



Národní konference s mezinárodní účastí
INŽENÝRSKÁ MECHANIKA 2002

13. – 16. 5. 2002, Svratka, Česká republika

HODNOCENÍ ODOLNOSTI BIOKERAMICKÝCH MATERIÁLŮ PROTI OTĚRU

Radek SEDLÁČEK¹, Jana ROSENKRANCOVÁ²

***Abstrakt:** Příspěvek se zabývá testováním a hodnocením mechanických vlastností biomateriálů. V Laboratoři mechanických zkoušek při Ústavu mechaniky na Fakultě strojní na ČVUT v Praze byl řešen úkol provedení zkoušky odolnosti materiálu proti otěru nazývaný „RING ON DISC“ dle mezinárodní normy ISO 6474:1994(E). Norma se zabývá hodnocením biokompatibilních a biostabilních materiálů na bázi vysoce čisté stabilizované keramiky. Tyto materiály jsou používány k výrobě náhrad kostí a komponent ortopedických kloubních náhrad.*

Zkouška byla provedena na špičkovém testovacím systému MTS Mini Bionix 858.2, jenž je vybaven dvěma zatěžovacími kanály a umožňuje tak provádět souběžně „dvouosé“ zatěžování – tah (resp. Tlak) a krut. Pro testování byla zvolena kombinace materiálů – prsteneček z vysoce stabilizované zirkonové keramiky (Y-TZP) a disk z UHMWPE. Tyto materiály jsou opodstatněny právě reálným použitím při řešení kloubních náhrad (např. kolenních kloubů). Zadavatelem zkoušky byla společnost Saint-Gobain Advanced Ceramics, s.r.o. sídlící v Turnově a zabývající se vývojem a výrobou biokeramiky.

Zkouška byla úspěšně dokončena se všemi dodanými páry testovaných materiálů. Dle požadavků normy byl stanoven výsledný objem opotřebeného materiálu včetně nejistoty měření (směrodatné odchylky).

Klíčová slova: biomechanika, keramika, UHMWPE, tribologie, implantáty

1. Úvod

Na základě smluvního vztahu mezi *Laboratoří mechanických zkoušek* při Ústavu mechaniky na Fakultě strojní Českého vysokého učení technického v Praze a společností *Saint-Gobain Advanced Ceramics, s.r.o.* byl zadán výzkumný úkol provést zkoušku odolnosti proti otěru podle mezinárodní normy ISO 6474:1994 (E).

Zadavatel ve smlouvě specifikoval odlišnosti od výše uvedené normy, přičemž speciální úpravy tohoto typu zkoušky jsou opodstatněny reálným použitím při řešení kloubních náhrad (např. kolenní implantáty). Změny oproti normě se týkají zejména volby kombinace testovaných materiálů.

S ohledem na tyto požadavky byly k provedení zkoušky přijaty 3 páry vzorků s kombinací materiálů - prsteneček z vysoce stabilizované zirkonové keramiky (Y-TZP) a disk z UHMWPE.

¹) Ing. Radek Sedláček, ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Ústav mechaniky, Technická 4, 166 07 Praha 6; tel. +420 2 2435 2653; e-mail: sedlacek@biomed.fsic.cvut.cz

²) Ing. Jana Rosenkrancová, ČVUT v Praze, Fakulta strojní, Ústav mechaniky, Technická 4, 166 07 Praha 6; tel. +420 2 2435 2519; e-mail: rosenkra@biomed.fsic.cvut.cz

Zkouška byla provedena na velmi kvalitním testovacím systému americké výroby MTS 858.2 Mini Bionix, který umožňuje současné zatěžování osovou silou a momentem síly. V oblasti osově síly je rozsah systému 0÷25 kN. Moment síly se může pohybovat v rozsahu 0÷100 N.m.

Laboratoř mechanických zkoušek prochází v současnosti, v souladu s obecným trendem zavádění systému jakosti, závěrečnou fází procesu přípravy na akreditaci a provádí kroky ke splnění kritérií a požadavků na činnost zkušebních a kalibračních laboratoří podle mezinárodní normy EN ISO/IEC 17025:2000. Tímto budou také pokryty všechny požadavky mezinárodních norem ISO 9000, ISO 9001 a ISO 9002. Pro zadavatele úkolů to tedy znamená, že bude zajištěna shoda se systémem jakosti jak v oblasti využití normalizovaných metod, tak v oblasti návrhu a vývoje nových metod.

2. Metodika

2.1 Norma ISO 6474:1994(E)

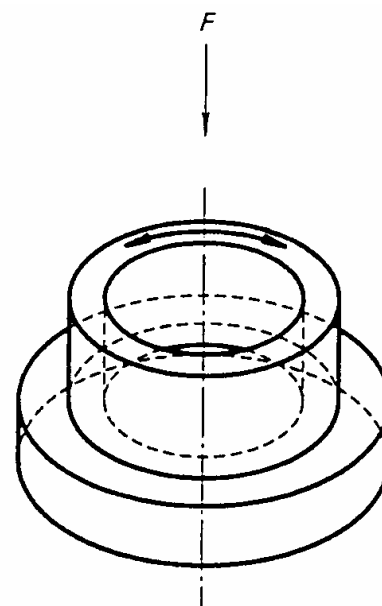
Mezinárodní norma ISO 6474:1994(E) se zabývá hodnocením biokompatibilních a biostabilních materiálů na bázi vysoce čisté stabilizované keramiky. Tyto materiály jsou používány k výrobě náhrad kostí a komponent ortopedických kloubních náhrad.

Posouzení keramických materiálů je rozděleno do několika kapitol. Postupně jsou hodnoceny tyto položky:

- Objemová hustota
- Chemické složení
- Mikrostruktura
- Biaxiální ohybová pevnost
- Odolnost proti otěru

Norma velice úzce stanovuje podmínky testu, nároky na testovací zařízení a přípravu vzorků. Pro práci se vzorky a vyhodnocení je stanoven postup, který má zaručit objektivitu zkoušky.

Testování odolnosti proti otěru je specifikováno v kapitole 5.5 uvedené normy. Jedná se o dlouhodobou mechanickou zkoušku, při níž je hodnocen celkový objem opotřebovaného materiálu. Náročnost zkoušky vyplývá z požadavku na testovací systém, kdy musí být zajištěno současné zatížení předepsanou silou a natáčení prstence.



Obr. 1 Schématické znázornění testu
Ring on Disc

2.2 Odchyly od normy

Ze smluvního ujednání vyplývají tyto zadavatelem požadované odchyly od normy ISO 6474:1994 (E):

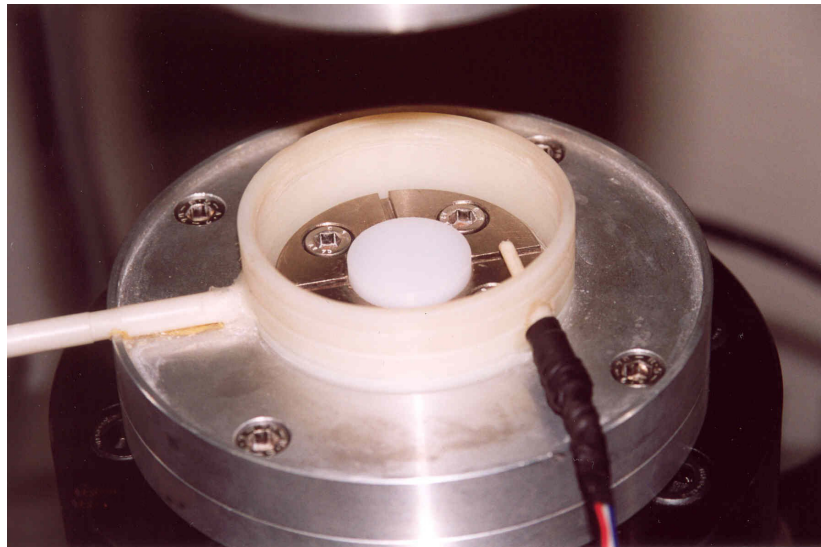
- Zkouška bude provedena s kombinací materiálu – prstenek ze stabilizované zirkonové keramiky (Y-TZP) a disk z UHMWPE. Požadavek je opodstatněný realitou užití této kombinace materiálů při konstrukci kloubních implantátů
- Materiály týkající se měření drsnosti a rovinnosti povrchu včetně detailů postupů měření si zajistí zadavatel

- Taktěž zadavatel zajistí charakteristiku přípravy testovaných disků, vztah k výrobě komponent pro chirurgii a výrobní postup

2.3 Princip

Princip vlastní zkoušky odolnosti proti otěru nazývaný „RING ON DISC“ spočívá v tom, že prstenec (kroužek) z keramiky je osově zatížen na plochem disku z keramiky (obr. 1). Prstenec zatížený silou (1500 ± 10) N je podroben rotaci okolo pevné osy s úhlem rotace $\pm 25^\circ$ a frekvencí ($1 \pm 0,1$) Hz po dobu 100 hod.

Průběh změny úhlu na čase je sinusový nebo se sinusovce blíží. Je požadován celoplošný dotyk prstence s diskem. Jako okolní medium se používá destilovaná voda a její teplota je zaznamenávána po celou dobu průběhu zkoušky (obr. 2). Dále jsou v průběhu zkoušky ukládána data sloužící k vyhodnocení zatěžování.



Obr. 2 Testovaný disk umístěný v přípravku s teplotní sondou

2.4 Měřící z

Zařízení použité pro test Ring on Disc musí umožňovat dvou-osé zatěžování. Tj. zatížení tlakovou silou a současně natáčení horního dílu přípravku včetně záznamu snímaných dat. Dále musí zařízení umožňovat soustředné umístění prstence vzhledem k testovanému plochemu disku. Prstenec je podroben rotaci okolo pevné osy s úhlem rotace $\pm 25^\circ$ a frekvencí 1 Hz.

K proměření profilu norma předepisuje zařízení, které umožňuje zaměřit povrch disku po ukončení zkoušky. Pomocí něj je stanovena poloha a velikost drážky v testovaném disku a následně je vypočten objem opotřebovaného materiálu.

2.5 Příprava vzorků

Pro přípravu vzorků z testovaného materiálu norma určuje metody stejné jako při výrobě komponent pro operace, užívající stejného prášku, metody lisování a podmínky vypalování.

Testované vzorky mají mít následující rozměry (obr. 3):

- kontaktní plocha kroužku:

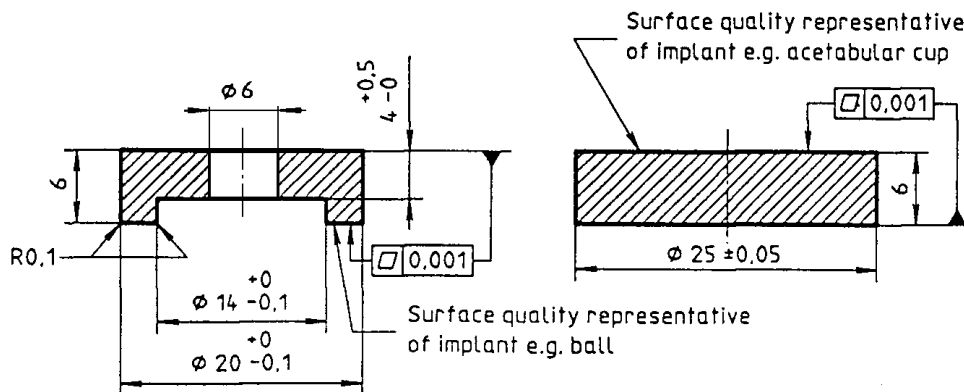
vnitřní průměr $(14^{0}_{-0,1})$ mm

vnější průměr $(20_{-0,1}^0)$ mm

- kontaktní plocha disku:

průměr ≥ 25 mm

Ostatní rozměry mohou být voleny tak, aby vyhovovaly pro uchycení v testovacím zařízení.



Obr. 3 Geometrie prstence a disku s definovanými základními rozměry

Pozn.: Na prstenci byla provedena úprava umožňující komunikaci okolního prostředí s prostorem mezi prstencem a diskem, tj. otvor o průměru 6 mm (obr. 3).

Kontaktní povrchy mají vyhovovat požadavkům na:

- Drsnost povrchu, CLA: $\leq 0,10 \mu\text{m}$
- Rovinnost: $\leq 0,6 \mu\text{m}$

Drsnost má být určena podle normy ISO 468 na zařízení pro měření profilu s platnou kalibrací podle postupů v ISO 5436. Rovinnost má být měřena vhodným zařízením a sledována celá kontaktní plocha.

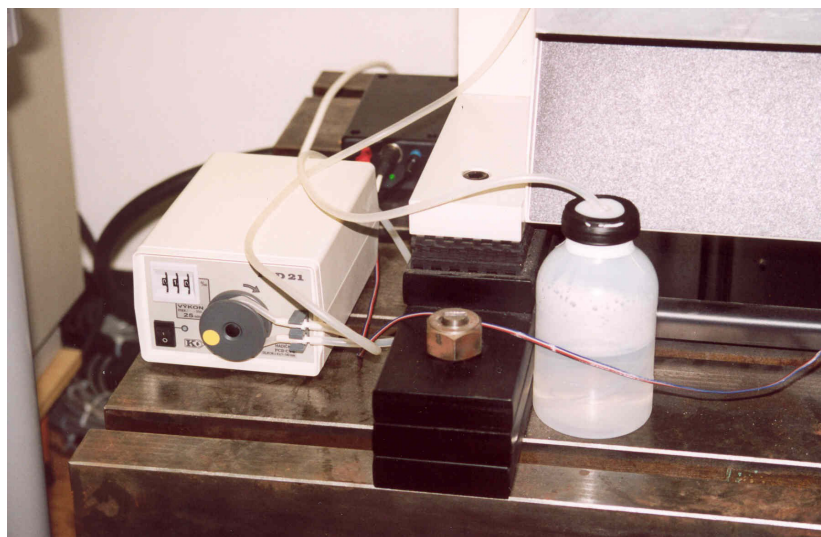
2.6 Realizace testu

Před dodáním vzorků zajistil zadavatel proměření povrchů všech vzorků a společně s těmito protokoly uschoval i záznamy o způsobu měření drsnosti a rovinnosti a záznamy o vztahu k výrobě komponent pro chirurgii.

Při testu je teplo vzniklé třením vzorků a teplo z pístu systému předáváno přes přípravku do destilované vody. Tím dochází k ohřevu vody a také k odpařování. Proto bylo při tomto testu použito peristaltické čerpadlo PCD 21 (obr. 4) k dodávce kapaliny do prostoru přípravku. Maximální uváděný výkon čerpadla je 25 ml/min. V tomto případě byla použita nejmenší rychlost pro dosažení dávkování cca 0,025 ml/min.

2.7 Řízení testu

Se systémem MTS je k dispozici softwarové prostředí TestWare SX, které umožňuje vytvářet programy pro řízení testů a sběr dat. Pokud během testu dojde ke skutečnostem, které vyžadují přerušování, tento software umožňuje zkušku na nezbytnou dobu přerušit a zase pokračovat, samozřejmě s riziky z toho vyplývajícími. Software umožňuje uchovávání dat z testu v různých, nejčastěji používaných formátech pro pozdější ulehčení zpracování často velice rozsáhlých datových souborů.



Obr. 4 Dávkování destilované vody pomocí peristaltického čerpadla

Řídící software zapisuje do datových souborů údaje o čase, přítlačné síle, vertikální poloze pístu, úhlu natočení, kroučícím momentu, počtu cyklů a teplotě destilované vody, jež tvoří prostředí testu. Tato data jsou zpracována pro každý pár vzorků samostatně a je z nich vyhodnocena přítlačná síla v průběhu celého testu včetně nejistoty měření. Dále je zpracován graf průběhu teploty destilované vody.

3. Vyhodnocení testu

Řídící software TestWare SX zapisuje do datových souborů údaje o čase, přítlačné síle, vertikální poloze pístu, úhlu natočení, kroučícím momentu, počtu cyklů a teplotě destilované vody, jež tvoří prostředí testu. Tato data jsou zpracována pro každý pár vzorků samostatně a je z nich vyhodnocena přítlačná síla v průběhu celého testu včetně nejistoty měření. Dále je zpracován graf průběhu teploty destilované vody.

Výsledkem zkoušky je vyhodnocení objemu opotřebeného materiálu na plochem disku. Stanoví se vynásobením průměrné hodnoty velikosti plochy stopy průměrnou hodnotou délky prstence:

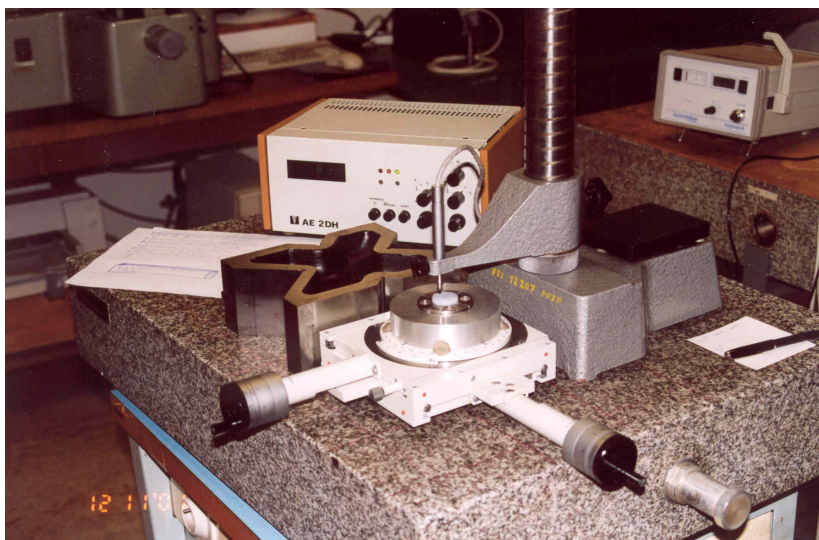
$$V = \pi(r_o + r_i)A$$

kde A [mm^2] je střední hodnota plochy stopy opotřebení, r_o [mm] je střední hodnota vnějšího poloměru drážky a r_i [mm] je střední hodnota vnitřního poloměru drážky.

Data potřebná pro stanovení vlastního objemu opotřebení se získávají měřením profilu testovaného disku. Norma předepisuje postup pro zaměření bodů, z nichž je zakreslen profil disku.

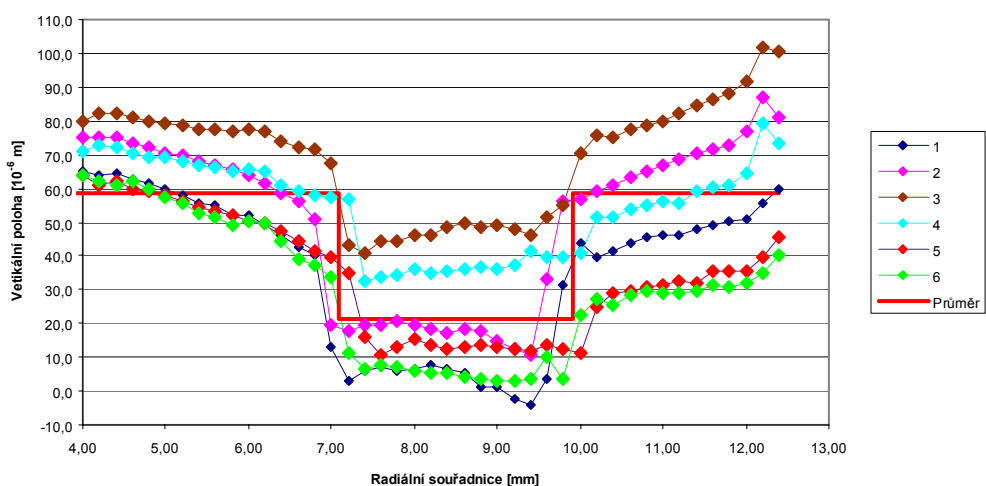
Měření profilu bylo prováděno na speciálně upravené sestavě (obr. 5). Pro zjišťování vertikální polohy bodů na disku byl použit indukční snímač s citlivostí $0,01 \mu\text{m}$ umístěný v dostatečně tuhém stojanu. Naměřené hodnoty se zobrazovaly na jednotce AE 2HD s přesností $0,1 \mu\text{m}$ a byly zaznamenávány do předem připravené tabulky. K posuvu disku sloužil polohovací křížový stolek ZEISS s zakázkově vyrobeným mezikusem v němž byl disk umístěn. Křížový stolek je pohyblivý ve dvou osách prostřednictvím dvou mikrometrických šroubů. Citlivost posuvu je $0,01 \text{ mm}$.

Grafický záznam měření profilu disku č. 1 je zobrazen na obr. 6



Obr. 5 Sestava pro měření profilu disku

Měření profilu disku - vzorek č. 1



Obr. Záznam bodů z měření profilu vzorku č. 1

Stanovené hodnoty objemů opotřebovaného materiálu pro jednotlivé páry vzorků jsou uvedeny v tabulce 1.

Tabulka 1

Číslo vzorku	1	2	3
Objem opotřebovaného materiálu V [mm ³]	5,639	3,482	4,785

Výsledný objem opotřebovaného materiálu, jakožto výsledek celé zkoušky pro danou kombinaci materiálů – Zr keramika x UHMWPE – je uveden v tabulce 2. Uvedená nejistota představuje dvě směrodatné odchylky ($k=2$), tj. pravděpodobnost 95%. Hodnota je stanovena v souladu s dokumentem EAL-R2.

Tabulka 2

Výsledný objem opotřebovaného materiálu [mm ³]	Nejistota měření [mm ³]
4,636	±1,255

4. Závěr

Cílem tohoto výzkumného úkolu bylo provést test odolnosti proti opotřebování podle mezinárodní normy ISO 6474:1994 (E) a stanovit v souladu s touto normou výsledný objem opotřebovaného materiálu dodaných vzorků.

Úkol byl vypracován na základě smluvního ujednání mezi Laboratoří mechanických zkoušek a zadavatelem Saint-Gobain Advanced Ceramics, s.r.o. Toto smluvní ujednání obsahuje předem stanovené požadavky na odchylky od normy. Mezi ně patří provedení zkoušky se sníženým počtem párů vzorků na tři – namísto normou požadovaných pěti. Dále zadavatel deklaroval, že zajistil proměření drsností a rovinností všech vzorků tak, jak stanovuje norma.

Dlouhodobá zkouška představující testování tří párů vzorků (300 hodin provozu systému) byla úspěšně dokončena a odolnost materiálu UHMWPE proti otěru v kombinaci s vysoce stabilizovanou zirkoniovou keramikou (Y-TZP) byla stanovena.

Tento výzkumný úkol byl prováděn za podpory výzkumného záměru „Transdisciplinární výzkum v oblasti biomedicínského inženýrství“ MSM 210000012.

Literatura

ISO 6474:1994(E) Implants for surgery – Ceramic materials based on high purity alumina. 1994

SEDLÁČEK, Radek: Zavedení mechanické zkoušky „RING ON DISC“ dle ISO 6474:1994(E) na systému MTS 858 Mini Bionix. [Výzkumná zpráva č. 2051/01/6]. Praha, 2001. 21 s., 4 příl. ČVUT – Fakulta strojní.