

ФАНО РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное учреждение науки
Институт химии твердого тела и механохимии
Сибирского отделения Российской академии наук
(ИХТТМ СО РАН)



УТВЕРЖДАЮ
Директор ИХТТМ СО РАН,
академик РАН

Н.З. Ляхов

15.11.2016

ОТЧЕТ О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

Модифицирование нанодисперсиями
полимерных материалов ортопедического назначения
(тема работы)

Договор о предоставлении
гранта Правительства Новосибирской области от «29» декабря 2015 № 6

Руководитель гранта,
канд. техн. наук

15.11.2016

дата

подпись

Ф. К. Горбунов

Реферат

Отчет: 12 с., 9 рис., 4 табл., 3 прил.

Ключевые слова: ЗЕРНО ПОЛИМЕРА, КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ, МОДИФИЦИРОВАНИЕ, СВОЙСТВА, СИНТЕЗ, СТРУКТУРА.

Цель: Получение полимерных материалов с улучшенными служебными характеристиками в результате их модифицирования нанодисперсными керамическими частицами.

Задачи:

- получить и исследовать нанодисперсные порошки-модификаторы;
- разработать методики введения керамических порошков-модификаторов в структуру полимерной матрицы;
- установить закономерности изменения физико-механических свойств полимерных композитов от дисперсности и концентрации керамических наночастиц;
- исследовать изменения зернистой структуры полимеров при их модифицировании керамическими наночастицами.

В настоящей работе предложен способ модифицирования нанодисперсиями полимерных материалов ортопедического назначения в процессе синтеза.

Неорганические добавки (порошки-модификаторы) вводили в преполимер в виде порошков оксида алюминия определенной дисперсности ($d_{cp} = 60$ нм).

Методом механообработки были изготовлены порошковые модификаторы состава:

- $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ($d_{cp} = 880, 75, 60, 40$ нм);
- SiC ($d_{cp} = 10$ мкм; $d_{cp} = 250, 220, 60$ нм).

Исследованы свойства порошков (удельная поверхность, размер частиц, микроструктура поверхности).

Изготовлены образцы модифицированного полиуретана с содержанием порошка-модификатора $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ в пределах 0,001-0,1 масс. %. Количество образцов-композитов – более 40 штук.

Исследованы свойства полученных композитов (относительное удлинение, плотность, предел прочности при разрыве, твердость и др.)

Установлены следующие характеристики композитов:

- прочность немодифицированного полиуретана составляет – 17,6 МПа;
- относительное удлинение немодифицированного полиуретана – 564 %;
- прочность модифицированного полиуретана (композита) при разрыве – от 19,8 до 24,2 МПа;
- относительное удлинение композита – от 650 до 798%.

Микроструктурными методами определены размеры зерен полимеров:

- немодифицированный полиуретан – 15 мкм;
- модифицированный полиуретан – 3-5 мкм.

Изготовлены амортизаторы для модуля коленного МК-008 с различным содержанием керамических порошков-модификаторов (от 0,001 до 0,1 масс. %) для проведения апробации модифицированных композиционных материалов.

Показано, что модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (от 0,001 до 0,1 масс. %) литьевого полиуретана ортопедического назначения выдержала полный объем испытаний на соответствие требований ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 (уровень нагрузки Р6). Разрушений и недопустимых деформаций не выявлено.

Результаты работы опубликованы:

Горбунов, Ф. К. Влияние модифицирования полимеров ортопедического назначения на их характеристики / Ф. К. Горбунов, В. А. Полубояров, А. В. Кадимова // Юность и знания – Гарантия успеха – 2016: сб. науч. тр. 3 междунар. молодеж. науч. конф. (5-6 окт. 2016 г.) – Курск, 2016. – С. 482-485. - 100 экз. - ISBN 978-5-9907371-2-9.

Отчет о научно-исследовательской работе на тему «Модифицирование нанодисперсиями полимерных материалов ортопедического назначения» опубликован на сайте ИХТТМ СО РАН (<http://www.solid.nsc.ru/rus/>) в разделе «новости».

Введение

Многофазные композиты полимеров с наноструктурами органических, неорганических и полимерных добавок сейчас привлекают пристальное внимание фундаментальных ученых и практиков. При этом композиционные материалы обладают уникальной структурой, морфологией и служебными характеристиками в большинстве случаев только тогда, когда в их структуре содержится одна из фаз, так называемые «нанонаполнители», со средним размером частиц менее 100 нм. Но на данный момент преобладающее количество порошковых модификаторов, представленных на российском рынке, имеет размер частиц более 100 нм, следовательно, возникает необходимость их измельчения.

Актуальность темы исследования связана с необходимостью получения полимерных материалов с улучшенными служебными характеристиками.

В настоящей работе предложен способ модифицирования полиуретана добавками в процессе синтеза. При этом изменение служебных характеристик полимеров достигалось варьированием размеров зерен кристаллизации полимеров путем введения малых добавок веществ, частицы которых являются зародышами кристаллизации полимера. Меняя количество зародышей, можно варьировать размеры зерен полимера. Повышение прочности полимера достигается при измельчении зерна и описывается законом Холла-Петча (формула 1): при уменьшении среднего размера зерна в 3-5 раз происходит увеличение твердости материала, при дальнейшем уменьшении среднего размера зерна более чем в 10 раз – увеличение пластичности.

$$\sigma_{\tau} = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}, \quad (1)$$

где σ_0 – некоторое напряжение трения, которое необходимо для движения свободной дислокации;

k – коэффициент, характеризующий прочность блокирования дислокаций, его часто именуют «коэффициентом Холла-Петча»;

d – диаметр зерна (или субзерна).

Соотношение Холла-Петча количественно описывает рост предела текучести поликристаллического материала (рис. 1) с уменьшением размера зерна.

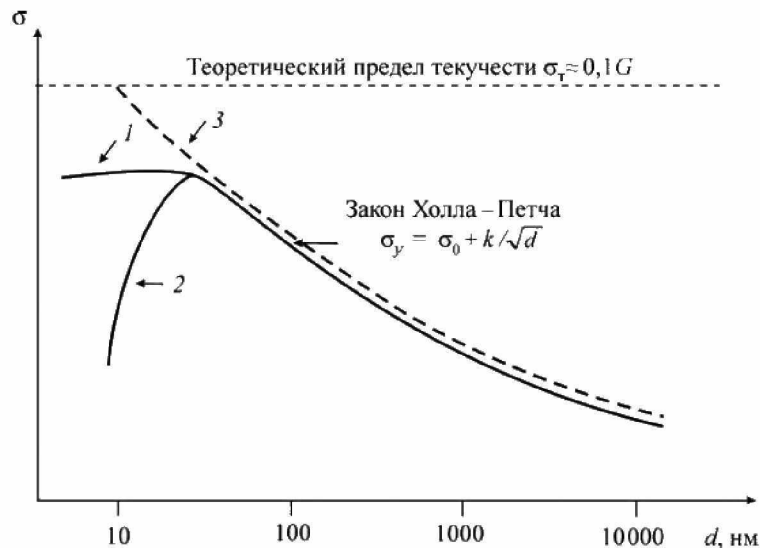


Рисунок 1. Зависимость предела текучести (σ_y) от размера зерна (d) в материале: 1 и 2 – экспериментальные зависимости для различных материалов в области нарушения закона Холла-Петча, 3 – теоретическая зависимость, σ_0 и k – константы материала

Экспериментальная часть

Получение и исследование порошков-модификаторов

Ультрадисперсные модификаторы корунда и карбида кремния получали механообработкой (МО) исходных порошков с использованием центробежно-планетарной мельницы АГО-2. Время МО варьировали от 1 до 10 мин. Механообработку исходных порошков проводили как в сухом виде, так и с добавлением поверхностно-активных веществ (ПАВ) в количестве 1,5 масс. %.

В работе получены и исследованы порошки-модификаторы со следующими средними размерами частиц (рис. 2): корунд ~ 880, 75, 60 и 40 нм; карбид кремния ~ 10 мкм, 250, 220 и 60 нм.

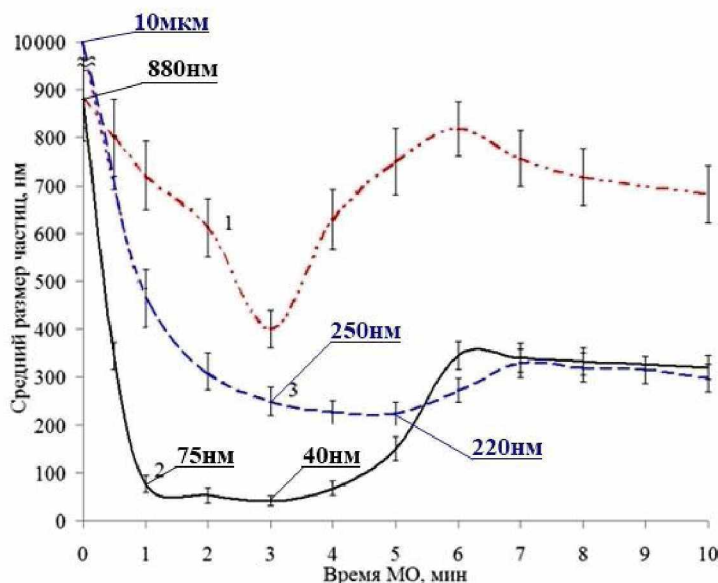


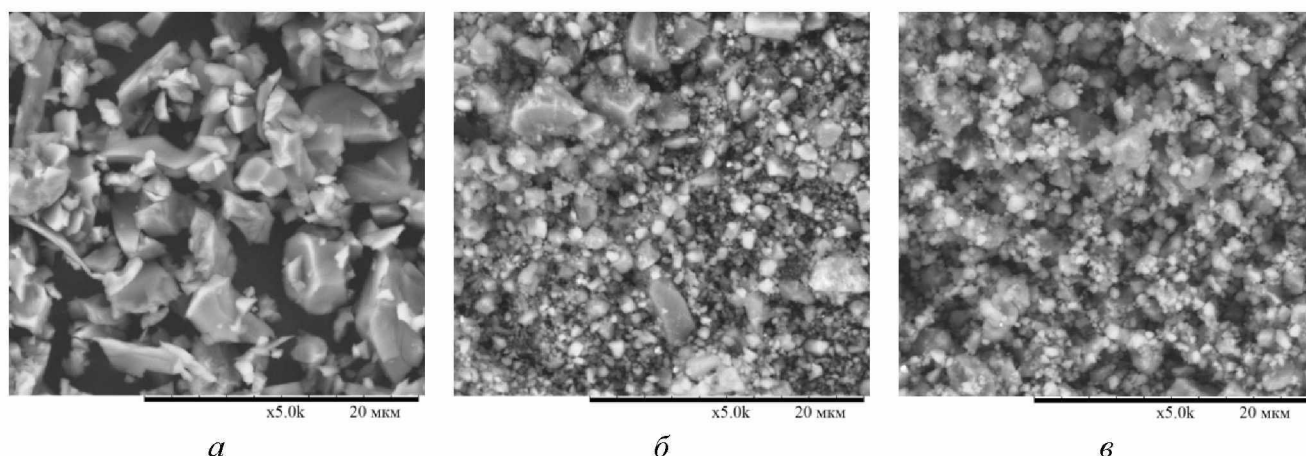
Рисунок 2. Зависимость среднего размера керамических частиц от времени МО: 1 – корунд; 2 – корунд с добавлением ПАВ; 3 – карбид кремния

При механообработке порошков происходят два процесса: измельчение частиц и их агрегация. При МО корунда без поверхностно-активных веществ процесс измельчения преобладает над процессом их агрегации в течение первых трех минут МО (рис. 2, кривая 1). Средний размер частиц при этом равен ~ 400 нм. Затем равновесие смещается в сторону агрегации и при четырех минутах МО средний размер частиц составил порядка ~ 600 нм. Агрегация продолжается до шести минут МО, затем опять наблюдается уменьшение среднего размера частиц.

Введение ПАВ, например, воды, в процессе механообработки способствует изолированию частиц друг от друга и смещению равновесия диспергация-агрегация в сторону диспергирования. Следовательно, при том же времени МО происходит более тонкий помол частиц порошка (рис. 2, кривая 2).

Для карбида кремния время МО, соответствующее минимальному размеру частиц ($d_{cp} \sim 220$ нм), составило 5 мин. (рис. 2, кривая 3).

Морфология порошков корунда исследована с помощью сканирующего электронного микроскопа и представлена на рисунке 3. Средний размер керамических частиц корунда до помола составляет ~ 880 нм, после МО в течение 3 мин. ~ 400 нм; после МО в течение 3 мин с добавлением ПАВ ~ 40 нм.



a

б

в

Рисунок 3. Микрофотографии корунда:

a – до МО ($d_{cp} \sim 880$ нм); *б* – после МО в течение 3 мин ($d_{cp} \sim 400$ нм);

в – после МО в течение 3 мин с добавлением ПАВ ($d_{cp} \sim 40$ нм)

Распределение частиц корунда по размерам, полученное методом лазерного светорассеяния представлено на рисунке 4. Механообработка порошка корунда в течение 3 мин. приводит к измельчению частиц до размера менее 1 мкм (рис.4, б), а в присутствии ПАВ в процессе МО происходит увеличение доли частиц со средним размером 100 нм и менее (рис. 4, в) (распределение частиц по размерам порошка корунда до помола приведено на рисунке 4, а).

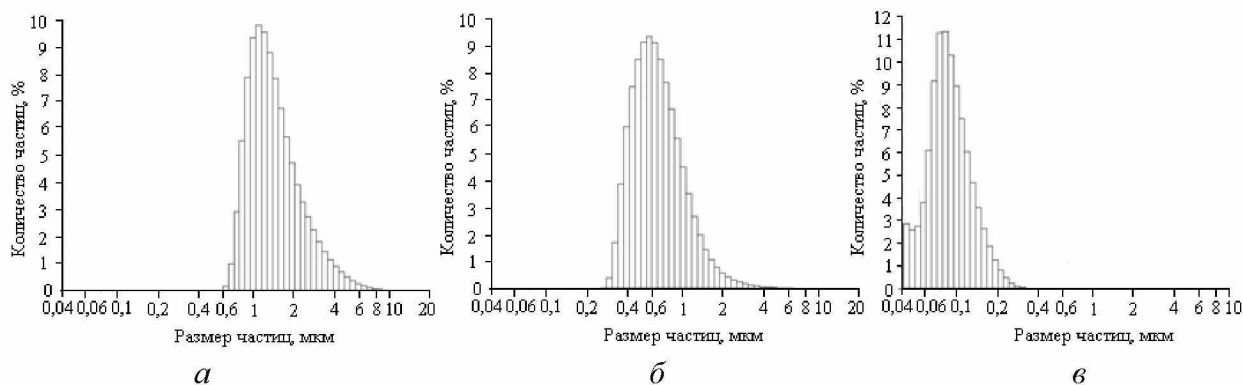


Рисунок 4. Распределение по размерам частиц корунда:

a – до МО; *б* – после МО в течение 3 мин.; *в* – после МО в течение 3 мин. с добавлением ПАВ

Распределение по размерам первичных частиц карбида кремния после механообработки представлено на рисунке 5.

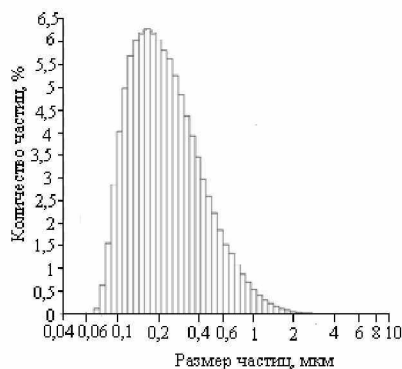


Рисунок 5. Распределение частиц карбида кремния по размерам после МО в течение 5 минут

Из рисунка 5 видно, что частицы имеют более широкую область распределения по размерам после механообработки карбида кремния по сравнению с распределением керамических частиц корунда.

Модификаторы корунд и карбид кремния со средним размером частиц ~ 100 нм и менее получали методом отмучивания (седиментации) порошков в дистиллированной воде и последующей сушки.

Общеизвестный факт, что если частицы в суспензиях очень малы и их размер ($d_{cp} < 0,1$ мкм) приближается к размерам золь, то процесс их седиментации под действием гравитационных сил протекает весьма медленно. На основании литературных данных был проведен расчет времени седиментации сферических частиц корунда и карбида кремния в воде (25°C) при толщине слоя 1 см (табл. 1). Расчеты показали, что сферические керамические частицы корунда и карбида кремния размером ≥ 1 мкм могут быть полностью осаждены за 26 и 35 мин., соответственно, из суспензии, толщина слоя которой 1 см.

Таблица 1 – Расчетная скорость седиментации сферических частиц в воде (25°C)

Радиус частиц, мкм	Время седиментации частиц на 1 см		
	Корунд	Карбид кремния	ед. измерения
10	15	21	с.
1	26	35	мин.
0,1	43	58	ч
0,01	179	241	день
0,001	43	66	год

У полученных порошков (порошки корунда и карбида кремния, седиментированные в воде) далее измерили удельную поверхность методом БЭТ (табл. 2) и рассчитали средний размер частиц.

Таблица 2 – Свойства керамических порошков-модификаторов

Образец модификатора (наполнителя)	Время МО, мин	Неседиментированные		Седиментированные	
		$S_{уд}$, м ² /г	d_{cp} , нм	$S_{уд}$, м ² /г	d_{cp} , нм
Корунд+1,5% ПАВ	1	19,8±2,0	75±8	24.5±2,5	60±6
Карбид кремния	3	7,5±0,8	250±25	10,7±1,1	175±17
Карбид кремния	5	8,4±0,8	220±22	30,8±3,1	60±6

Из данных таблицы 2 видно, что в результате процесса седиментации средний размер частиц порошков-модификаторов составляет порядка ~ 60 нм и более. Чем меньше размер частиц порошков до седиментации, тем больше выход порошка размером частиц порядка ~ 60 нм.

Механообработка керамических порошков достаточно энергозатратна и трудоемка. Поэтому в работе для получения полимерных материалов с улучшенными служебными характеристиками в результате их модифицирования использовали керамические порошки оксида алюминия, седиментированные в воде, со средним размером частиц ~ 60 нм.

Получение полиуретановых композиционных материалов

Литьевые полиуретаны (ЛПУ) относятся к слаборазветвлённым или частично сшитым полимерам, поэтому модифицирование их в расплаве или растворе невозможно. Вследствие этого модифицирование ЛПУ проводили в процессе синтеза, когда исходные компоненты находились в жидком состоянии.

Теоретически наполнитель или модификатор можно вводить в любые жидкие исходные компоненты. Но в ходе выполнения работы было выяснено, что при использовании данной полимерной композиции (СКУ ПФЛ-74 и МОСА), порошки-модификаторы необходимо вводить в преполимер. Предварительно было установлено, что при введении порошков-модификаторов в отвердитель физико-механические характеристики полученных композитов значительно ниже, чем характеристики немодифицированного полимера.

Вследствие вышеизложенного порошки-модификаторы вводили в компоненты, содержащие реакционно-способные изоцианатные (~ NCO) группы, по которым идет основная реакция синтеза (рис. 6), что способствует равномерному распределению частиц наполнителя в полимерной матрице.

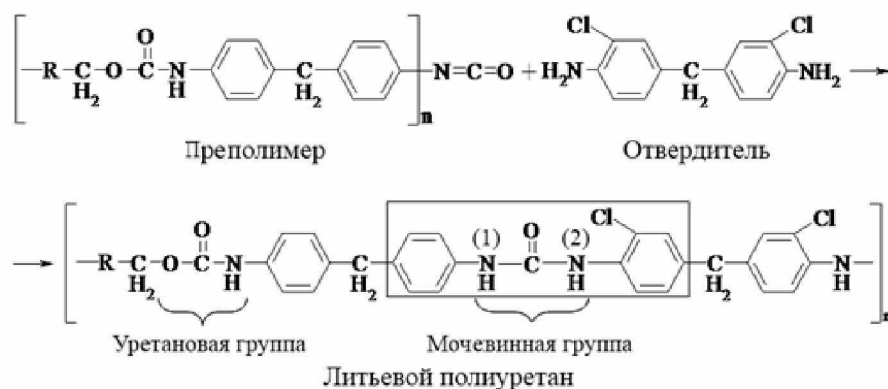


Рисунок 6. Схема синтеза полиуретана

Технологическая схема синтеза композиционных материалов (КМ) на основе полиуретанов ортопедического назначения представлена на рисунке 7.

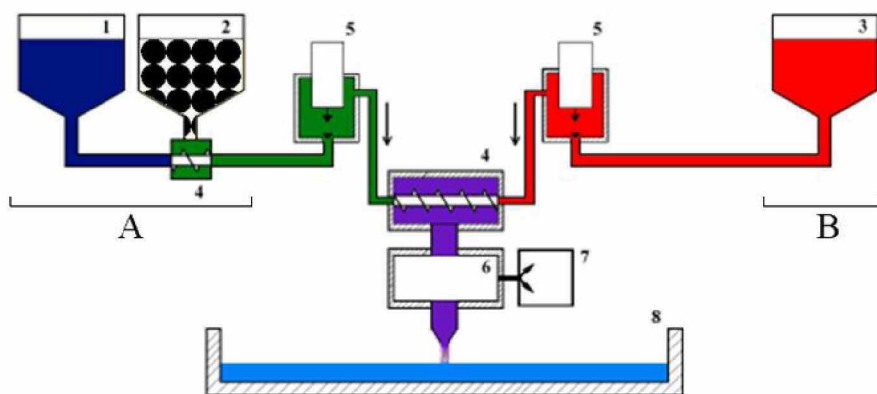


Рисунок 7. Технологическая схема синтеза КМ на основе ЛПУ:

- 1 – преполлимер; 2 – наполнитель; 3 – отвердитель; 4 – смешивательная камера; 5 – дозатор; 6 – вакуум камера; 7 – вакуумный насос; 8 – литьевая форма

В работе применялись компоненты (табл. 3) для изготовления КМ только российского производства.

Таблица 3 – Исходные компоненты для изготовления КМ

№ п/п	Название	Марка
1	Преполлимер	СКУ ПФЛ-74
2	Отвердитель	МОСА
3	Модификатор	Корунд, $d_{cp} \sim 60$ нм

Для исследования зависимости физико-механических характеристик полимерных композитов от дисперсности и концентрации керамических частиц, композиционные материалы получали в виде пластин толщиной несколько миллиметров, степень наполнения варьировали от 0,001 до 0,1 масс. % (0,001; 0,01; 0,1 масс. %) и определяли такие показатели как (табл. 4) плотность, твердость, предел прочности при разрыве, относительное удлинение, стойкость к истиранию.

Таблица 4 – Физико-механические характеристики КМ на основе ЛПУ и керамических порошков-модификаторов

Содержание наполнителя, %	Твердость, Шор А	Плотность, г/см ³	Предел прочности при разрыве		Относительное удлинение		Истираемость	
			МПа	% от немод-го	%	% от немод-го	мм ³ /м	% от немод-го
0	90,3	1,07	17,6	-	564,0	-	38,6	-
0,001	90,1	1,10	24,2	37,5	797,7	41,4	29,8	22,8
0,01	89,8	1,08	23,2	31,2	649,8	15,2	27,5	28,8
0,1	89,9	1,10	19,8	12,5	683,4	21,2	38,1	1,3

Как видно из таблицы, при введении в структуру ЛПУ модификатора в количестве от 0,001 до 0,1 масс.% наблюдается: увеличение относительного удлинения до 41%; увеличение предела прочности при разрыве до 37%; увеличение износостойкости до 29% относительно показателей немодифицированного ЛПУ.

Введение керамических порошков-модификаторов в полимерную матрицу приводит к изменению надмолекулярной структуры, а именно, уменьшению размера зерна полимера (ЗП) (рис. 8) практически в 5 раз.

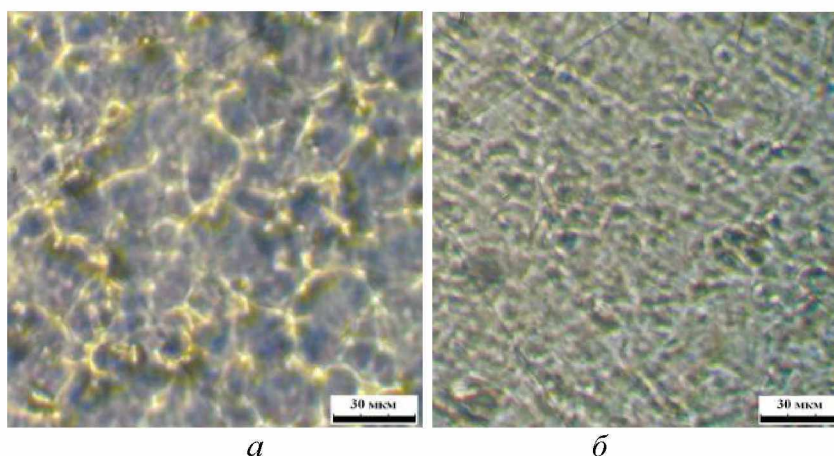


Рисунок 8. Микрофотографии ЛПУ: *а* – немодифицированного; *б* – модифицированного нанопорошками в количестве 0,001 масс.%

Изменение надмолекулярной структуры происходит в результате того, что керамические частицы выступают в роли структурообразующих центров в процессе отверждения полимера. Если вводимые модификаторы равномерно распределены в массе полимера, а их частицы изолированы друг от друга, то одна частица будет являться одним структурообразующим центром (рис. 9, *а-в*). Но если модификатора в массе полимера содержится столько, что его частицы не могут быть равномерно распределены и изолированы друг от друга, то в результате высокой поверхностной энергии происходит их слипание с образованием агрегатов (рис. 9, *г, д*). Агрегаты, также как и первичные частицы, стремятся изолированно распределяться в структуре полимера, но их размер существенно больше, а, следовательно, количество – меньше.

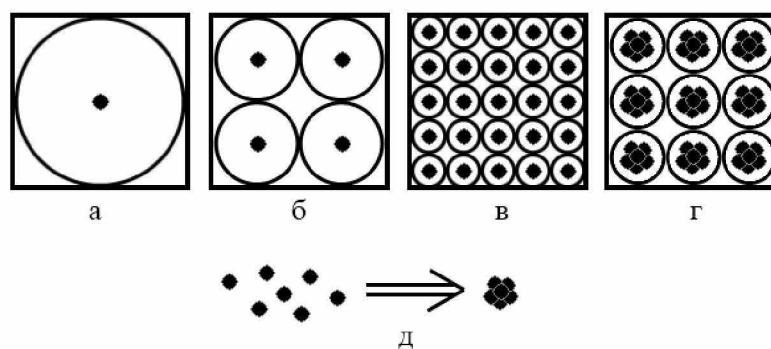


Рисунок 9. Зависимость изменения размера ЗП от количества структурообразующих центров: а – один; б – два; в – равномерно распределены; г – агрегированные частицы; д – процесс агрегации частиц

Для проведения апробации модифицированных композиционных материалов были изготовлены амортизаторы для модуля коленного МК-008 с различным содержанием керамических порошков-модификаторов (от 0,001 до 0,1 масс. %). Исследования были проведены в соответствии с ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 (уровень нагрузки Р6).

Испытания проводились в испытательной лаборатории ООО «Сибинватест», на что получены соответствующие протоколы (Приложения к отчету А-В).

Испытания показали, что модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (от 0,001 до 0,1 масс. %) литьевого полиуретана ортопедического назначения выдержала полный объем испытаний на соответствие требований ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 (уровень нагрузки Р6). Разрушений и недопустимых деформаций не выявлено.

Испытание модели конструкции протеза бедра при более высоких нагрузках, чем уровень Р6, не проводилась так как механическая часть данной модели частичной конструкции протеза бедра на них не рассчитана.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1) Предложен способ модифицирования нанодисперсиями полимерных материалов ортопедического назначения в процессе синтеза. Неорганические добавки (порошки-модификаторы) вводили в преполимер в виде порошков оксида алюминия определенной дисперсности ($d_{cp} = 60$ нм).

2) Методом механообработки были изготовлены порошковые модификаторы состава:

- α -Al₂O₃ ($d_{cp} = 880, 75, 60, 40$ нм);
- SiC ($d_{cp} = 10$ мкм; $d_{cp} = 250, 220, 60$ нм).

3) Исследованы свойства порошков (удельная поверхность, размер частиц, микроструктура поверхности).

4) Изготовлены образцы модифицированного полиуретана с содержанием порошка-модификатора α -Al₂O₃ в пределах 0,001-0,1 масс. %. Количество образцов-композитов – более 40 штук.

5) Исследованы свойства полученных полимерных композитов (относительное удлинение, плотность, предел прочности при разрыве, твердость и др.). Установлены следующие характеристики композитов:

- прочность немодифицированного полиуретана составляет – 17,6 МПа;
- относительное удлинение немодифицированного полиуретана – 564 %;
- прочность модифицированного полиуретана (композита) при разрыве – от 19,8 до 24,2 МПа;
- относительное удлинение композита – от 650 до 798%.

6) Микроструктурными методами определены размеры зерен полимеров:

- немодифицированный – 15 мкм;
- модифицированный – 3-5 мкм.

7) Изготовлены амортизаторы для модуля коленного МК-008 с различным содержанием керамических порошков-модификаторов (от 0,001 до 0,1 масс. %) для проведения апробации модифицированных композиционных материалов.

8) Показано, что модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (от 0,001 до 0,1 масс. %) литьевого полиуретана ортопедического назначения выдержала полный объем испытаний на соответствие требований ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 (уровень нагрузки Р6). Разрушений и недопустимых деформаций не выявлено.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

к отчет о научно-исследовательской работе
на тему:

Модифицирование нанодисперсиями
полимерных материалов ортопедического назначения

Испытательная лаборатория «Сибинватест»
Общества с ограниченной ответственностью «Сибинватест»
Аттестат аккредитации РОСС RU.0001.21 ИМ29 от 14.10.2011 г.
633011, г. Бердск Новосибирской области, ул. Морская 3,
тел./факс: 2-42-13

Всего страниц 4

Руководитель ИЛ «Сибинватест»



Ракчеева И.М.

2016 г.

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

образцов протезов нижних конечностей

№ 001/2338-2016 от «07» октября 2016 г.

Протокол составил:
Ведущий инженер

Мокринский С.Г.

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично
воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

- 1 Заказчик: Горбунов Фёдор Константинович, 633010, Новосибирская обл., г. Бердск, ул. Маяковского, д.93. тел. 8-923-112-37-23
- 2 Изготовитель: Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН
630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, д. 18
- 3 Исполнитель: ООО «Сибинватест», 633010, г. Бердск, Новосибирской обл., ул. Морская
тел.(383-41) 2-42-15
- 4 Образцы для испытаний: Модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (0,001 масс.%) литьевого полиуретана ортопедического назначения СКУ ПФЛ 74.
- 5 Дата проведения испытаний: Начало: 23.09.2016 г.
Конец: 07.10.2016 г.
- 6 Количество образцов: По 4 шт.
- 7 Оборудование для испытаний: Испытания проводились на испытательных машинах типа ИС-1 и ИС-2, аттестованных ФБУ НЦСМ;
- 8 Модель для испытаний: Испытания проводились на модели протеза бедра частичной конструкции
- 9 Объем испытаний: В соответствии с ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 и методикой испытаний на уровень нагрузки Р6
- 10 Цель испытаний Для целей апробации нового материала

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

11 Результаты испытаний

11.1 Статические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п.16.2.1, 16.2.2.

№ Образца	Условие нагружения	Усилие по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 Н	Фактическое усилие, Н	Состояние образца (деформация)	Примечания
Статические проверочные испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.1					
№ 1	I	2490	2495	Без разрушений и недопустимых деформаций	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
	II	2263	2275		
Статические испытания до разрушения по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.2					
№ 1	I	3760: пластич.	4900	Не разрушился	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
		4880: хрупкое			
№ 2	II	3419: пластич.	4490	Не разрушился	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
		4425: хрупкое			

Статические проверочные испытания по схеме нагружения на пятку (условие I) и по схеме нагружения на носок (условие II) не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

Статические испытания до разрушения по схемам I и II не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

11.2 Циклические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.16.3.

№ Образца	Условие нагружения	Усилие по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 Н	Фактическое усилие, Н	Число циклов	Примечания
Циклические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.16.3					
№1	I	50-1580	40...60 - 1580...1585	3 млн.	Частота 2 Гц
№2	II	50-1450	40...60 - 1450...1460	3 млн.	Частота 2 Гц

Амортизатор на основе модифицированного нанодисперсиями (0,1 масс.%) литьевого полиуретана, входящего в состав модели, выдержал испытания.

Разрушений и недопустимых деформаций не отмечено.

Статические проверочные испытания образцов, прошедших полный объем циклических испытаний не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
 Настоящий протокол не может быть полностью или частично воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

12 Соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 10328-2007 по результатам испытаний образцов

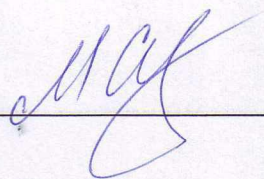
Вид испытаний	Схема испытаний	Пункт ГОСТР ИСО 10328-2007	Соответствие
Статические проверочные	I	16.2.1	Соответствует
	II	16.2.1	
Статические до разрушения	I	16.2.2	Соответствует
	II	16.2.2	
Циклические	I	16.3	Соответствует
	II	16.3	
Статические проверочные по завершению циклических	I	16.2.2.1.2	Соответствует
	II	16.2.2.1.2	

Заключение

Испытуемая модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (0,001 масс.%) литьевого полиуретана ортопедического назначения СКУ ПФЛ 74 – выдержала полный объем испытаний на соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 (уровень нагрузки Р6).

Разрушений и недопустимых деформаций не выявлено.

Ответственный за испытания: _____



Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично
воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

к отчет о научно-исследовательской работе
на тему:

Модифицирование нанодисперсиями
полимерных материалов ортопедического назначения

Испытательная лаборатория «Сибинватест»
Общества с ограниченной ответственностью «Сибинватест»
Аттестат аккредитации РОСС RU.0001.21 ИМ29 от 14.10.2011 г.
633011, г. Бердск Новосибирской области, ул. Морская 3,
тел./факс: 2-42-13

Всего страниц 4

Руководитель ИЛ «Сибинватест»



Ракчеева И.М.

2016 г.

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

образцов протезов нижних конечностей

№ 001/2337-2016 от «07» октября 2016 г.

Протокол составил:
Ведущий инженер

A handwritten signature in blue ink, appearing to be "С.Г. Мокринский".

Мокринский С.Г.

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично
воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

- 1 Заказчик: Горбунов Фёдор Константинович, 633010, Новосибирская обл., г. Бердск, ул. Маяковского, д.93. тел. 8-923-112-37-23
- 2 Изготовитель: Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН
630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, д. 18
- 3 Исполнитель: ООО «Сибинватест», 633010, г. Бердск, Новосибирской обл., ул. Морская
тел.(383-41) 2-42-15
- 4 Образцы для испытаний: Модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (0,01 масс.%) литьевого полиуретана ортопедического назначения СКУ ПФЛ 74.
- 5 Дата проведения испытаний: Начало: 23.09.2016 г.
Конец: 07.10.2016 г.
- 6 Количество образцов: По 4 шт.
- 7 Оборудование для испытаний: Испытания проводились на испытательных машинах типа ИС-1 и ИС-2, аттестованных ФБУ НЦСМ;
- 8 Модель для испытаний: Испытания проводились на модели протеза бедра частичной конструкции
- 9 Объем испытаний: В соответствии с ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 и методикой испытаний на уровень нагрузки Р6
- 10 Цель испытаний Для целей апробации нового материала

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично
воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

11 Результаты испытаний

11.1 Статические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п.16.2.1, 16.2.2.

№ Образца	Условие нагружения	Усилие по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 Н	Фактическое усилие, Н	Состояние образца (деформация)	Примечания
Статические проверочные испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.1					
№ 1	I	2490	2490	Без разрушений и недопустимых деформаций	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
	II	2263	2265		
Статические испытания до разрушения по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.2					
№ 1	I	3760: пластич.	4890	Не разрушился	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
		4880: хрупкое			
№ 2	II	3419: пластич.	4500	Не разрушился	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
		4425: хрупкое			

Статические проверочные испытания по схеме нагружения на пятку (условие I) и по схеме нагружения на носок (условие II) не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

Статические испытания до разрушения по схемам I и II не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

11.2 Циклические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.16.3.

№ Образца	Условие нагружения	Усилие по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 Н	Фактическое усилие, Н	Число циклов	Примечания
Циклические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.16.3					
№1	I	50-1580	40...60 - 1580...1590	3 млн.	Частота 2 Гц
№2	II	50-1450	40...60 - 1450...1470	3 млн.	Частота 2 Гц

Амортизатор на основе модифицированного нанодисперсиями (0,1 масс.%) литьевого полиуретана, входящего в состав модели, выдержал испытания. Разрушений и недопустимых деформаций не отмечено.

Статические проверочные испытания образцов, прошедших полный объем циклических испытаний не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
 Настоящий протокол не может быть полностью или частично воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

12 Соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 10328-2007 по результатам испытаний образцов

Вид испытаний	Схема испытаний	Пункт ГОСТР ИСО 10328-2007	Соответствие
Статические проверочные	I	16.2.1	Соответствует
	II	16.2.1	
Статические до разрушения	I	16.2.2	Соответствует
	II	16.2.2	
Циклические	I	16.3	Соответствует
	II	16.3	
Статические проверочные по завершению циклических	I	16.2.2.1.2	Соответствует
	II	16.2.2.1.2	

Заключение

Испытуемая модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (0,01 масс.%) литьевого полиуретана ортопедического назначения СКУ ПФЛ 74 – выдержала полный объем испытаний на соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 (уровень нагрузки Р6).

Разрушений и недопустимых деформаций не выявлено.

Ответственный за испытания:



Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично
воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинвест»

ПРИЛОЖЕНИЕ В

к отчет о научно-исследовательской работе
на тему:

Модифицирование нанодисперсиями
полимерных материалов ортопедического назначения

Испытательная лаборатория «Сибинватест»
Общества с ограниченной ответственностью «Сибинватест»
Аттестат аккредитации РОСС RU.0001.21 ИМ29 от 14.10.2011 г.
633011, г. Бердск Новосибирской области, ул. Морская 3,
тел./факс: 2-42-13

Всего страниц 4

Руководитель ИЛ «Сибинватест»



Ракчеева И.М.

2016 г.

ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

образцов протезов нижних конечностей

№ 001/2319-2016 от «15» сентября 2016 г.

Протокол составил:
Ведущий инженер

Мокринский С.Г.

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично
воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

- 1 Заказчик: Горбунов Фёдор Константинович, 633010, Новосибирская обл., г. Бердск, ул. Маяковского, д.93. тел. 8-923-112-37-23
- 2 Изготовитель: Институт химии твердого тела и механохимии СО РАН
630128, г. Новосибирск, ул. Кутателадзе, д. 18
- 3 Исполнитель: ООО «Сибинватест», 633010, г. Бердск, Новосибирской обл., ул. Морская
тел.(383-41) 2-42-15
- 4 Образцы для испытаний: Модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (0,1 масс.%) литьевого полиуретана ортопедического назначения СКУ ПФЛ 74.
- 5 Дата проведения испытаний: Начало: 25.08.2016 г.
Конец: 15.09.2016 г.
- 6 Количество образцов: По 4 шт.
- 7 Оборудование для испытаний: Испытания проводились на испытательных машинах типа ИС-1 и ИС-2, аттестованных ФБУ НЦСМ;
- 8 Модель для испытаний: Испытания проводились на модели протеза бедра частичной конструкции
- 9 Объем испытаний: В соответствии с ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 и методикой испытаний на уровень нагрузки Р6
- 10 Цель испытаний: Для целей апробации нового материала

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест».

11 Результаты испытаний

11.1 Статические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п.16.2.1, 16.2.2.

№ Образца	Условие нагружения	Усилие по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 Н	Фактическое усилие, Н	Состояние образца (деформация)	Примечания
Статические проверочные испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.1					
№ 1	I	2490	2490	Без разрушений и недопустимых деформаций	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
	II	2263	2270		
Статические испытания до разрушения по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.п. 16.2.2					
№ 1	I	3760: пластич.	4900	Не разрушился	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
		4880: хрупкое			
№ 2	II	3419: пластич.	4500	Не разрушился	Скорость нагружения 100 Н/с, выдержка 30с
		4425: хрупкое			

Статические проверочные испытания по схеме нагружения на пятку (условие I) и по схеме нагружения на носок (условие II) не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

Статические испытания до разрушения по схемам I и II не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

11.2 Циклические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.16.3.

№ Образца	Условие нагружения	Усилие по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 Н	Фактическое усилие, Н	Число циклов	Примечания
Циклические испытания по ГОСТ Р ИСО 10328-2007 п.16.3					
№1	I	50-1580	40...60 - 1580...1590	3 млн.	Частота 2 Гц
№2	II	50-1450	40...60 - 1450...1460	3 млн.	Частота 2 Гц

Амортизатор на основе модифицированного нанодисперсиями (0,1 масс.%) литьевого полиуретана, входящего в состав модели, выдержал испытания. Разрушений и недопустимых деформаций не отмечено.

Статические проверочные испытания образцов, прошедших полный объем циклических испытаний не привели к разрушению амортизатора или к его недопустимой деформации.

Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»

12 Соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 10328-2007 по результатам испытаний образцов

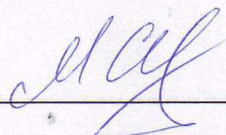
Вид испытаний	Схема испытаний	Пункт ГОСТР ИСО 10328-2007	Соответствие
Статические проверочные	I	16.2.1	Соответствует
	II	16.2.1	
Статические до разрушения	I	16.2.2	Соответствует
	II	16.2.2	
Циклические	I	16.3	Соответствует
	II	16.3	
Статические проверочные по завершению циклических	I	16.2.2.1.2	Соответствует
	II	16.2.2.1.2	

Заключение

Испытуемая модель частичной конструкции протеза бедра в составе: МК-008 и амортизатора для модуля коленного на основе модифицированного нанодисперсиями (0,1 масс.%) литьевого полиуретана ортопедического назначения СКУ ПФЛ 74 – выдержала полный объем испытаний на соответствие требованиям ГОСТ Р ИСО 10328-2007 и ГОСТ Р 51191-2007 (уровень нагрузки Р6).

Разрушений и недопустимых деформаций не выявлено.

Ответственный за испытания: _____



Настоящий протокол касается только образцов, подвергнутых испытаниям
Настоящий протокол не может быть полностью или частично
воспроизведен без письменного согласия ИЛ «Сибинватест»