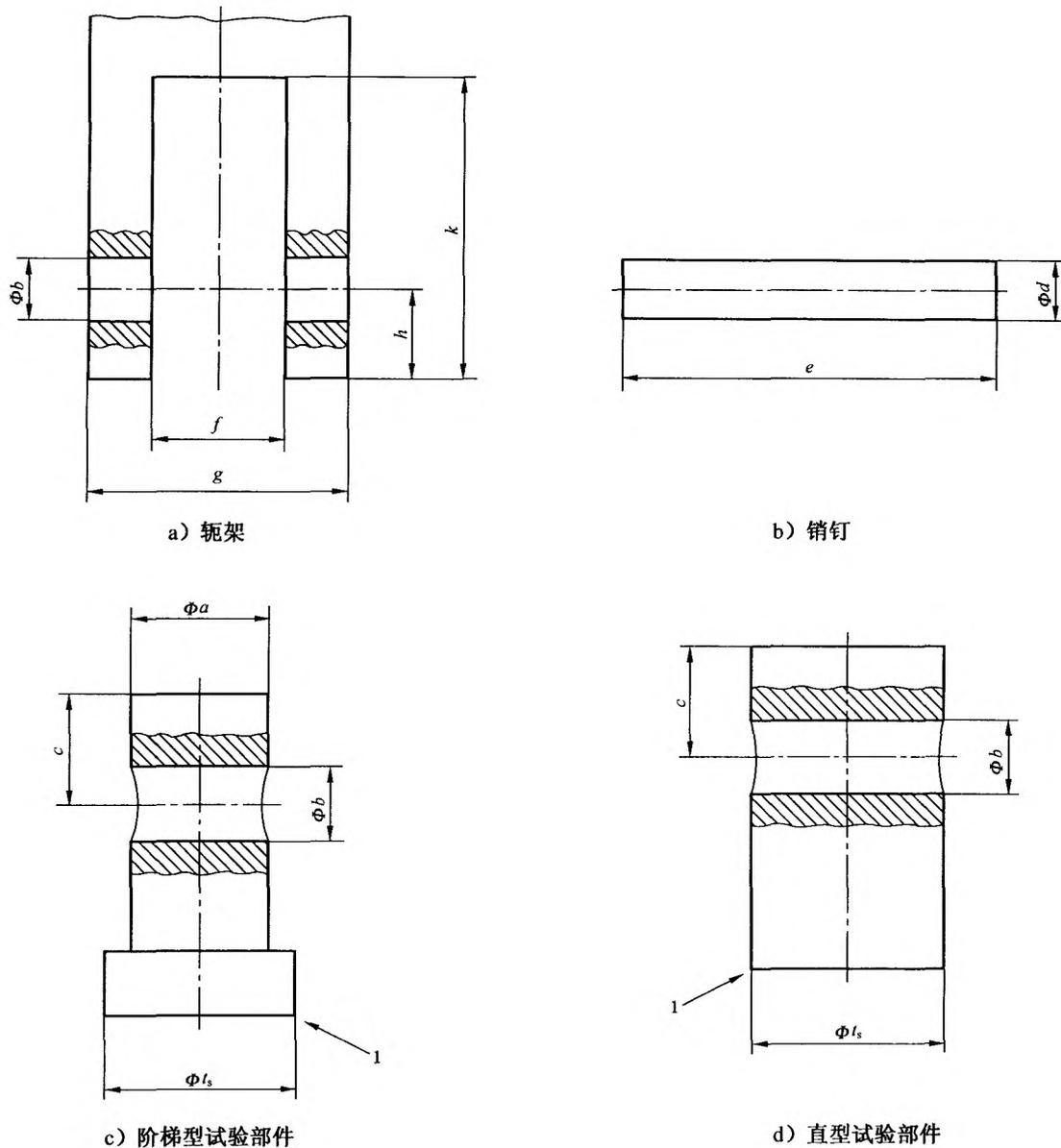
未涂层的部件应由与涂层样品基底相同的材料制成,推荐的材料见表 1。

未涂层部件的尺寸应与涂层样品的尺寸相同,尺寸和公差见表 1。

加载和试验组件见图 2,被规定的组件尺寸适用于预期粘结或内聚强度最大为 50 MPa 的涂层试验。

注 1: 这种试验方法的准确性对下列因素非常敏感:涂层样品的制备、聚合物粘结剂的使用以及涂层样品和未涂层部件的适当校直。校直不好会导致加载偏心并在试验组件上产生弯曲应力,使试验结果无效。

注 2: 未涂层部件的粘结表面应粗化,以助于聚合物粘结剂粘结。



1——供沉积羟基磷灰石涂层的表面。

符号和尺寸定义参见表 1。

图 2 加载和试验部件(c、d)尺寸

4.2.4 聚合物粘结剂

聚合物粘结剂的粘结强度至少大于 30 MPa,或至少高于涂层的粘结或内聚强度 5 MPa,取其较大值。所用的聚合物粘结剂在所有测试报告中应标明。

若涂层多孔部分扩展至涂层/基底界面,应当通过仔细的操作涂层和选用足够粘性的粘结剂保证聚合物粘结剂将不穿过涂层渗透到基底。粘结剂透过涂层渗入基底将导致所测结果无效。

粘结剂的渗透作用可通过检验试片横切面评估。

4.3 涂层样品的准备

仔细准备涂层样品。在组装和试验前首先检查所有样品,剔除在试验过程中发现的无代表性的特殊涂层样品。在涂覆上羟基磷灰石涂层后,样品不要再进行机械加工。被试验的涂层面积应是标称直径为 25 mm 的圆形(公差见表 1)或具有等同的横截面积。测量并记录下横截面积和涂层样品尺寸。

假如使用其他尺寸或横截面积的样品,所得数据应证明与直径 25 mm 标称圆形的样品数据是相等的。

4.4 聚合物粘结剂的使用和测试组件的校直

聚合物粘结剂应一次性地施于涂层轴中心。应控制粘结剂的使用量和把两部分压在一起的力以保证在涂层样品/未涂层部件连接处不形成凸缘。固化发生后的多余粘结剂,应用不损害试验组件完整性的方法除去。将未涂层部件与粘结剂/被涂层样品接触,并保证接触面平行和试验截面上粘结剂厚度均匀。

为保证试验组件的单轴准直,在聚合物粘结剂固化期间,需用一个校直装置刚性固定试验组件。这个装置应能在组件固化期间提供一恒定载荷(通常为 0.2 MPa)以补偿粘结剂的收缩。

表 1 用于粘结或粘附强度小于 50 MPa 的涂层试验的夹具和样品尺寸

符号	试验部件/夹具		尺寸/mm	
			钛合金(Ti6Al4V)	316 不锈钢
t_s	测试表面直径	阶梯型试验部件	25±0.05	25±0.05
		直型试验部件	25 ^{-0.02} _{-0.041}	25 ^{-0.02} _{-0.041}
a	样品柄段直径		20 ^{-0.02} _{-0.041}	18 ^{-0.02} _{-0.041}
b	销孔直径		9 ^{+0.015} ₀	8 ^{+0.015} ₀
c	样品孔深度		14±0.1	12±0.1
d	销钉直径		9 ^{-0.005} _{-0.041}	8 ^{-0.005} _{-0.041}
e	销钉长度		55±0.1	50±0.1
f	轱内侧宽度	阶梯型试验部件	20 ^{+0.033} ₀	18 ^{+0.033} ₀
		直型试验部件	25 ^{+0.033} ₀	25 ^{+0.033} ₀
g	轱外侧直径	阶梯型试验部件	40±0.1	35±0.1
		直型试验部件	45±0.1	45±0.1
h	轱孔深度		14±0.1	12±0.1
k	轱内侧深度		40±0.1	40±0.1

4.5 试验过程

将测试组件放入拉伸试验机的夹具中,使其长轴方向与所施加的拉力方向一致。拉力负荷以(1.0±0.01)mm/min的恒速施加,直到整个试验组件被完全拉开。记录最大施加负荷,准确到 100 N。

应使用 10×光学放大倍数检查,以确认失败发生在涂层内部而不是涂层-粘结剂接触面。

4.6 涂层粘结强度的计算

涂层粘结或内聚强度 σ ,以兆帕为单位(MPa),用下列公式计算。

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

式中:

F ——最大负荷,单位为牛(N);

A ——截面积(通常为 490.87 mm²),计算准确到±0.5 mm²。

5 羟基磷灰石涂层拉力试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 依据国家标准的本部分；
- b) 标明试验组件所用材料，包括聚合物粘结剂种类和未涂层部件材料。报告用于粘结未涂层表面的各种表面处理细节和试验表面的粗糙度；
- c) 试验样品数量；
- d) 详述制作涂层样品所用方法及与涂层样品相关连的各种信息，如日期、批号；
- e) 每个涂层样品和未涂部件的所有尺寸数据，以及粘结横截面积和羟基磷灰石涂层的厚度；
- f) 所有负荷的最大值和断裂方式（例如，涂层与基底间或涂层内部断裂）；
- g) 粘结强度的下列值：最大、最小、平均和标准偏差；
- h) 粘结剂向基底渗透的程度；
- i) 确认断裂是在涂层基底一侧而非粘结剂-基底界面。

参 考 文 献

- [1] ISO 13779-1, Implants for surgery—Hydroxyapatite—Part 1: Ceramic hydroxyapatite
 - [2] ISO 13779-2, Implants for surgery—Hydroxyapatite—Part 2: Coatings of hydroxyapatite
 - [3] ASTM F 1609:1995, Standard specification for calcium phosphate coatings for implantable materials
 - [4] ASTM F 1185:1988, Standard specification for composition of ceramic hydroxyapatite for surgical implants
 - [5] ASTM C 633-79:1979, Standard test method for adhesion or cohesion strength of flame sprayed coatings
 - [6] BS 5350-C15:1990, Methods of test for adhesives. Adhesively bonded joints: mechanical tests. Determination of bond strength in compressive shear
 - [7] JIS H 8666:1994, Test methods for ceramic sprayed coatings
 - [8] NF S94-072, Materials for surgical implants—Determination of tensile adherence of phospho-calcic coatings for biomedical applications
-

中 华 人 民 共 和 国
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
GB 23101.4—2008/ISO 13779-4:2002

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码：100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话：68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

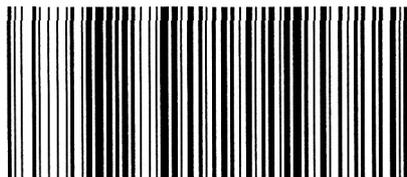
*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 12 千 字
2009 年 5 月 第 一 版 2009 年 5 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·1-36779 定 价 14.00 元

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话：(010)68533533



GB 23101.4—2008