



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۶۳۴

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO
20634

1st.Edition
2016

کاشتنی‌های جراحی - گرماسنجی روبشی
تفاضلی پلیمرهای پلی‌اتراترکتون (PEEK)
و ترکیبات مورد استفاده در وسایل پزشکی
قابل کاشت - روش آزمون

**Implants for surgery - Differential
scanning calorimetry of poly ether ether
ketone (PEEK) polymers and compounds
for use in implantable medical devices-
test method**

ICS: 11.040.40

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« کاشتنی‌های جراحی – گرماسنجی روبشی تفاضلی پلیمرهای پلی‌اتراکتون (PEEK) و ترکیبات مورد استفاده در وسایل پزشکی قابل کاشت »

<u>رئیس:</u>	<u>سمت و/یا نمایندگی</u>
فرجی، رحیم (کارشناسی ارشد شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد
<u>دبیر:</u>	
شعبانیان، میثم (دکتری شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد
<u>اعضاء:</u> (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
آریا نسب، فضا (دکتری شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد
جهانگیری، معصومه (کارشناسی ارشد شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد
حاجی بیگی، محسن (دکتری شیمی)	دانشگاه خوارزمی
خالقی مقدم، ماهرو (کارشناسی ارشد شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد
خنکدار، حسین علی (دکتری مهندسی پلیمر)	پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
مهدی، روحانی (دکتری علوم و صنایع چوب و کاغذ)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد
رئیس، احمد (کارشناسی ارشد شیمی)	دانشگاه اراک
سلیمی، سید حمید (دکترای شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد
کرد، بهزاد (دکتری علوم و صنایع چوب و کاغذ)	سازمان ملی استاندارد ایران پژوهشگاه استاندارد

متالوژی رازی

شرکت تینا جام

عطاریان، میترا

(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

واحدی، حسن

(کارشناسی شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۴	۴ وسایل و مواد
۴	۵ آزمون‌های آزمون
۵	۶ شرایط آزمون و آماده سازی آزمون‌ها
۵	۷ کالیبراسیون دستگاه
۶	۸ روش کار
۷	۹ گزارش آزمایش و خواص معمولی
۷	۱۰ دقت

پیش‌گفتار

استاندارد « کاشتنی‌های جراحی - گرماسنجی روبشی تفاضلی پلیمرهای پلی‌اتراکتون (PEEK) و ترکیبات مورد استفاده در وسایل پزشکی قابل کاشت» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در ۵۵۵ امین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۱۳۹۴/۱۲/۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

منبع و مأخذی (منابع و مأخذی) که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 15309:2013, Implants for surgery -- Differential scanning calorimetry of poly ether ether ketone (PEEK) polymers and compounds for use in implantable medical devices

مقدمه

این استاندارد روش‌های آزمون گرماسنج روبشی تفاضلی^۱ (DSC) برای پلی‌اتر اترکتون^۲ (PEEK) را توصیف می‌کند، که می‌تواند برای مقاصد تضمین کیفیت، بررسی‌های معمول مواد خام و محصولات نهایی PEEK یا برای تعیین داده‌های مقایسه‌ای مورد نیاز برای برگه داده‌ها^۳ یا پایگاه داده‌ها^۴ استفاده شود.

-
- 1- Differential scanning calorimetry
 - 2- poly ether ether ketone
 - 3- Data sheets
 - 4- Data bases

کاشتنی‌های جراحی – گرماسنجی روبشی تفاضلی پلی‌اتراکتون (PEEK) و ترکیبات مورد استفاده در وسایل پزشکی قابل کاشت

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای آنالیز حرارتی پلی‌اتراکتون (PEEK) مورد استفاده در ساخت تجهیزات پزشکی قابل کاشت، با استفاده از گرماسنج روبشی تفاضلی می‌باشد. دماهای انتقال قابل اندازه‌گیری شامل دمای انتقال شیشه‌ای^۱ (T_g)، دمای ذوب^۲ (T_m) و دمای بلورینگی^۳ در هنگام سرد کردن (T_c) می‌باشند.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند. در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است.

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۷۱۸۶-۱: پلاستیک‌ها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۱: اصول کلی

۲-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۷۱۸۶-۳: پلاستیک‌ها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۳: تعیین دما و آنتالپی ذوب و تبلور

2-3 ISO 11357-2, Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 2: Determination of glass transition temperature and glass transition step height

1- Glass transition temperature
2 - Melting temperature
3 - Crystallization temperature

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استاندارد ملی ایران به شماره ۱-۷۱۸۶، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز بکار می روند.

۱-۳

انتقال شیشه‌ای

به تغییر حالت برگشت پذیر مولکولهای یک پلیمر بی شکل یا نواحی بی شکل در یک پلیمر نیمه بلوری، به هنگام گرمادهی تا یک دمای معین اطلاق می شود که در آن، پلیمر از حالت سخت و شکننده مشابه با شیشه به یک حالت منعطف و کشسان تبدیل می گردد، که به وسیله تغییر حالت در جریان گرمادهی شناسایی می شود.

۲-۳

برون یابی کردن دمای شروع انتقال شیشه ای

T_{ieg}

دمایی که خط مبنای^۱ برون یابی شده، در طرف دمای پایین نمودار، به وسیله خط مماس بر نقطه عطف نمودار قطع می شود.

۳-۳

دمای نقطه میانی انتقال شیشه ای

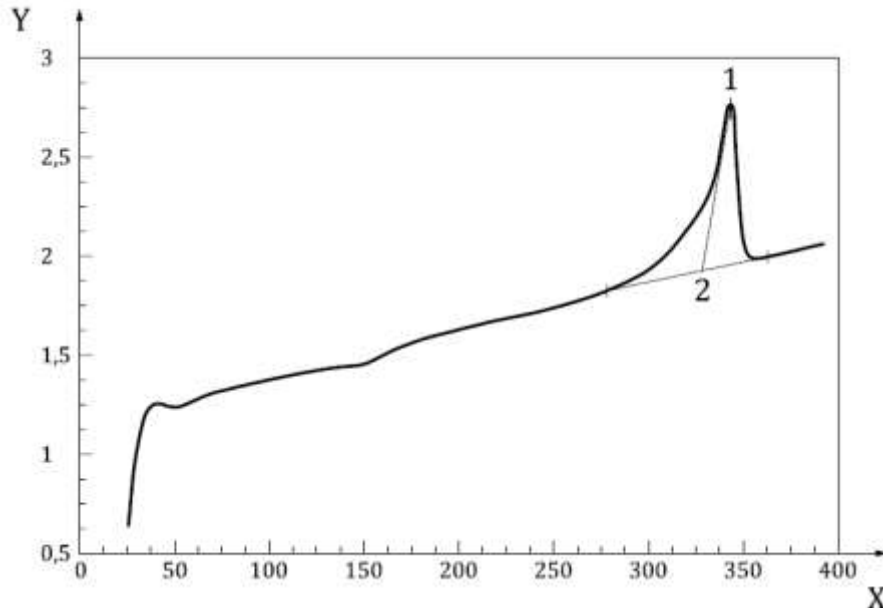
دمایی که منحنی به وسیله یک خط بین دو خط مبنای برون یابی شده، قطع می شود.

۴-۳

دمای ذوب

T_m

دمایی که حالت جامد کاملاً یا نیمه بلوری به یک مایع ویسکوز بی شکل تغییر می یابد که به وسیله یک پیک گرمایی در منحنی DSC نشان داده می شود. یادآوری - به شکل ۱ مراجعه شود.



راهنما:

X: دما °C

Y: جریان گرما

۱ پیک گرماگیر

۲: 328.58 °C / 49.13 J/g

شکل ۱- منحنی DSC معمول برای PEEK)

۵-۳

بلورینگی

انتقال بین حالت مایع بی‌شکل به حالت جامد کامل یا نیمه بلوری است که به وسیله یک پیک گرماده در منحنی گرماسنجی روبشی تفاضلی نشان داده می‌شود.

۴ وسایل و مواد

۱-۴

گرماسنج روبشی تفاضلی

ویژگی‌های اصلی دستگاه باید طبق موارد مشخص شده در بند ۵-۱ استاندارد ملی ایران به شماره ۷۱۸۶-۱ باشد.

۲-۴

ظرف‌های نمونه

ظرف‌های مواد و نمونه مرجع باید اندازه و جرم یکسان داشته باشند و از مواد یکسان ساخته شده باشند. مواد سازنده ظرف‌ها باید از لحاظ فیزیکی و شیمیایی تا دمای 500°C ، روی PEEK تأثیری نداشته باشد. مانند آلومینیوم.

۳-۴

ترازو

ترازو باید توانایی اندازه‌گیری جرم نمونه، ظرف نمونه و ظرف رفرنس تا دقت $\pm 0.1\text{ mg}$ را داشته باشد.

۴-۴

مواد مرجع

حداقل دو ماده مرجع تضمین شده در محدوده دمایی اندازه‌گیری شده، نیاز می‌باشد.

۵-۴

گاز مورد نیاز

از گازهای مخصوص آنالیز باید استفاده شود.

۵ نمونه‌های آزمون

هشدار: PEEK یک پلیمر نیمه بلوری سخت می‌باشد و در طی عمل بریدن، به منظور جلوگیری از آسیب (زخم شدن دست) باید مراقب بود.

نمونه‌های مورد آزمایش از پلیمر PEEK، می‌تواند به شکل‌های پودری، گرانول یا قرص باشد یا ممکن است از تکه‌های پلیمر اکستروود شده یا قالب‌گیری شده، بریده شود. هنگام بریدن نمونه‌ها باید دقت لازم جهت جلوگیری از گرم شدن و جهت‌گیری مجدد^۱ نمونه مد نظر قرار گیرد، زیرا موارد ذکر شده بر روی خواص پلیمر اثر گذار می‌باشد. در حالت ایده آل یک چاقوی جراحی تیز، قیچی یا یک میکروتون باید استفاده شود.

۶ شرایط آزمون و آماده سازی آزمونه‌ها

۱-۶

شرایط آزمون

آزمون باید در شرایط محیط آزمایشگاه انجام شود. دستگاه DSC، باید حداقل یک ساعت قبل از آزمون به منظور به تعادل رسیدن دمایی و الکتریکی روشن شود.

۲-۶

آماده سازی آزمونها

آزمونها باید حداقل ۴ ساعت در یک دمای ثابت بین 18°C و 28°C قرار گیرد.

۷ کالیبراسیون دستگاه

۱-۷

کالیبراسیون دما

دمای انتقال را برای دو ماده استاندارد تعیین و دمای ابتدایی برون یابی بر طبق استاندارد ISO.11557-1 اندازه گیری کنید. مقادیر تعریف شده را با مقادیر ثبت شده مقایسه کنید. تکرار پذیری کالیبراسیون دمایی باید بهتر از ۲٪ باشد.

۲-۷

کالیبراسیون انرژی

دمای ذوب را برای دو ماده استاندارد تعیین کنید و این مقادیر را با مقادیر اسمی مقایسه کنید. تکرار پذیری باید در محدوده ۲٪ باشد.

۸ روش کار

۱-۸

اندازه گیری خط مبنا

ظرفهای^۱ خالی با جرمهای اسمی یکسان را در محل نمونه مرجع و نمونه آزمون در نگهدارنده ظرف قرار دهید. شرایط را جهت انجام آزمایش تنظیم کنید. منحنی DSC ثبت شده (خط مبنای دستگاه) باید نزدیک به خط مستقیم سرتاسر محدوده دمایی مورد نیاز باشد. اگر انحنای قابل توجهی در خط مبنای مشاهده شد، ظرف نگهدارنده کروسیبیل، برای آلودگی بررسی شود.

یادآوری - با ابزارهای کنترل کننده کامپیوتری هر انحنای باقی مانده می‌تواند با کم کردن خط مبنای دستگاه از منحنی DSC تصحیح شود.

در صورتی که نتوان یک خط مستقیم قابل قبول به دست آورد، منحنی DSC را بعد از تأیید تکرارپذیری آن ثبت کنید.

۲-۸

آماده‌سازی نمونه

- حداقل دو نمونه برای هر بهر یا نمونه تحت بررسی با استفاده از روش زیر باید آماده شود.
- ظرف^۱ نمونه و سرپوش با تقریب 0.1mg وزن کنید.
- نمونه PEEK را درون ظرف قرار دهید. جرم نمونه باید بین 5mg تا 15mg تنظیم شود. جرم نمونه با دقت 0.1mg ثبت شود.
- ظرف مهر و موم شده حاوی نمونه را دوباره وزن کرده و با دقت 0.1mg ثبت کنید.
- ظرف نمونه را با استفاده از یک سرپوش بر طبق روش پیشنهاد شده سازنده (کارخانه) مهر و موم کنید.
- ظرف نمونه مرجع را با دقت 0.1mg وزن و ثبت کنید. درب ظرف را با استفاده از یک سرپوش بر طبق روش پیشنهاد شده سازنده (کارخانه) مهر و موم شود.
- ظرف مهر و موم شده حاوی نمونه مرجع را دوباره توزین و با دقت 0.1mg وزن آن ثبت شود.

۳-۸

قرار دادن ظرف های نمونه

با استفاده از یک ابزار مناسب (مثلاً انبرک)، ظرف های حاوی نمونه مرجع و نمونه آزمون را درون کوره مخصوص DSC قرار دهید. از تماس مناسب بین پایه سلول و کوره مطمئن شوید. دریچه دستگاه را ببندید.

۴-۸

برنامه روبش دما

برنامه دمایی زیر باید استفاده شود:

- الف- نمونه از 30°C تا 400°C با سرعت $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ حرارت داده شود.
- ب- در 400°C به مدت ۵ دقیقه نگه داشته شود.
- پ- از 400°C تا 30°C با سرعت $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ سرد شود.
- ت- مجدداً از 30°C تا 400°C با سرعت $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ حرارت داده شود.

۵-۸

بررسی نمونه

ظرف نمونه را از دستگاه خارج کنید و هر گونه سر ریز شدن و تغییر شکل ظرف را بررسی کنید. در صورت وجود، درپوش ظرف را بردارید تا نمونه آزمون باقی مانده برای مشاهده تبخیر یا واکنش مشاهده شود. به دلیل پایداری ذاتی PEEK و ترکیبات PEEK، سرریز شدن از ظرف یا تغییر شکل ظرف نباید اتفاق بیفتد. اگر هر مدرکی دال بر تبخیر یا واکنش در PEEK یا ترکیب PEEK مشاهده شد، نتیجه قابل قبول نمی باشد.

۶-۸

تحلیل داده ها

۱-۶-۸

کلیات

داده ها باید بر طبق دستورالعمل سازنده دستگاه پردازش شود.

۲-۶-۸

دمای ذوب

دمای ذوب باید بر طبق استاندارد ملی ایران به شماره ۷۱۸۶-۳ تعیین و ثبت شود.

۳-۶-۸

دمای بلورینگی

دمای بلورینگی باید مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۷۱۸۶-۳ تعیین و ثبت شود.

۴-۶-۸

دمای انتقال شیشه ای

دمای انتقال شیشه ای باید از چرخه حرارتی دوم مطابق با ISO11357-2 اندازه گیری شود. این دما می تواند هم به عنوان T_{eig} یا T_{mg} ثبت شود.

۹ گزارش آزمون و خواص نوعی

علاوه بر اطلاعات مورد نیاز استاندارد ملی ایران به شماره ۷۱۸۶-۱، گزارش آزمون باید شامل تعداد بهر یا تعداد نمونه‌های مرجع باشد.

محدوده دمایی انتقال در جدول ۱ آورده شده است. اگر دمای هر انتقالی برای هر دسته پلیمر PEEK یا مواد PEEK تحت آزمون خارج از محدوده مورد انتظار باشد، ممکن است برای کاربردهای کاشتنی جراحی مناسب نباشد.

۱۰ دقت

دقت این روش تا وقتی که داده های بین آزمایشگاهی در دسترس نباشد، نامعلوم است. وقتی که داده های بین آزمایشگاهی بدست آید، دقت روش نیز می تواند اضافه شود.

جدول ۱: محدوده انواع دماهای انتقال

پارامتر	دمای انتقال °C
T_g	۱۲۵ تا ۱۶۵
T_m	۳۲۰ تا ۳۶۰
T_c	۲۶۰ تا ۳۲۰