



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0988.13—2016

外科植入物涂层 第 13 部分：磷酸钙、 金属和磷酸钙/金属复合涂层剪切 和弯曲疲劳试验方法

Coatings of surgical implants—Part 13: Test method for shear and bending
fatigue testing of calcium phosphate and metallic and calcium
phosphate/metallic coating

2016-03-23 发布

2017-01-01 实施

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 试验方法概述 1

5 意义和应用 2

6 仪器设备 2

7 粘结材料 4

8 试验样品 5

9 步骤 6

10 试验终止 7

11 应力计算 7

12 报告 7

附录 A（资料性附录） 原理 9

前 言

YY/T 0988《外科植入物涂层》分为以下部分：

- 第 1 部分：钴-28 铬-6 钼粉末；
- 第 2 部分：钛及钛-6 铝-4 钒合金粉末；
- 第 3 部分～第 10 部分：(预留)；
- 第 11 部分：磷酸钙涂层和金属涂层拉伸试验方法；
- 第 12 部分：磷酸钙涂层和金属涂层剪切试验方法；
- 第 13 部分：磷酸钙、金属和磷酸钙/金属复合涂层剪切和弯曲疲劳试验方法；
- 第 14 部分：多孔涂层体视学评价方法；
- 第 15 部分：金属热喷涂涂层耐磨性能试验方法。

本部分为 YY/T 0988 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分使用重新起草法参考 ASTM F 1160—2005《磷酸钙、医用金属和磷酸钙/金属复合涂层剪切和弯曲疲劳试验方法》编制。

本部分与 ASTM F 1160—2005 的技术性差异如下：

- 关于规范性引用文件，本部分做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：
用 GB/T 10623 代替了 ASTM E 6；
- 删除了“精度与偏差”、“关键词”。
- 将附录 X1 改为附录 A，内容不变。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本部分由国家食品药品监督管理总局提出。

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：国家食品药品监督管理局天津医疗器械质量监督检验中心、国家食品药品监督管理局医疗器械技术审评中心。

本部分主要起草人：张述、董双鹏、张路、焦永哲、刘英慧、董文兴、张家振。

外科植入物涂层 第 13 部分:磷酸钙、 金属和磷酸钙/金属复合涂层剪切 和弯曲疲劳试验方法

1 范围

YY/T 0988 的本部分包含了确定磷酸钙涂层、多孔和非多孔金属涂层剪切和弯曲疲劳性能的试验方法,也包含了确定覆盖有磷酸钙的金属涂层弯曲疲劳性能的试验方法。本部分是基于等离子喷涂的钛涂层和等离子喷涂羟基磷灰石涂层所建立。本部分尚未建立对于其他涂层的效果。在剪切疲劳模式下本试验方法评价了覆盖金属基体上涂层的粘结性和结合性。在弯曲疲劳模式下本部分评价了涂层的粘结性以及涂层对基体材料的影响。这些试验方法仅在室温下空气中进行。本部分的目的不是对部件或器械进行疲劳试验,但本试验方法却是首选了对实际加载装置进行最为近似的模拟。

本部分采用国际单位制(SI)。

本部分并非试图对所涉及到的所有安全问题进行阐述,即便是那些与其使用有关的安全问题。确立适当的安全及健康规范,以及在应用前明确管理限制的适用性,是本部分用户自身的责任。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 10623 金属材料 力学性能试验术语

ASTM E 206 疲劳试验和疲劳数据统计分析相关术语的定义(Definitions of terms relating to fatigue testing and the statistical analysis of fatigue data)

ASTM E 466 金属材料力控制恒幅轴向疲劳试验规范指导(Practice for conducting force controlled constant amplitude axial fatigue tests of metallic materials)

ASTM E 467 轴向载荷疲劳试验系统中恒幅动态力校准规范(Practice for verification of constant amplitude dynamic forces in an axial load fatigue testing system)

ASTM E 468 金属材料恒幅疲劳试验结果表述规范(Practice for presentation of constant amplitude fatigue test results for metallic materials)

ASTM E 1012 拉伸载荷下试样对中校准规范(Practice for verification of specimen alignment under tensile loading)

3 术语和定义

GB/T 10623 界定的剪切和疲劳术语适用于本文件。

4 试验方法概述

4.1 剪切疲劳试验

4.1.1 剪切疲劳试验的目的是确定涂层的粘结和/或结合强度。

YY/T 0988.13—2016

4.1.2 本试验方法允许涂层在涂层/基体界面失效,或者在涂层内部失效,或者在将载荷传递到涂层的粘结剂/涂层界面失效(该界面位于涂层与粘结剂之间)。

4.2 弯曲疲劳试验

4.2.1 弯曲疲劳试验的主要目的是量化涂层对基体的影响,其次是为涂层粘结(即抗破碎、抗裂纹等)提供一个主观评价。

4.2.2 设计本试验方法的目的是首先提供一个基体疲劳强度并作为基准,进而评价涂层对系统疲劳强度的影响。

5 意义和应用

5.1 剪切和弯曲疲劳试验可确定不同的材料、几何形状、表面条件、应力等因素对被涂层覆盖的金属材料在 10^7 次正应力循环下的抗疲劳性能的影响。这些试验可在重复应力条件下对选择基体材料起到相对指导的作用。(参见附录 A)

5.2 为了使基本疲劳数据可在实验室间对比、重现、相互关联,首要就是建立起统一的疲劳试验方法。

5.3 在基本材料属性设计中疲劳试验结果可作为参考。这些试验方法不适用于对实际部件进行测试。

6 仪器设备

6.1 仪器的性能应符合 ASTM E 466 第 7 部分的要求。也可参见 ASTM E 206、ASTM E 467、ASTM E 1012。

6.2 剪切疲劳试验夹具

6.2.1 通用要求:可使用不同类型的夹具将试验机载荷传递到试样。为了保证轴向剪切应力,就应保证样品轴线与试验机夹头中心线对中,并且涂层测试平面与轴向载荷平行。所有与上述要求的偏离(即,偏心加载)都会导致弯曲应力,该应力不包括在常规应力计算(力/横截面积)中。

6.2.2 典型试验组装夹具见图 1。

6.2.3 剪切夹具连接到拉伸试验机的转接工装见图 2。

6.2.4 试验组合装置见图 3 和图 4。

6.3 弯曲疲劳试验夹具:可使用不同的试验机完成本试验(即旋转梁疲劳试验机和轴向疲劳试验机)。由设备(旋转梁试验机)制造商或试验人员确定每种夹具的装卡方式。

单位为毫米

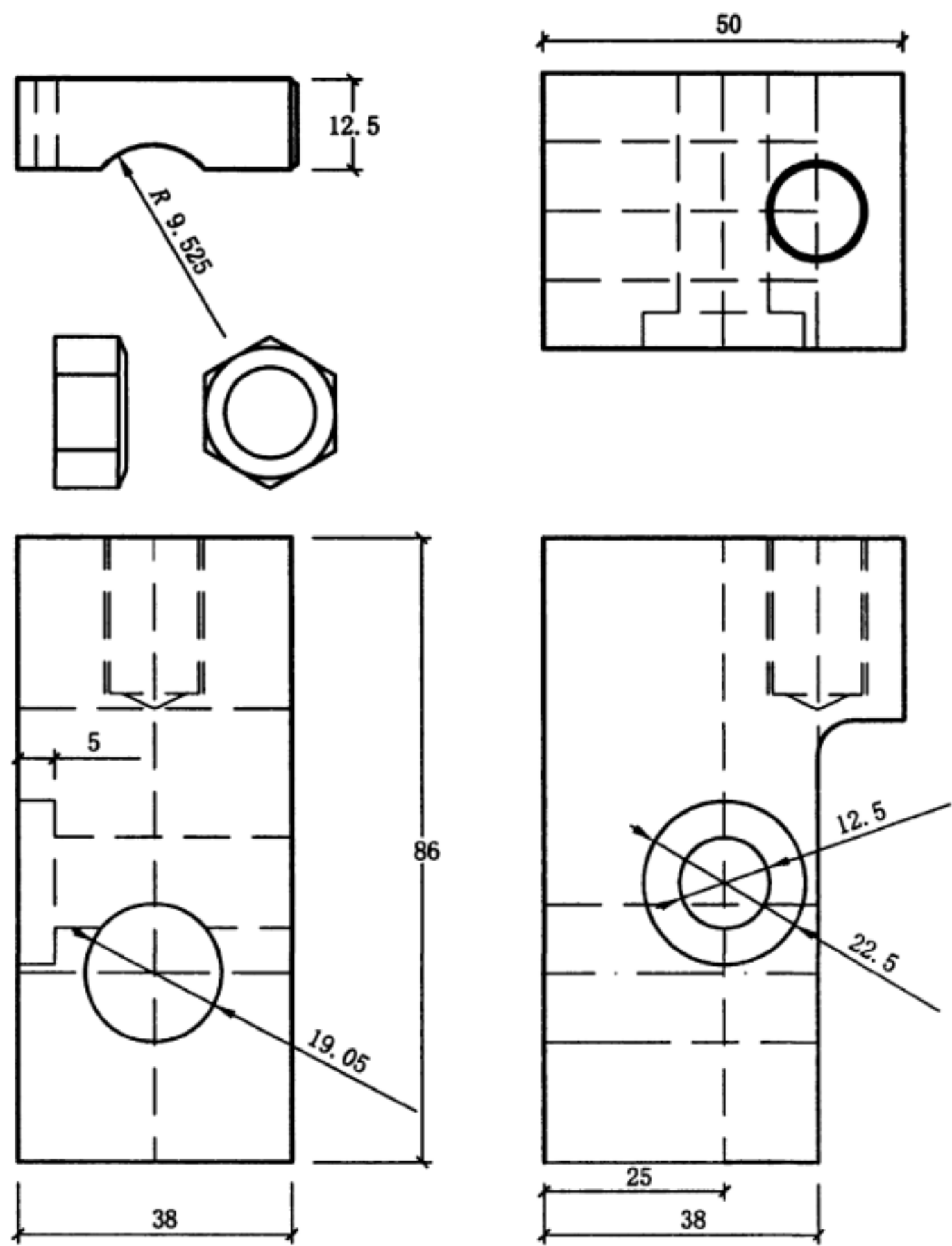


图 1 剪切试验夹具

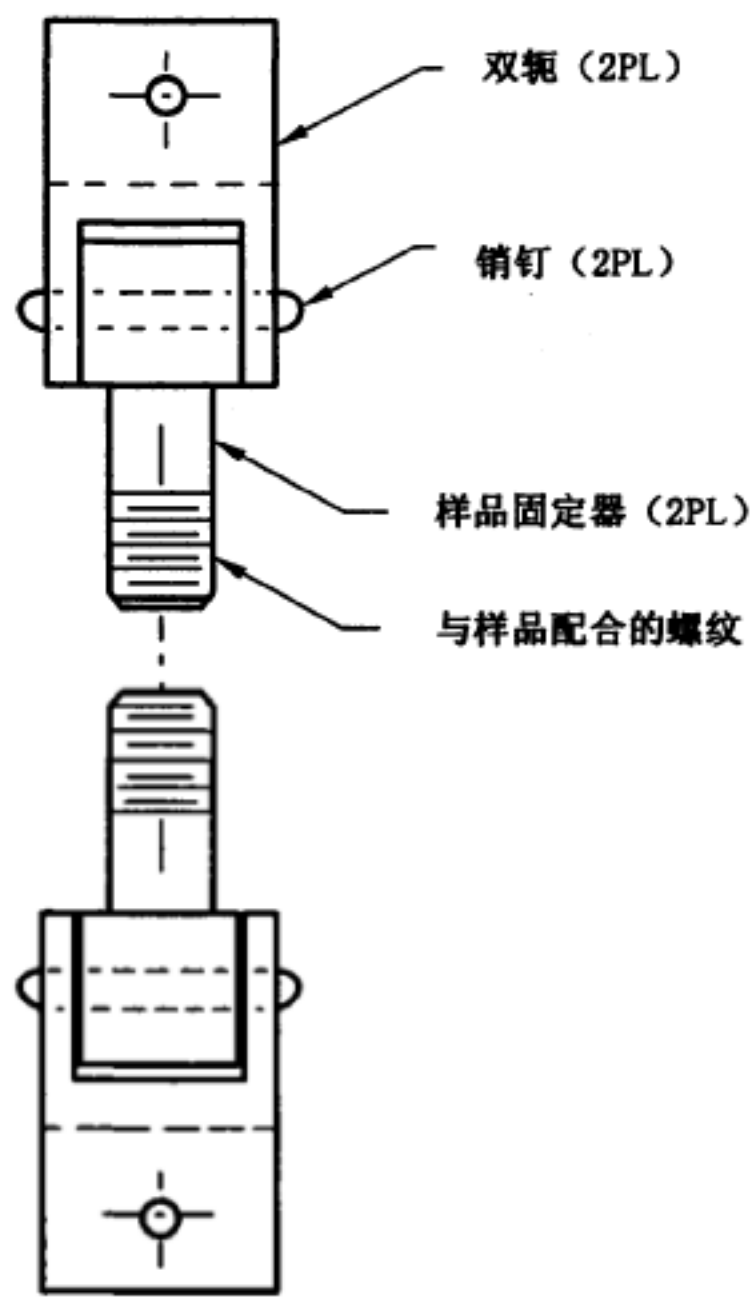


图 2 将夹具连接到拉伸试验机的转接工装

单位为毫米

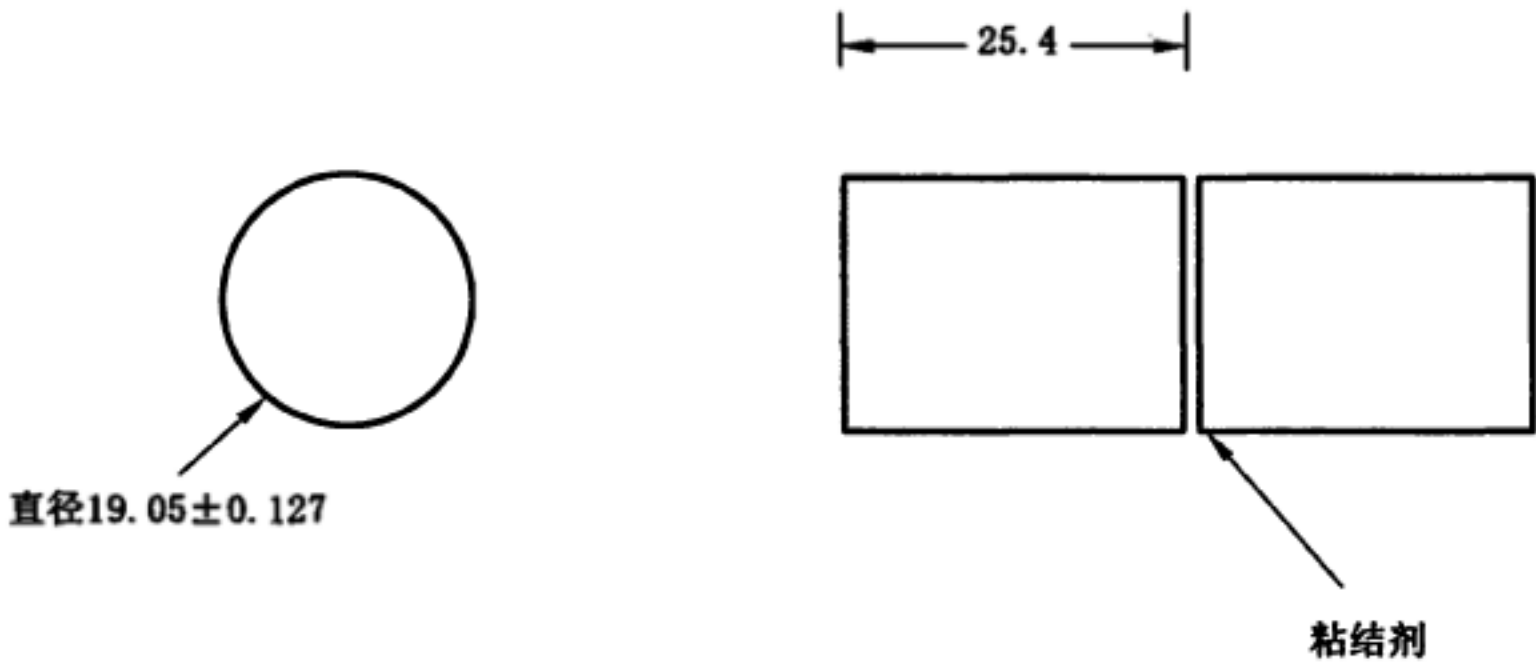


图 3 剪切试样

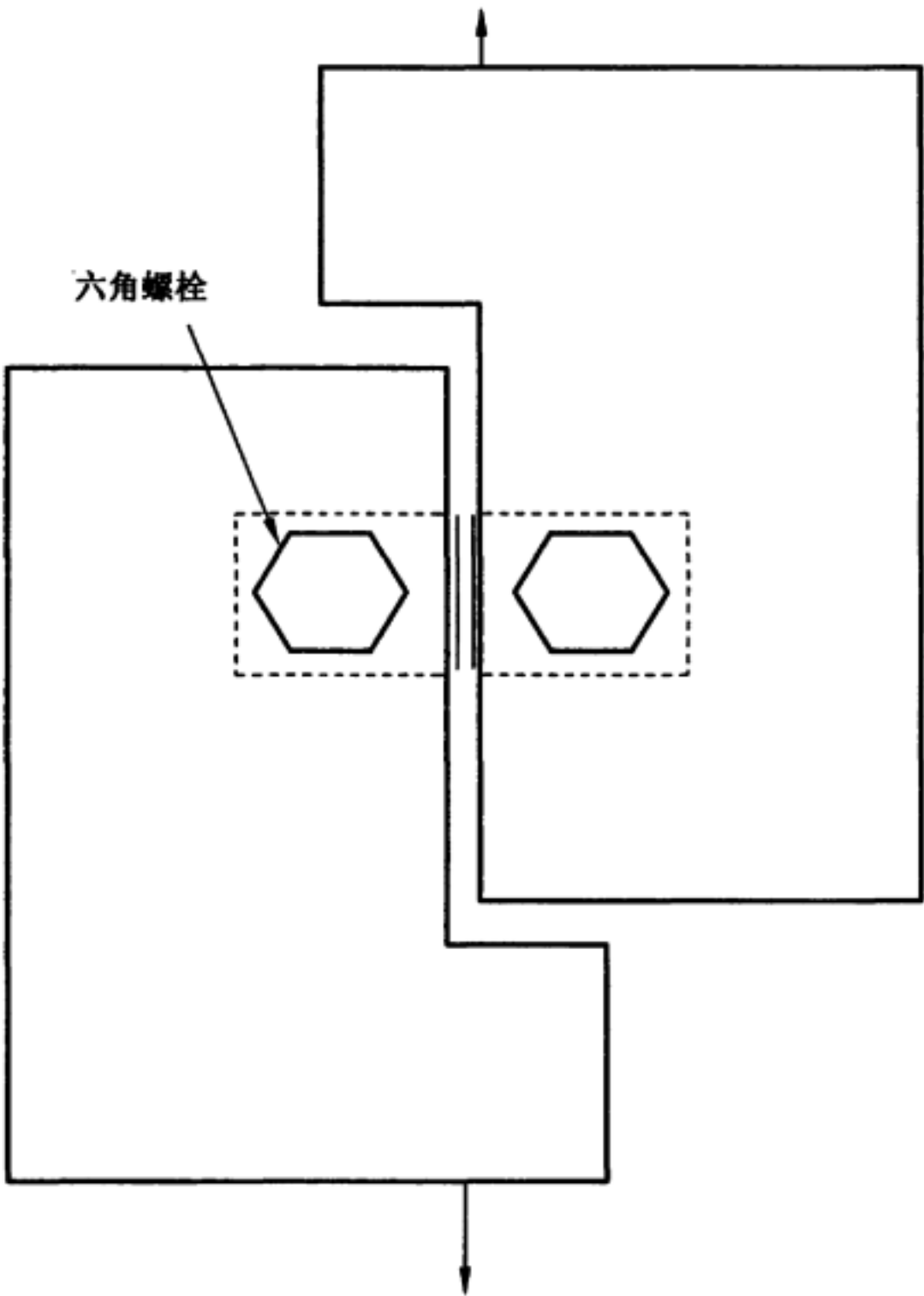


图 4 推荐的剪切试样

7 粘结材料

粘结剂：当使用膜状或粘性粘结水泥的聚合粘结剂时，都应标识明确并满足以下要求：

- 7.1 粘结剂应至少能够为试样部件上的涂层提供 34.5 MPa 的剪切粘结强度，或者和涂层要求的最低粘结强度或最低剪切强度一样大，以较大者为准。
- 7.2 若涂层多孔部分延伸至涂层/基体界面，粘结剂应足够粘稠从而保证其不会渗透涂层接触到基体。已经证实 0.25 mm 厚的 FM 1000 粘结膜足以满足本试验的要求。

注：FM 1000 是聚酰胺-环氧树脂改性粘结膜，专用于粘结金属、塑料压层材料和多种复合结构塑料压层。FM 1000 粘结膜可在 -250 ℃ ~ 95 ℃ 环境条件下工作。

8 试验样品

8.1 仅适用于磷酸钙涂层和金属涂层剪切疲劳试样

8.1.1 推荐的剪切试验试样和工装分别见图 3 和图 4。完整组装的试验装置包括两个部件,一个表面有涂层,另一个表面无涂层。无涂层的表面进行粗糙化处理以便使用粘结剂的粘合。

8.1.2 涂层覆盖基体的横截面的标称面积是 2.85 cm^2 。若试样使用其他截面积,应证明数值与 2.85 cm^2 的标准截面积等效,并且报告中应注明试样尺寸。

8.2 磷酸钙涂层、金属涂层和磷酸钙/金属复合涂层弯曲疲劳试样

8.2.1 试验程序的对象、仪器类型、仪器性能和材料形式决定了试样类型。但应满足 8.2.1.1~8.2.1.3 的要求。

8.2.1.1 按照如下原则设计试样:使试样发生失效,则失效发生在测试区域(见图 5~图 8 截面积的缩减)。

8.2.1.2 试验使用平的锥形梁形状,当梁的一端约束另一端施加垂直于梁轴线的集中载荷(即悬臂梁),测试段内会产生等强度的表面应力。

8.2.1.3 旋转梁试样应有独特的尺寸,由所用试验机的类型决定。应使用适合的制造标准制作该试样。

8.3 试样涂层制备

8.3.1 涂层可能由任一种工艺加工。应使用有明确批次的涂层原料制造涂层性能测试试样,使用与实际产品相同批次的原料和设备制作涂层试样。涂层应由机械或化学方式制成并覆盖基体表面。

8.3.2 涂层应按 8.3.2.1~8.3.2.2 的方法制备:

8.3.2.1 对于剪切疲劳试样,涂层仅应覆盖在直径为 19.05 mm 的平面内(见图 3)。

8.3.2.2 对于弯曲疲劳试样,除了恒应力试样外(在整个恒应力区有涂层)涂层应仅在横截面减小部分。(见图 5~图 9)。

8.3.3 试样应与产品采用相同的热处理工艺。

8.3.4 若进行钝化和灭菌处理,也应和实际产品使用的技术一致。

8.3.5 检查:试验前以目力检查所有的试验样品。所有涂层密度不均匀的试样应作废。对于剪切疲劳试样,所有表面缺少涂层的试样应作废。对于弯曲疲劳试样,所有高应力区缺少涂层的试样应作废。

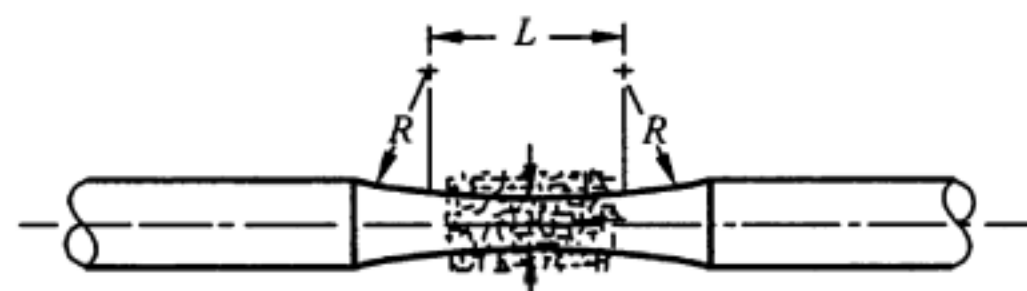


图 5 测试段与两端之间倒角处无涂层,适用于旋转梁或轴向加载的弯曲疲劳试样



图 6 两端之间有连续半径,适用于旋转梁或轴向加载的试样

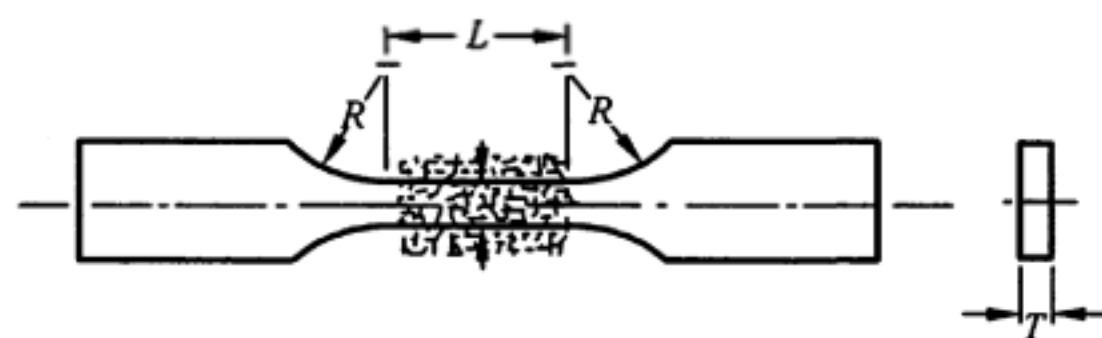


图7 均匀测试段与两端之间倒角处无涂层,适用于轴向加载的试样

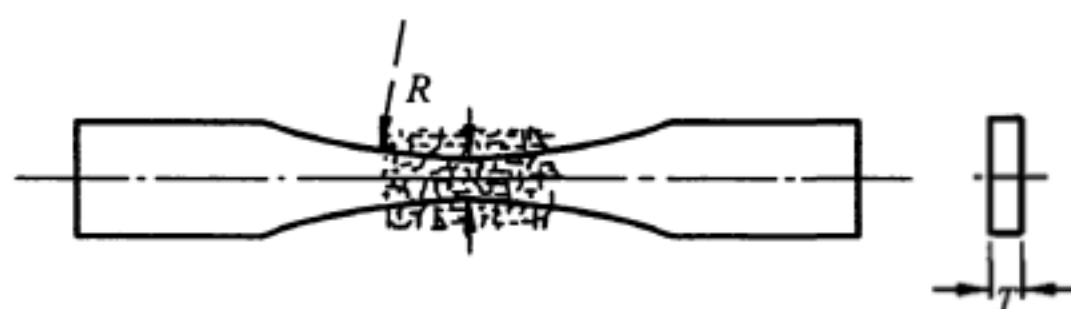


图8 两端之间有连续的半径,适用于轴向加载的试样

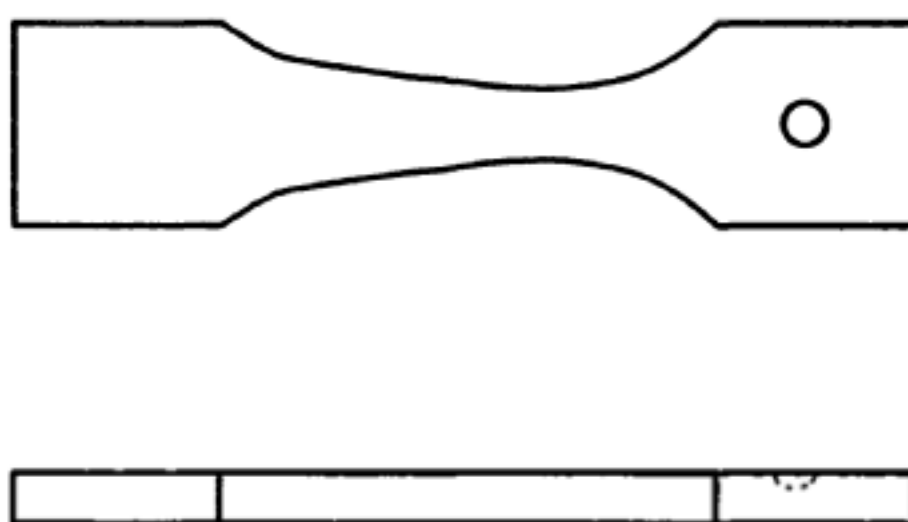


图9 弯曲试验的锥形梁构造

9 步骤

9.1 试样数量以及分析疲劳数据的试验方法可以不同。在本试验中可以参考若干试验方法。

9.2 试验程序的对象、仪器类型、仪器性能和材料形式决定试样类型。选取的试样应与预期应用尽可能匹配。

9.3 试验频率应不超过 170 Hz。

9.4 剪切疲劳试样：

9.4.1 粘结固化：使用的粘结剂和固化方法对试验结果有显著的影响。建议使用厚度 0.25 mm 的 FM 1000 粘结剂。该材料已证明可按 9.4.1.1~9.4.1.5 的步骤可成功固化：

9.4.1.1 使粘结剂表面与涂层表面平行，应注意涂层中心处粘结对中。

9.4.1.2 使用经过标定的高温弹簧施加一个恒定力，使有涂层部件与无涂层部件之间形成 0.138 MPa 的应力。

试验过程中应精心操作以保证有涂层部件与无涂层部件同轴。

9.4.1.3 将组件放置在烘箱内于 176 °C 条件下保持 2 h~3 h。

应由试验人员确定精确的粘结剂固化时间，烘箱的温度可能由于载荷大小和烘箱类型而不同。建议在涂层成型之前先优化固化步骤。

9.4.1.4 从烘箱中取出组件并冷却至室温。

9.4.1.5 去除所有涂层表面外的粘结剂，这个过程不能损害样品的整体性。

9.4.2 将试样固定在夹具中，使试样的长轴垂直于剪切载荷的方向，而剪切载荷穿过夹具组件的中心线（见图 3）。

9.4.3 粘结剂渗透至基体的试样应作废,其结果不纳入分析和报告。

9.5 弯曲疲劳试样:

9.5.1 首先对无涂层的基体材料进行试验,从而建立起评价涂层影响的基准。

9.5.1.1 根据试验对象,用于建立基准的试样可喷砂处理,也可不喷砂。无论哪一种情况,应在报告中体现出表面粗糙度。

9.5.1.2 对于磷酸钙/金属复合涂层,应对仅有金属涂层的试样进行试验建立附加基准,进而评价每种涂层的影响。

9.5.2 固定试样时对中十分关键。低质量的机加工试样和加工试样部件不对中,这些因素都会导致过度震动从而得到错误的结果。

9.5.3 对于旋转梁试验,只有当试验机在预期的试验频率下工作时才可施加载荷。

9.5.4 为了计算施加在试样上的载荷以确定施加的应力,需要测量试样尺寸,对于大于 5.08 mm 的尺寸应至少精确到 0.03 mm,对于小于 5.08 mm 的尺寸应至少精确到 0.013 mm。

对于有涂层的试样,应使用无涂层的基体尺寸计算施加的应力。

9.5.5 不接受所有标距段以外的断裂。

10 试验终止

试验持续到试样失效或达到预定的循环次数(典型的循环次数是 10^7)。可以将失效定义为:

- a) 涂层完全脱离;
- b) 规定放大倍数的可见裂纹;
- c) 规定尺寸的裂纹;
- d) 其他失效标准。

11 应力计算

11.1 剪切疲劳试样:计算基体面积至少精确到 0.06 cm^2 。记录峰值(失效)载荷并根据式(1)计算粘结面积的失效应力(MPa):

$$S = F/A \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

S —— 粘结或结合强度,单位为兆帕斯卡(MPa);

F —— 最大失效载荷,单位为牛顿(N);

A —— 截面积,单位为平方厘米(cm^2)。

11.2 弯曲疲劳试样:为了计算施加的载荷对试样产生的应力,应测量并计算基体附着面积所需的尺寸,对于大于 5.08 mm 的尺寸应至少精确到 0.03 mm,对于小于 5.08 mm 的尺寸应至少精确到 0.013 mm。

12 报告

应根据 ASTM E 468 确定试验报告的程序和结果,并包含以下信息:

- a) 试样材料,包括使用的粘结剂;
- b) 制作涂层的方法,包括:制作涂层方法、热处理,若适用还可包括:日期、加工步骤、运行时间和温度;
- c) 尺寸数据,包括粘结面截面积和涂层厚度;

- d) 试样数量；
- e) 所施加的应力和截止到失效(或试验终止)所经历的循环次数；
- f) 每件样品的失效模式和失效位置(例如,涂层对基体的粘结失效或涂层内部的结合失效)(试验中可能会在不同的区间发生)；
- g) 失效标准,包括完成试验的循环次数；
- h) R 比(最小应力/最大应力)；
- i) 试验频率；
- j) 剪切疲劳试样的尺寸(若与标准尺寸不同)；
- k) 用于确定弯曲疲劳试验基准的试样基体表面粗糙度；
- l) 断裂位置。

附 录 A
(资料性附录)
原 理

本部分有助于承载植入物用高质量材料的开发。涂层对系统疲劳性能结果的影响,应视为涂层需要的表面粗糙处理、涂层制作过程的热影响和其他所用的再处理的综合结果。本试验方法的目的是提供以下信息:

- a) 前处理步骤的影响;
 - b) 涂层和涂层/基体界面的整体性。
-

中 华 人 民 共 和 国 医 药
行 业 标 准
外科植入物涂层 第 13 部分:磷酸钙、
金属和磷酸钙/金属复合涂层剪切
和弯曲疲劳试验方法
YY/T 0988.13—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

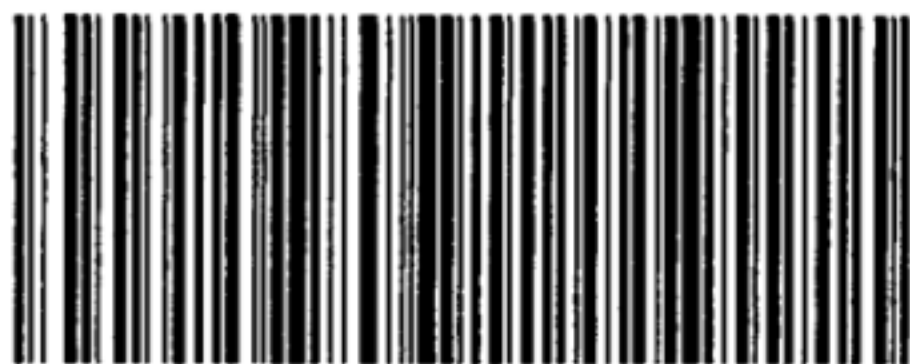
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字
2017 年 2 月第一版 2017 年 2 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 2-31298 定价 24.00 元



YY/T 0988.13-2016