



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۷۴۴۶-۳

چاپ اول

ISIRI

7446-3

1st.edition

کاشتنی های جراحی -
کاشتنی هیدروکسی آپاتیتی -
قسمت سوم: آنالیز شیمیایی و تعیین
مشخصات حالت بلوری و خلوص فازی

**Implants for surgery - Hydroxyapatite -
Part 3: Chemical analysis and
characterization of crystallinity and phase
purity**

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه 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 سا زمانها 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، مؤسسه استاندارد 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 آنها 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 مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

¹ - International organization for Standardization

² - International Electro technical Commission

³ - International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

⁴ - Contact point

⁵ - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد «کاشتنی های جراحی – کاشتنی هیدروکسی آپاتیتی –
قسمت سوم: آنالیز شیمیایی و تعیین مشخصات حالت بلوری و خلوص فازی»

رئیس:

ضیائی موید، علی اکبر
(دکترای مهندسی مواد)

دبیر:

فرجی، رحیم
(لیسانس شیمی کاربردی)

اعضا: (به ترتیب حروف الفبا)

اسپندار، رامین
(پزشک، متخصص ارتوپدی)

آغشتی، زهرا
(لیسانس مهندسی پزشکی)

امانی، حمید
(لیسانس مهندسی سرامیک)

حاذق جعفری، کوروش
(دکترای دامپزشکی)

خلیلیان، وحید
(لیسانس مهندسی مکانیک)

دلفی، حسین
(لیسانس مهندسی متالورژی)

رضائی راد، عارف
(لیسانس مهندسی صنایع)

عطاریان، میترا
(فوق لیسانس مهندسی مواد)

صیادی، سعید
(فوق لیسانس مهندسی الکترونیک)

سمت یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه صنعتی شریف

کارشناس گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

استادیار دانشکده پزشکی دانشگاه تهران

کارشناس اداره نظارت بر اجرای استاندارد
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

کارشناس اداره کل تجهیزات پزشکی وزارت
بهداشت و درمان و آموزش پزشکی

کارشناس گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شرکت تهران ارکاک

کارشناس گروه پژوهشی مکانیک
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شرکت آتیلا ارتوپد

مدیر علمی مرکز متالورژی رازی

انجمن صنفی تولید کنندگان تجهیزات پزشکی،
دندانپزشکی و آزمایشگاهی

فائقی، فرانک
(فوق لیسانس فیزیک پزشکی)

سرپرست گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

قدیمی، سعید
(لیسانس شیمی)

کارشناس وزارت صنایع و معادن

طیب زاده، سید مجتبی
(فوق لیسانس مهندسی پزشکی)

کارشناس گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

محمد پور، حسین
(لیسانس مهندسی مکانیک)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

معینیان، سید شهاب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ح	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات، تعاریف و علائم
۲	۳-۱ اصطلاحات و تعاریف
۲	۳-۲ علائم
۳	۴ روش های آنالیز
۳	۵ دستگاهها، واکنشگرها و نمونه های کالیبراسیون
۳	۵-۱ دستگاههای آنالیز شیمیایی
۳	۵-۲ واکنشگرها برای آنالیز شیمیایی
۴	۵-۳ وسایل و نمونه های کالیبراسیون برای آنالیز پراش اشعه ایکس
۴	۵-۳-۱ کلیات
۴	۵-۳-۲ دستگاهها
۴	۵-۳-۳ نمونه های کالیبراسیون
۵	۵-۴ دستگاه مادون قرمز
۵	۶ جمع آوری الگوی پراش اشعه ایکس
۵	۶-۱ کلیات
۵	۶-۲ تعیین فازهای بلوری شده
۶	۷ آماده کردن نمونه آزمون
۶	۷-۱ پوشش
۶	۷-۳ آنالیز بوسیله اشعه ایکس
۷	۸ رسم منحنی های کالیبراسیون
۷	۸-۱ کلیات
۷	۸-۲ رسم منحنی های کالیبراسیون برای فازهای خارجی
۷	۸-۲-۱ رسم منحنی کالیبراسیون تری کلسیم فسفات β / هیدروکسی آپاتیت
۷	۸-۲-۲ رسم منحنی کالیبراسیون اکسید کلسیم / هیدروکسی آپاتیت
۹	۸-۳ رسم منحنی های کالیبراسیون برای محاسبه نسبت کلسیم به فسفات

۹	۹ آنالیز شیمیایی
۹-۱	۹-۱ بیان نتایج آزمون
۱۰	۱۰ نسبت کلسیم به فسفر
۱۰-۱	۱۰-۱ کلیات
۱۰-۲	۱۰-۲ روش کار
۱۲	۱۲ تعیین کمی و کیفی فازهای خارجی
۱۲-۱	۱۲-۱ شرح
۱۲-۲	۱۲-۲ بیان نتایج آزمون
۱۲	۱۲ تعیین نسبت بلوری
۱۲-۱	۱۲-۱ کلیات
۱۲-۲	۱۲-۲ آماده سازی نمونه
۱۳	۱۳ درجه بندی سرامیک ها
۱۴	۱۴ گزارش آزمون
۱۴	پیوست الف (اطلاعاتی) آلودگی فسفات کلسیم
		پیوست ب (الزامی) آزمون خلوص فازهای مورد استفاده برای دست یابی به منحنی های
۱۵	کالیبراسیون
		پیوست پ (اطلاعاتی) مثال هائی از الگوی پراش اشعه ایکس جمع آوری شده از مخلوط های
۱۷	مختلف مورد استفاده در رسم منحنی های کالیبراسیون
۱۹	پیوست ت (اطلاعاتی) موقعیت خطوط مورد استفاده در اندازه گیری نسبت بلوری
۲۰	پیوست ث (الزامی) مثال هایی از روشهای آماده سازی مواد مرجع
۲۲	پیوست ج (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد "کاشتنی‌های جراحی- کاشتنی هیدروکسی آپاتیتی- قسمت سوم: آنالیز شیمیایی و تعیین مشخصات حالت بلوری و خلوص فازی که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در دویست و سیزدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۸۷/۱۱/۲۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک 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.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 13779-3:2008, Implants for surgery— Hydroxyapatite —Part 3: Chemical analysis and characterization of crystallinity and phase purity.

کاشتنی های جراحی - کاشتنی هیدروکسی آپاتیتی -

قسمت سوم: آنالیز شیمیایی و تعیین مشخصات حالت بلوری و خلوص فازی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشهای آزمون ارزیابی و آنالیز شیمیایی ترکیب فازی^۱ و حالت بلوری هیدروکسی آپاتیت بر پایه موادی از قبیل پوشش ها و محصولات سینترشده^۲ می باشد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات، جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/یا اصلاحیه ها و تجدید نظر های بعدی این مدارک مورد نظر نیست.

معهدنا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظر های مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بودن تاریخ چاپ و/یا تجدید نظر، آخرین چاپ و/یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع شده است مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۱: آب مورد مصرف در آزمایشگاه آنالیز- ویژگیها و روشهای آزمون (تجدید نظر)

2-2 ISO 565, Test sieves –Metal wire cloth, perforated metal plat and electroformed sheet- Nominal size of opening.

2-3 ISO 10993-14, Biological evaluation of medical devices — Part 14: Identification and quantification degradation products from ceramics.

2-4 ISO 13779-2, Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 2: Coatings of hydroxyapatite.

2-5 ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration.

2-6 laboratories Sheets JCPDS 09-0169; JCPDS 9-348; JCPDS 9-432; JCPDS 72-1243;

¹ - Phase composition

² - Sintered

JCPDS 25-1137; JCPDS 70-1379; JCPDS 4-0777; JCPDS 82-1690 Elements of X-ray Diffraction, B. D. CULLINITY, 2nd ed., Addison-Wesley, Reading, MA, 1978 (JCPDS = Joint Committee on Powder Diffraction Standards).

۳ اصطلاحات، تعاریف و علائم

۱-۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۱-۳

منحنی کالیبراسیون

ترسیم حاصل از محاسبه که، انتگرال شدت^۱ اندازه گیری شده از روی الگوی پراش اشعه ایکس را به محتوای فازهای خارجی^۲ یا نسبت کلسیم به فسفر (Ca:P)، تبدیل می کند.

۲-۱-۳

حد تشخیص

ده برابر مقدار انحراف استاندارد یک آزمون شاهد^۳.

۳-۱-۳

ارتفاع

فاصله نوک پیک و خط پایه در الگوی پراش اشعه ایکس که مقدار زمینه از آن کم شده است.

۴-۱-۳

شدت تابع اولیه

مساحت ناحیه بین پیک و خط پایه در الگوی پراش اشعه ایکس در حالتی که مقدار زمینه از آن کم شده باشد.

۵-۱-۳

تراشیدن

برداشتن پوشش از روی مواد پایه بدون برداشتن مواد پایه

۶-۱-۳

نسبت سیگنال به نوفه

نسبت ارتفاع یک پیک از الگوی پراش اشعه ایکس به بیشترین انحراف نوسان خط پایه

۲-۳

علائم

P دانسیته

d فاصله بین شبکه های داخلی

¹ - Integrated intensity

² - Foreign phases content

³ - Blank

۴ روش های آنالیز

روشهای ذکر شده در زیر مورد آزمون قرار گرفته اند. این فهرست محدودکننده نیست.

الف - طیف سنجی جذب اتمی، روش هیدریدی با اصلاح نوفه زمینه^۱،

ب- طیف سنجی جذب اتمی الکترو حرارتی با اصلاح کننده ماتریکس^۲،

برای مثال : نیترات پالادیم منیزیم.

پ- طیف سنجی جذب اتمی شعله ای بعد از امتزاج و جداسازی^۳،

ت- کوپل القائی پلاسما (ICP)،

ث- طیف سنجی جرمی کوپل القائی پلاسما (ICP – MS^۴) .

روشهای طیف سنجی زیر عموماً برای آنالیز مقدار ناچیز عناصر^۵ مورد استفاده قرار می گیرند:

ج- طیف سنجی جذب اتمی (AAS^۶)،

ح- طیف سنجی جرمی کوپل القائی پلاسما.

۵ دستگاهها، واکنشگرها و نمونه های کالیبراسیون

۱-۵ دستگاههای آنالیز شیمیایی

نمونه آزمون باید در وسایلی با حداقل ویژگی های زیر نگه داری شود.

الف- شیشه کلاس A که به دقت با اسید شسته شده و با آب درجه دو مطابق با استاندارد ملی ایران به

شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۱ شسته شده باشد،

ب- بالن تفلونی (یا مشابه آن)،

پ- یک دستگاه آنالیز کمی مناسب که حداکثر حد تشخیص آن برابر حد داده شده در استاندارد

ISO13779-2 باشد.

۲-۵ واکنشگرها برای آنالیز شیمیایی

واکنشگرها باید دارای کیفیت آنالیزی زیر باشند:

۱-۲-۵ آب درجه دو مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۱،

۲-۲-۵ اسید نیتریک حداقل ۵۲/۵ درصد با چگالی ۱/۳۳،

۳-۲-۵ پراکسید هیدروژن ۳۰ درصد حجمی با چگالی ۱/۱۱،

۴-۲-۵ محلول استاندارد از عناصری که قرار است تعیین شوند، به وسیله توزین و یا از محلول های

استاندارد تجارتي موجود تهیه شود.

1- Background noise

2- Matrix modifiers

3- Complexion and extraction

4-Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

5- Trace elements

6- Atomic Absorption Spectrometer

۲-۵ وسایل و نمونه های کالیبراسیون برای آنالیز پراش اشعه ایکس

۱-۲-۵ کلیات

دستگاه پراش اشعه ایکس باید قابلیت تفکیک و تکرار پذیری حداقل 0.02° در مقیاس 2θ درجه داشته و اجازه ثبت موقعیت پیک پراش و شدت را بدهد. در صورت استفاده از گونیامتر^۱، یک منبع تغذیه تثبیت شده مورد نیاز است. شرایط جمع آوری الگوی پراش اشعه ایکس، امکان کاهش اثرگذاری دستگاه در نیم عرض پهنای شدت را مهیا می سازد. این شرایط باید برای نمونه آزمون و مخلوط مورد استفاده در آماده سازی منحنی کالیبراسیون یکسان باشد.

۲-۳-۵ دستگاهها

دستگاهها باید شامل موارد زیر باشند.

۱-۲-۳-۵ هاون از جنس آلومینیم، آگات^۲ یا سایر مواد مناسب،

۲-۲-۳-۵ غربال مطابق با استاندارد ISO565

۳-۲-۳-۵ کوره با قابلیت حفظ دما تا (1000 ± 25) درجه سلسیوس،

۴-۲-۳-۵ دسیکاتور با تله^۳ CO₂.

۳-۳-۵ نمونه های کالیبراسیون

نمونه های ذکر شده در زیر باید مورد استفاده قرار گیرند.

الف- تری کلسیم فسفات β خالص دارای الگوی پراش اشعه ایکس مطابق با JCPDS 09-0169، این نمونه باید مطابق با الزامات توصیف شده در پیوست ب باشد.

یادآوری-۱- تری کلسیم فسفات β می تواند مطابق پیوست ث و یا از پودر استاندارد تجارتي تهیه شود.

ب- تری کلسیم فسفات α خالص که دارای یک الگوی پراش اشعه ایکس طبق آنچه که در JCPDS09-0169 توصیف شده است، می باشد.

یادآوری-۲- تری کلسیم فسفات α می تواند مطابق با پیوست ث و یا از پودر استاندارد تجارتي تهیه شود.

پ- آپاتیت خالص دارای یک الگوی پراش اشعه ایکس طبق JCPDS 9-348 یا JCPDS 72-124 می باشد و آن باید مطابق با الزامات توصیف شده در پیوست ب باشد.

یادآوری-۳- آپاتیت خالص می تواند مطابق با پیوست ث و یا از پودر استاندارد تجارتي تهیه شود.

ت- تترا کلسیم فسفات خالص دارای یک الگوی پراش اشعه ایکس طبق JCPDS 25-1137 یا JCPDS 70- 1379 می باشد.

¹- Goniometric

²- Agate

³- Trap

یادآوری ۴- تتراکلسیم فسفات خالص می تواند مطابق با پیوست ۳ و یا از پودر استاندارد تجارتي تهیه شود.

ث- اکسیدکلسیم خالص دارای یک الگوی پراش اشعه ایکس طبق آنچه که در JCPDS 4-0777 یا JCPDS 82-1690 توصیف شده است می باشد و آن باید مطابق با الزامات توصیف شده در پیوست ب باشد.

یادآوری ۵- اکسیدکلسیم خالص می تواند به طور تجارتي نیز تهیه شود.

۴-۵ دستگاه مادون قرمز

دستگاه طیف سنج مادون قرمز فوریه (FTIR) می تواند در تشخیص شیمیایی ترکیبات معدنی و آلی مورد استفاده قرارگیرد. طول موج نور جذب شده مشخصه ای از پیوند شیمیایی است و بوسیله تغییر طیف مادون قرمز جذب شده، پیوندهای شیمیایی در یک مولکول مشخص می شود.

دستگاه طیف سنج مادون قرمز فوریه (FTIR) مورد استفاده باید حداقل دارای قدرت تفکیک 4 cm^{-1} در گستره 400 cm^{-1} تا 4000 cm^{-1} باشد.

۶ جمع آوری الگوی پراش اشعه ایکس

۱-۶ کلیات

تنظیمات دستگاه پراش سنج باید طوری باشد که قدرت تفکیک 0.02° درجه در مقیاس زاویه 2θ و نسبت سیگنال به نوفه بیشتر از ۲۰ برای پیک ۲۱۱ آپاتیت را میسر سازد (در اغلب موارد نسبت سیگنال به نوفه بیشتر از ۵۰ توصیه شده است).

شدت انتگرال گیری شده پیک های مورد نظر باید بدون حذف دکانولوشن^۱ و یا نرم افزار تفکیک پیک ها، قابل اندازه گیری باشند.

شدت انتگرال گیری شده پیک همه فازها باید با صحت بهتر از ۵ درصد با استفاده از پلانی متری^۲ و یا، با استفاده از نرم افزار مناسب در صورت نصب کامپیوتری تعیین شود. شدت انتگرال گیری شده برابر مساحت ناحیه بین خط پایه و پیک مورد نظر است که مقدار زمینه از آن کم شده باشد. زمان انتگرال گیری، کمی نمودن حداقل ۵ درصد از هر فاز خارجی را ممکن می کند.

۲-۶ تعیین فازهای بلوری شده

فازهای بلوری جدا شده باید مطابق با خطوط مشخصه زیر قابل شناسائی باشند:

- تری کلسیم فسفات β باید مطابق با خطوط داده شده در JCPDS 09-0169 قابل شناسائی باشد،
- تری کلسیم فسفات α باید مطابق با خطوط داده شده در JCPDS 9-348 قابل شناسائی باشد،
- آپاتیت خالص باید مطابق با خطوط داده شده در JCPDS 9-432, JCPDS 72-1243 قابل شناسائی باشد،
- تترا کلسیم فسفات باید مطابق با خطوط داده شده در JCPDS 25-1137 و JCPDS 70-1379 قابل شناسائی باشد.

¹- Deconvolution

²- Planimeter

- اکسید کلسیم باید مطابق با خطوط داده شده در JCPDS 82-1690، JCPDS 4-0777 قابل شناسائی باشد.

خطوط طیفی انتخاب شده می تواند:

- خط 0.2.10 ($d = 2.88 \times 10^{-10} \text{m}$) از تری کلسیم فسفات β ،

- خط 441,170 ($d = 2.905 \times 10^{-10} \text{m}$) از تری کلسیم فسفات α ،

- خط 040 ($d = 2.995 \times 10^{-10} \text{m}$) از تترا کلسیم فسفات،

- خط 200 ($d = 2.405 \times 10^{-10} \text{m}$) از اکسید کلسیم،

- خط 210 یا ۲۱۱ ($d = 3.08 \times 10^{-10} \text{m}$ or $d = 2.88 \times 10^{-10} \text{m}$) از آپاتیت باشد.

سایر خطوط طیفی نیز ممکن است انتخاب شوند به شرط آنکه بر حساسیت شناسائی تاثیرگذار نباشند. موقعی که محتویات فازهای خارجی بالا و به ویژه اگر ۵ فاز بلوری موجود هستند (آپاتیت، تترا کلسیم، تری کلسیم آلفا و بتا و اکسید کلسیم)، اصلاح حساسیت با استفاده از نرم افزار کامپیوتری با احتساب تداخل طیفی، باید اعمال شود.

یادآوری - تعیین کمی فازهای خارجی امری دقیق و حساس است چرا که از یک طرف تداخل طیفی و پهن شدگی خطوط ناشی از حضور فازهای خارجی و از طرف دیگر تغییر وضعیت خطوط شدت ترسیم شده آپاتیت ناشی از حضور اکسی هیدروکسی آپاتیت کار را مشکل می کند. مقادیر کم تترا کلسیم فسفات، تری کلسیم فسفات α ، تری کلسیم فسفات β و اکسید کلسیم در ارتباط با خط مرجع فاز آپاتیته که هیچ گونه تداخلی با خطوط شدت این فازها ندارد، مشخص می شوند.

اطلاعات بیشتر در پیوست پ داده شده است.

۷ آماده کردن نمونه آزمون

۱-۷ پوشش

در صورتی که پوشش وجود داشته باشد، یک مرحله آماده سازی قبل از جدا سازی نمونه ضروری است که می تواند توسط روشهای مختلفی (تراشیدن، پاره کردن^۱ و غیره) انجام گیرد بطوری که سبب کمترین میزان آلودگی نمونه شود. برای پوششهای نازک، جدا نمودن آن از لایه زیرین بسیار با اهمیت است.

یادآوری - مواد پایه نازکی که شن پاشی مختصری روی آن انجام شده می تواند توسط یک محلول پوشش داده شود، به طوریکه با خم کردن آن بتوان پوشش اصلی را جدا کرد.

۲-۷ نمونه غیر پودری باید به شکل پودر در آید.

۳-۷ آنالیز بوسیله اشعه ایکس

برای آنالیز بوسیله اشعه ایکس همه نمونه ها (رسوب، پودر و غیر پودری) باید کوبیده شده و سپس اندازه ذرات باید بررسی شود. ماکزیمم اندازه دانه ها باید $40 \mu\text{m}$ باشد. اندازه ذرات پارامتر مهمی در اندازه گیری ها می باشد. یک روش خرد کردن مشابه باید برای آماده کردن نمونه های آزمون و مخلوط های

^۱-Tearing

منحنی های کالیبراسیون بکار برده شود. اجتناب از هر گونه آلودگی ضروری است. همه نمونه های آزمون را در دسیکاتور نگه دارید.

۸ رسم منحنی های کالیبراسیون

۱-۸ کلیات

از نمونه های کالیبراسیون توصیف شده در بند ۵-۳-۳ برای رسم منحنی های کالیبراسیون استفاده کنید. همه نمونه های کالیبراسیون را خرد کرده و از آلودگی آنها جلوگیری کنید. اندازه ذرات را بررسی نمایید. ماکزیمم اندازه دانه ها باید $40 \mu m$ باشد. اندازه ذرات پارامتر مهمی در اندازه گیری ها می باشد. روش خرد کردن مشابه برای آماده کردن نمونه های آزمون و منحنی های کالیبراسیون مخلوط ها باید بکار برده شود. همه نمونه های آزمون را در دسیکاتور نگه دارید. همان روش خرد کردن را باید برای آماده کردن نمونه های آزمون و مخلوط های منحنی های کالیبراسیون بکار برده شود.

حداقل سه الگوی پراش اشعه ایکس را باید برای هریک از مخلوط های زیر همان طور که در بند ۶ توصیف شده است جمع آوری کنید.

۲-۸ رسم منحنی های کالیبراسیون برای فازهای خارجی

۱-۲-۸ رسم منحنی کالیبراسیون هیدروکسی آپاتیت نسبت به تری کلسیم فسفات β

با خرد کردن و توزین، مخلوط های نمونه کالیبراسیون خالص (به بند ۵-۳-۳ رجوع کنید) از هیدروکسی آپاتیت و تری کلسیم فسفات β حاوی مقدار بیشتری از تری کلسیم فسفات β ایجاد نمایید. یک الگوی پراش اشعه ایکس در گستره طیف های انتخاب شده (پیک ۲۱۰ یا پیک ۲۱۱ از آپاتیت و پیک ۰.۲.۱۰ از تری کلسیم فسفات β) ایجاد نمایید.

انتگرال شدت پیک های انتخاب شده آپاتیت و تری کلسیم فسفات β را اندازه گیری نموده و با استفاده از نسبت زیر محاسبه نمایید:

$$R_1 = \frac{\text{انتگرال شدت پیک 210 یا پیک 211 از آپاتیت}}{\text{انتگرال شدت پیک 0.2.10 از تری کلسیم فسفات } \beta}$$

که R_1 تابعی از درصد جرم جزئی تری کلسیم فسفات β می باشد.

۲-۲-۸ رسم منحنی کالیبراسیون هیدروکسی آپاتیت نسبت به اکسید کلسیم

از یک اکسید کلسیم که به تازگی کلسیمی شده و در دسیکاتور نگه داری می شود، استفاده نمایید. با خرد کردن و توزین مخلوط های نمونه کالیبراسیون خالص (به بند ۵-۳-۳ رجوع کنید) از هیدروکسی آپاتیت و اکسید کلسیم حاوی مقدار بیشتری از اکسید کلسیم ایجاد نمایید. منحنی پراشی را در محدوده مربوط به پیک های انتخاب شده (پیک ۲۱۰ یا پیک ۲۱۱ و پیک ۲۰۰ از اکسید کلسیم) ایجاد نمایید.

انتگرال شدت پیک های انتخاب شده آپاتیت و اکسید کلسیم را اندازه گیری نموده و با استفاده از نسبت زیر محاسبه نمایید:

$$R_2 = \frac{\text{انتگرال شدت پیک 210 یا پیک 211 از آپاتیت}}{\text{انتگرال شدت پیک 200 از اکسید کلسیم}}$$

که R_2 تابعی از درصد جرم جزئی اکسید کلسیم می باشد.

۳-۲-۸ رسم منحنی کالیبراسیون هیدروکسی آپاتیت نسبت به تری کلسیم فسفات α

با خرد کردن و توزین کردن مخلوط های نمونه کالیبراسیون خالص (به بند ۳-۳-۵ رجوع کنید) از هیدروکسی آپاتیت و تری کلسیم فسفات α حاوی مقدار فزاینده تری کلسیم فسفات α ایجاد نمایید. منحنی پراشی را درگستره پیک های انتخاب شده (پیک ۲۱۰ یا پیک ۲۱۱ از آپاتیت و پیک ۲۰۰ از تری کلسیم فسفات) ایجاد نمایید. یک الگوی پراش اشعه ایکس درگستره مطابق با پیک های انتخاب شده (پیک ۲۱۰ یا پیک ۲۱۱ از آپاتیت و پیک ۱۷۰، ۴۴۱ از تری کلسیم فسفات α) ایجاد نمایید. انتگرال شدت از پیک های انتخاب شده آپاتیت و تری کلسیم فسفات α را اندازه گیری نموده و با استفاده از نسبت زیر محاسبه نمایید:

$$R_3 = \frac{\text{انتگرال شدت پیک 210 یا پیک 211 از آپاتیت}}{\text{انتگرال شدت پیک 170, 441 از تری کلسیم فسفات } \alpha}$$

که R_3 تابعی از درصد جرم جزئی تری کلسیم فسفات α می باشد.

۴-۲-۸ رسم منحنی کالیبراسیون هیدروکسی آپاتیت نسبت به تترا کلسیم فسفات

با خرد کردن و توزین کردن مخلوط های نمونه کالیبراسیون خالص (به بند ۳-۳-۵ رجوع کنید) از هیدروکسی آپاتیت و تتراکلسیم فسفات حاوی مقدار فزاینده تری کلسیم فسفات ایجاد نمایید. یک الگوی پراش اشعه ایکس در گستره پیک های انتخاب شده (پیک ۲۱۰ یا پیک ۲۱۱ از آپاتیت و پیک 040 از تترا کلسیم فسفات) ایجاد کنید. انتگرال شدت پیک های انتخاب شده آپاتیت و تتراکلسیم فسفات را اندازه گیری نموده و نسبت زیر را محاسبه نمایید:

$$R_4 = \frac{\text{انتگرال شدت پیک 210 یا پیک 211 از آپاتیت}}{\text{انتگرال شدت پیک 040 از تترا کلسیم فسفات}}$$

که R_4 تابعی از درصد جرم جزئی از اکسید کلسیم می باشد.

۳-۸ رسم منحنی های کالیبراسیون برای محاسبه نسبت کلسیم به فسفات

۱-۳-۸ رسم منحنی کالیبراسیون هیدروکسی آپاتیت نسبت به تری کلسیم فسفات β

با خرد کردن و توزین کردن مخلوط های نمونه کالیبراسیون خالص (به بند ۳-۳-۵ رجوع کنید) از هیدروکسی آپاتیت و تری کلسیم فسفات β حاوی مقدار فزاینده تری کلسیم فسفات β ایجاد نمایید. یک الگوی پراش اشعه ایکس در گستره با پیک های انتخاب شده (پیک ۲۱۰ یا پیک ۲۱۱ از آپاتیت و پیک 0.2.10 از تری کلسیم فسفات β) ایجاد نمایید. انتگرال شدت از پیک های انتخاب شده آپاتیت و تری کلسیم فسفات β را اندازه گیری نموده و با استفاده از نسبت زیر محاسبه نمایید:

انتگرال شدت 210 یا پیک 211 از آپاتیت

$$R_5 = \frac{\text{انتگرال شدت پیک 0.2.10 از تری کلسیم فسفات } \beta}{\text{انتگرال شدت 210 یا پیک 211 از آپاتیت}}$$

که R_5 تابعی از درصد جرم جزئی از تری کلسیم فسفات β می باشد. یا از نسبت (Ca:P) از مخلوط محاسبه شده مطابق مقادیر توزین شده می باشد.

۲-۳-۸ رسم منحنی کالیبراسیون هیدروکسی آپاتیت نسبت به اکسید کلسیم

از یک اکسید کلسیمی که به تازگی کلسیمی شده و در دسیکاتور نگه داری می شود استفاده نمایید. با خرد کردن و توزین کردن مخلوط های نمونه کالیبراسیون خالص (به بند ۳-۳-۵ رجوع کنید) از هیدروکسی آپاتیت و اکسید کلسیم حاوی مقدار فزاینده اکسید کلسیم ایجاد نمایید. یک الگوی پراش اشعه ایکس را در گستره پیک های انتخاب شده (پیک ۲۰۲ از آپاتیت و پیک ۲۰۰ از اکسید کلسیم) ایجاد نمایید. انتگرال شدت از پیک های انتخاب شده آپاتیت و اکسید کلسیم را اندازه گیری نموده و با استفاده از نسبت زیر محاسبه نمایید:

انتگرال شدت پیک 202 از آپاتیت

$$R_6 = \frac{\text{انتگرال شدت پیک 202 از آپاتیت}}{\text{انتگرال شدت پیک 200 از اکسید کلسیم}}$$

که R_6 تابعی از درصد جرم جزئی از اکسید کلسیم یا از نسبت (کلسیم به فسفر) از مخلوط محاسبه شده مطابق مقادیر توزین شده می باشد.

۹ آنالیز شیمیایی

۱-۹ کلیات

این بخش روشهایی را برای تشخیص آرسینیک، مس، کادمیم و سرب موجود در پوششهای کاشتنی های جراحی بر پایه فسفات کلسیم مشخص می کند. ممکن است آنالیز سایر عناصر نیز لازم باشد.

این آزمون شامل تهیه محلولی از مخلوط پراکسید هیدروژن/ اسید و آب بوده و تشخیص عناصر توسط روش طیف سنجی انجام می شود.

یک نمونه آزمون (همان طور که در بند ۷ توصیف شده است) که برای روش مورد نظر مناسب می باشد، را بردارید. در صورت لزوم نمونه آزمون را در یک بالن تفلونی یا مشابه آن (بدلیل مشکل بودن تشخیص جیوه)، با ۳۰ ml آب درجه دو به اضافه یک میلی لیتر اسید نیتریک و دو میلی لیتر پراکسید هیدروژن عمل آورده و آن را در یک آون با دمای (110 ± 10) درجه سلسیوس، حداقل به مدت ۴ ساعت قرار دهید. پس از آن اجازه دهید تا خنک شود. آن را در یک بالن ۵۰ ml ریخته و آب آبکشی را اضافه نمایید. آب درجه دو را تا رسیدن حجم به ۵۰ میلی لیتر اضافه کنید. سپس درب آن را گذاشته و آن را همگن کنید. یک نمونه شاهد نیز همزمان با آن تهیه کنید.

اندازه گیری را برای حداقل سه نمونه انجام دهید مقدار میانگین و انحراف استاندارد را محاسبه کرده و در گزارش آزمون ثبت کنید.

۹-۲ بیان نتایج آزمون

مقدار ناخالصی هایی که کمتر از حد تشخیص هستند باید به صورت زیر بیان شوند:

As < 1 mg/kg
Cd < 1.5 mg/kg
Hg < 1.51 mg/kg
Pb < 101 mg/kg

اگر مقدار ناخالصی بزرگتر از حد تعیین شده باشد باید تا ۰٫۱ mg برای As، Hg و Cd و تا ۱ mg/kg برای مس کاهش داده شود.

۱۰ نسبت کلسیم به فسفر

۱-۱۰ کلیات

بعد از یکنواخت کردن و کلسینه کردن در ۱۰۰۰ درجه سلسیوس، فسفات کلسیمی که حاوی نسبت اتمی کلسیم به فسفر بین ۱٫۵ و ۲ است، شامل حداکثر دو فاز:

- α و یا β تری کلسیم فسفات وهیدرو کسی آپاتیت اگر نسبت کلسیم به فسفر پایین تر از ۱٫۶۶۷ باشد.
- هیدروکسی آپاتیت واکسید کلسیم اگر نسبت کلسیم به فسفر بالاتر از ۱٫۶۶۷ باشد. می باشد.

این روش شامل مقایسه شدت پیک منحنی مشخصه پراش اشعه ایکس هیدروکسی آپاتیت و پیک تری کلسیم فسفات β برای نمونه هائی است که نسبت اتمی کلسیم به فسفر آنها بین ۱٫۵ و ۱٫۶۶۷ و یا پیک اکسید کلسیم برای نمونه هایی است که نسبت اتمی کلسیم به فسفر آنها بین ۱٫۶۶۷ و ۲ می باشند.

۱۰-۲ روش کار

نمونه آزمون را در یک بوته آلومینیومی یا پلاتینی قرار داده و در دمای (25 ± 1000) درجه سلسیوس به مدت حداقل ۱۵ ساعت در هوا بسوزانید. نمونه را از کوره بیرون آورده (در حالی که دما در حد ۱۰۰۰

درجه سلسیوس است) و آن را بلافاصله در دسیکاتور قرار دهید. نمونه باید عاری از اکسی آپاتیت باشد. این موضوع را توسط طیف سنج مادون قرمز طبق روش کار زیر ارزیابی کنید.

- یک قرص ۴۰۰ میلی گرمی از KBr حاوی ۲ mg از نمونه آزمون تهیه کنید.
- طیف مادون قرمز آن را ثبت کنید. عدم وجود خط در 434 Cm^{-1} موید عدم حضور اکسی آپاتیت است. چنانچه اکسی آپاتیت مشاهده گردد، یکی از روشهای زیر را بکار برید:

نمونه را دوباره در دمای (1000 ± 25) درجه سلسیوس به مدت حداقل ۱۵ ساعت در یک بوته آلومینیومی و پلاتین با بخار آب تحت فشار 10^5 پاسکال قرار دهید.

یا

یک بار دیگر نمونه را در هوای محیط و دمای (10 ± 840) درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت قرار دهید. در صورت لزوم آن را تراشیده و به یک دستگاه آنالیز گرانولی منتقل کنید. اندازه ذرات پارامتر مهمی در این اندازه گیری می باشد. همان روش تراشیدن برای آماده سازی نمونه آزمون و مخلوط منحنی کالیبراسیون باید بکار گرفته شود.

یادآوری- در دمای ۱۰۰ درجه سلسیوس در هوا، تبدیل هیدروکسی آپاتیت احیا شده (HA) ، $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ به هیدرواکسی آپاتیت اکسید شده (OHA) ، $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_{2-x}\text{O}_{0/5x}$ بصورت جزئی می تواند اتفاق بیفتد.

۱-۳ اندازه گیری بر روی نمونه

الگوی پراش اشعه ایکس را برای نمونه آزمون تهیه کنید. اگر بیشتر از یک فاز خارجی مشاهده شود و یا اگر حضور یک فاز خارجی غیر از β و/یا تری کلسیم فسفات α یا اکسید کلسیم قابل تشخیص باشد (تترا کلسیم فسفات، پیروفسفات کلسیم و غیره)، نمونه ها را خرد کرده و آنها را بسوزانید (به بند ۷ رجوع کنید).

شدت پیک های انتخابی را اندازه گرفته و نسبت R_5 یا R_6 را محاسبه کنید. برای تعیین نسبت Ca:P به منحنی های کالیبراسیون مراجعه کنید. در صورتی که اکسید کلسیم و α و/یا β تری کلسیم فسفات، قابل تشخیص نباشند، آپاتیت استوکیومتریک محسوب می شود. اندازه گیری را حداقل برای سه نمونه آزمون انجام دهید. مقدار میانگین و انحراف استاندارد را محاسبه و در گزارش آزمون ثبت کنید.

۱-۴ انتخاب پیک های پراش

کلسیم به فسفر کمتر از ۱/۶۶۷:

- پیک ۲۱۰ یا ۲۱۱ هیدروکسی آپاتیت ($d=3.08 \times 10^{-10} \text{m}$),

- پیک 0.2.10 تری کلسیم فسفات ($d=2.880 \times 10^{-10} \text{m}$).

کلسیم به فسفر بیشتر از ۱/۶۶۷:

- پیک ۲۰۰ اکسید کلسیم ($d=2.405 \times 10^{-10} \text{m}$),

- پیک ۲۰۲ هیدروکسی آپاتیت ($d=2.631 \times 10^{-10} \text{m}$).

۱-۵ بیان نتایج

نتایج باید به وسیله اعداد بدون واحد و بصورت نسبت اتمی Ca:P تا دو رقم اعشار گرد شده بیان شود.

۱۱ تعیین کمی و کیفی فازهای خارجی

۱-۱۱ شرح

یک الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه آزمون تهیه نمایید. شدت پیک های انتخاب شده را همان طور که در بند ۶ توصیف شده است اندازه بگیرید. نسبت های R_1 به R_2 را با مراجعه به منحنی کالیبراسیونی که در تشخیص محتویات فاز های خارجی بکار می روند محاسبه کنید. اندازه گیری را حداقل برای سه نمونه انجام دهید. مقدار میانگین و انحراف استاندارد را محاسبه کرده و در گزارش آزمون ثبت نمایید.

۱۱-۲ بیان نتایج آزمون

نتایج باید بر حسب درصد فازهای خارجی نسبت به فاز آپاتیت بیان شوند.

یادآوری ۱- فاز آپاتیتی که متشکل از تعداد بی شماری رسوبات پلاسما می باشد، اساساً از اکسی هیدروکسی آپاتیت تشکیل گردیده که شدت خطوط پراش آن تفاوت قابل توجهی با هیدروکسی آپاتیت استوکیومتریک دارد.

یادآوری ۲- عیوب فاز آپاتیت (ترکیبات مختلف، شبکه ها، عیوب توده ای و غیره) منجر به یک الگوی پراش اشعه ایکس می شود که انتگرال شدت (سطح خط) آن کمتر از آپاتیت بلوری صد درصد است. لذا مقادیر به دست آمده نمی تواند نشانگر وضعیت درست و دقیق رسوبات باشد. بعلاوه همه فازهای خارجی در ارتباط با هیدروکسی آپاتیت تعیین می شوند و مجموع درصد های بدست آمده برابر ۱۰۰٪ نمی باشند.

۱۲ تعیین نسبت بلوری

۱-۱۲ کلیات

تعیین نسبت فاز آپاتیتی بلوری شده، بر پایه اندازه گیری انتگرال شدت ده خط به درستی انتخاب شده از الگوی پراش اشعه ایکس نمونه و اندازه گیری همان ده خط در الگوی بلور کامل مرجع انجام می شود.

یادآوری ۱- نسبت تبلور محاسبه شده، تنها یک برآورد از فاز آپاتیتی بلوری شده است، بدون اینکه فاز های خارجی در نظر گرفته شده باشد.

یادآوری ۲- فاز آپاتیتی که شامل تعداد بیشماری از رسوبات پلاسما می باشد، اساساً از اکسی هیدروکسی آپاتیت تشکیل شده است که شدت پراش اشعه ایکس آن اختلاف قابل توجهی با هیدروکسی آپاتیت استوکیومتریک دارد.

۱۲-۲ آماده سازی نمونه

آماده کردن نمونه در بند ۷ توصیف شده است. نمونه نباید حرارت داده شده یا کلسینه شود.

۱۲-۳ روش کار

یک الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه آزمون و از استاندارد توصیف شده در بند ۶ ایجاد نمایید. با استفاده از یک پلانی متر یا با کمک یک نرم افزار مناسب اگر از کامپیوتر استفاده می شود، انتگرال شدت ده خط آپاتیت، از نمونه و از استاندارد با دقتی بهتر از ۵ درصد فراهم نمائید. مقدار میانگین و انحراف استاندارد را محاسبه کرده و در گزارش آزمون ثبت کنید.

۴-۱۲ بیان نتایج

$$\text{نتیجه} = \frac{\text{انتگرال شدت ده خط از نمونه}}{\text{انتگرال شدت ده خط از استاندارد}} \times 100 = \text{نسبت کریستالی ده خط در هیدروکسی آپاتیت}$$

نتایج باید برحسب درصد بیان شود.

۱۳ درجه بندی سرامیک ها

شناسائی و تعیین کمی محصولات درجه بندی شده از سرامیک ها باید مطابق با استاندارد ISO10993-14 باشد.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید مطابق با الزامات استاندارد ISO/IEC 17025 باشد و باید شامل بازرسی چشمی در زمان تحویل محصول باشد.

بعلاوه گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

الف- ارجاع به شماره این استاندارد،

ب- محل آزمایشگاه و داده های آزمون،

پ تعداد و شناسه نمونه های آزمون شده،

ت- مشخصات دستگاه های مورد استفاده در آنالیز شیمیائی،

ث- ماهیت دستگاه های مورد استفاده اشعه ایکس (ژنراتور، زاویه سنج و غیره)، ثبت شرایط

(طول موج، فیلتر ها، تک رنگ کننده ها، انواع اجزاء و غیره)،

ج- الگوی پراش اشعه ایکس محصولات نمونه،

چ- شرح دیگرام نمونه و محل نمونه برداری برای آزمون،

ح- مقدار میانگین و انحراف استاندارد برای مشخصه های زیر:

۱- فاز خارجی (در صورت وجود)، درصد هائی از فازهای خارجی مرتبط با فاز آپاتیت. اگر مقدار این فازها از

حد تشخیص وسایل کمتر است، همان حدود ذکر شود،

۲- نسبت کلسیم به فسفر مشخص شود،

۳- مقدار عناصر رد یابی.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

آلودگی فسفات کلسیم

با توجه به روش های رایج ساخت احتمال دارد مواد ناخواسته سبب آلودگی فسفات کلسیم گردد، به جزء آن مواردی که در این متن اشاره شده است، به تولید کنندگان پیشنهاد می شود در صورت نیاز، روشهایی را برای آنالیز ریسک آلودگی به علت فرایندهای مختلف ساخت که در کارخانه و یا توسط پیمانکاران فرعی مورد استفاده قرار می گیرد، به صورت کمی، کیفی و نیز با تعیین حدود قابل قبول برای هر آلوده کننده بالقوه شیمیایی، بکار برند.

به فلزات مس، آهن، تنگستن (که به هنگام استفاده از مشعل پلاسما بوجود می آیند) و سایر آلودگی های انتخابی یا تصادفی، به طور ویژه باید توجه شود.

پیوست ب

(الزامی)

آزمون خلوص فازهای مورد استفاده برای دست یابی به منحنی های کالیبراسیون

ب-۱ هیدروکسی آپاتیت

هیدروکسی آپاتیت باید با توجه به نسبت کلسیم به فسفر به صورت استوکیومتریکی و خالص در نظر گرفته شود. اگر بعد از کلسینه کردن در ۱۰۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت سه شرط زیر را تامین نماید:

الف- عدم وجود فازهای α و β تری کلسیم فسفات تائید شود. برای آزمون، عدم حضور خط 0.2.10 در $d=2.880 \times 10^{-10}$ m) برای فاز β و ۱۷۰ و ۴۴۱ در $d=2.905 \times 10^{-10}$ m)، برای فاز α در الگوی پراش اشعه ایکس با قدرت تفکیک بزرگتر یا مساوی ۰٫۰۲ درجه و سیگنال پیک ۲۱۱ از آپاتیت به نوفه بزرگتر یا مساوی ۵۰ تائید شود.

ب- عدم وجود اکسید کلسیم تائید شود، برای آزمون، محلولی از فنل فتالئین با مخلوط کردن ۰٫۱ میلی لیتر فنل فتالئین ۰٫۲ درصد در اتانول در ۵۰ ml آب آماده کنید. ۱۰۰ mg از پودر آپاتیت را در ۱۰۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت کلسینه کنید. و پودر را در حالت داغ به محلول اضافه کنید. بی رنگ شدن محلول نشانه عدم حضور کلسیم اکسید می باشد این آزمون از حساسیت زیادی برخوردار می باشد.

پ- عدم وجود اکسی آپاتیت تایید شود، برای آزمون از طیف سنج مادون قرمز استفاده نمایید. ۴۰۰ mg قرص KBr حاوی ۲ mg از نمونه آزمون هیدروکسی آپاتیت آماده کرده و طیف مادون قرمز آن را ثبت کنید. عدم وجود یک خط در 434 Cm^{-1} مشخص کننده عدم وجود اکسی آپاتیت می باشد. اگر اکسی آپاتیت مشخص شد دو مورد زیر را انجام دهید.

- نمونه آزمون را دوباره در (1000 ± 25) درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت در بوته آلومینیومی یا پلاتینی در فشار بخار آب 10^5 Pa حرارت دهید.

یا

- مرحله دوم فرایند حرارتی را در دمای (840 ± 10) درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت در هوای محیط انجام دهید.

ب-۲ تری کلسیم فسفات β

تری کلسیم فسفات β باید خالص در نظر گرفته شود. اگر بعد از کلسینه کردن در ۱۰۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت دو شرط زیر را تامین نماید:

الف- تعیین عدم وجود هیدرواکسی آپاتیت، با استفاده از پراش اشعه ایکس آزمون می شود. عدم وجود دو خط ۲۱۱ از آپاتیت در ($d=2.81 \times 10^{-10} \text{m}$) متر درالگوی پراش اشعه ایکس با قدرت تفکیک بزرگتر یا مساوی ۰٫۰۲ درجه و سیگنال (خط 0.2.10 از تری کلسیم فسفات) به نوفه بزرگتر یا مساوی ۳۰ تأیید شود.

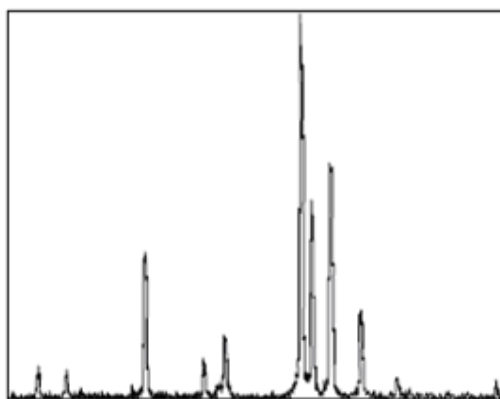
ب- تعیین عدم وجود پیرو فسفات کلسیم، با استفاده از طیف سنجی مادون قرمز تأیید می شود. به این منظور قرصی از برمید پتاسیم که دارای نسبتی از ۲ mg از تری کلسیم فسفات در ۳۰۰ mg از برمید پتاسیم باشد. آماده نموده و طیف مادون قرمز آن را ثبت نمائید. عدم وجود خطوط در 757 Cm^{-1} و 434 Cm^{-1} بیانگر عدم وجود فاز α از پیروفسفات کلسیم و عدم وجود خطوط 1210 Cm^{-1} و 1185 Cm^{-1} و 454 Cm^{-1} بیانگر عدم وجود فاز β از پیروفسفات کلسیم می باشد.

ب-۳ اکسید کلسیم باید خالص در نظر گرفته شود. چنانچه کربنات کلسیم کمتر از یک درصد ناخالصی جرمی را در دمای ۱۰۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت کلسینه کرده و بلافاصله بعد از کلسینه کردن آن را در یک دسیکاتور نگهداری کنید اکسید کلسیم خالص بدست می آید.

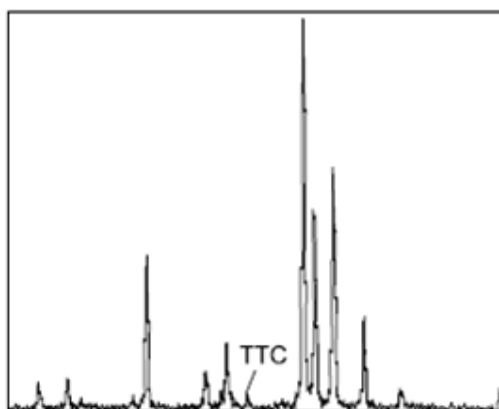
پیوست پ

(اطلاعاتی)

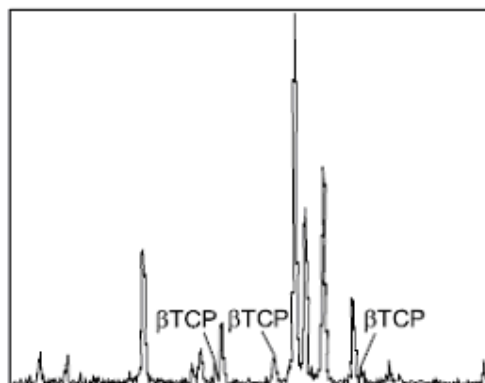
مثال هائی از الگوی پراش اشعه ایکس جمع آوری شده از مخلوط های مختلف مورد استفاده در
رسم منحنی های کالیبراسیون



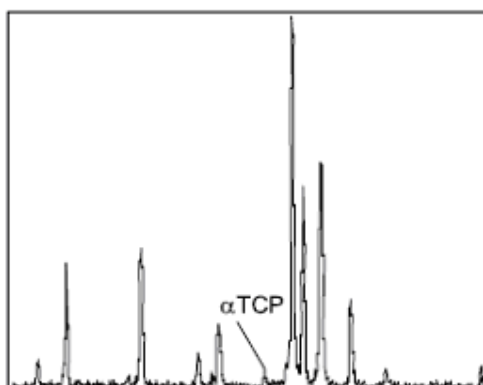
شکل پ-۱ HA خالص



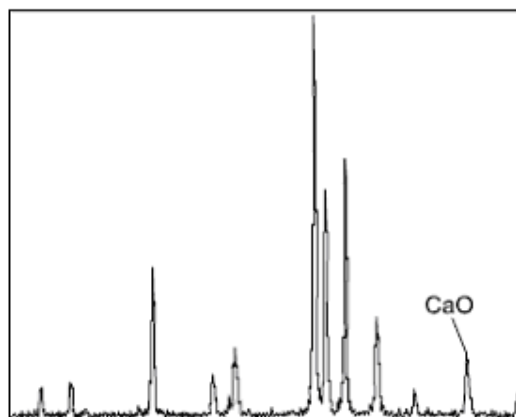
شکل پ-۲ مخلوطی از هیدروکسی آپاتیت و ۵ درصد از TTC



شکل پ-۳ مخلوطی از هیدروکسی آپاتیت و TCP ۵ درصد



شکل پ-۴ مخلوطی از هیدروکسی آپاتیت و α - TCP ۵ درصد جرمی از α - تری کلسیم فسفات (TCP α -)



شکل پ-۵ مخلوطی از هیدروکسی آپاتیت و ۵ درصد از CaO

پیوست ت

(الزامی)

موقعیت خطوط مورد استفاده در اندازه گیری نسبت بلوری

آپاتیته که برای تولید مخلوط های استاندارد انتخاب می شود، باید حاوی یونهای فسفات، کلسیم و هیدروکسید باشد. هریک از سایر ناخالصی در مخلوط نباید حاوی بیشتر از $100 \mu\text{gr}/\text{gr}$ باشد. هیدروکسی آپاتیت باید با توجه به نسبت کلسیم به فسفر به صورت استوکیومتریک و خالص در نظر گرفته شود. اگر بعد از کلسینه کردن در 1000 درجه سلسیوس به مدت 15 ساعت سه شرط زیر را تامین نماید:

الف- عدم وجود فازهای α و β تری کلسیم فسفات تائید شود. برای آزمون، عدم حضور خط $0.2.10$ در $d=2.880 \times 10^{-10} \text{m}$ برای فاز β ، 170 و 441 در $d=2.905 \times 10^{-10} \text{m}$ برای فاز α در الگوی پراش اشعه ایکس با قدرت تفکیک بزرگتر یا مساوی 0.2 درجه و سیگنال پیک 211 از آپاتیت به نوبه بزرگتر یا مساوی 50 تائید شود.

ب- عدم وجود اکسید کلسیم تائید شود، برای آزمون محلولی از فنل فتالین با مخلوط کردن 0.1 ml فنل فتالین 0.2 درصد در اتانول در 50 ml آب آماده کنید. 100 mg از پودر آپاتیت را در 1000 درجه سلسیوس به مدت 15 ساعت کلسینه کرده و پودر را در حالت داغ به محلول اضافه کنید. بی رنگ شدن محلول نشانه عدم حضور کلسیم اکسید می باشد این آزمون از حساسیت زیادی برخوردار می باشد.

جدول ت-1 موقعیت ده خط مورد استفاده در اندازه گیری حالت بلوری فاز آپاتیته

خطوط
$d_1 = 3.44 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_2 = 3.17 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_3 = 3.08 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_4 = 2.81 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_5 = 2.78 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_6 = 2.72 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_7 = 2.63 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_8 = 2.26 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_9 = 1.94 \times 10^{-10} \text{ m}$
$d_{10} = 1.84 \times 10^{-10} \text{ m}$

پیوست ث

(اطلاعاتی)

مثال هایی از روشهای آماده سازی مواد مرجع

ث-۱ نمونه ای از یک روش آماده سازی برای β -TCP

β -TCP خالص می تواند از پودر تجارتي β -TCP بدست آید. در زمان تهیه و یا بعد از کلسینه شدن در دمای ۱۰۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۵ ساعت باید دو شرط زیر برقرار باشد:

الف- عدم وجود هیدرو اکسی آپاتیت با استفاده از پراش اشعه ایکس آزمون می شود. عدم وجود دو خط ۲۱۱ از آپاتیت در (d=2.81×10⁻¹⁰m) در الگوی پراش اشعه ایکس با قدرت تفکیک بزرگتر یا مساوی ۰.۲ درجه و سیگنال (خط 0.2.10 از تری کلسیم فسفات) به نوفه بزرگتر یا مساوی ۳۰ تأیید شود.

ب- عدم وجود پیرو فسفات کلسیم با استفاده از اسپکتروسکوپی مادون قرمز تایید می شود. به این منظور یک قرصی از برمید پتاسیم که دارای نسبتی از ۲ mg از تری کلسیم فسفات در ۳۰۰ mg از برمید پتاسیم می باشد. آماده نموده و طیف مادون قرمز آن را ثبت نمائید. عدم وجود خطوط در ۷۵۷ Cm⁻¹ و ۴۳۴ Cm⁻¹ بیانگر عدم وجود فاز α از پیروفسفات کلسیم و عدم وجود خطوط ۱۲۱۰ Cm⁻¹ و ۱۱۸۵ Cm⁻¹ و ۴۵۴ Cm⁻¹ بیانگر عدم وجود فاز β از پیروفسفات کلسیم می باشد.

ث-۲ مثالی از یک روش آماده سازی تترا کلسیم فسفات (TTCP)

ث-۲-۱ واکنشگرها،

ث-۲-۱-۱ دی کلسیم فسفات (دوآبه: DCPD یا تک آبه: DCPA)،

ث-۲-۱-۲ کربنات کلسیم،

ث-۲-۱-۳ نیتروژن مایع.

ث-۲-۲ تجهیزات

ث-۲-۲-۱ بوته پلاتینی عریض،

ث-۲-۲-۲ مخلوط کن،

ث-۲-۲-۳ کوره.

ث-۲-۳ واکنش

واکنش حالت جامد به صورت زیر می باشد:



ث-۲-۴ روش کار

مقادیر یکسان از کربنات کلسیم و پودر DCPD یا (DCPA) در مخلوط کن (ث-۲-۲-۲) کاملاً مخلوط کنید. و مخلوط را تا دمای ۱۴۰۰ درجه سلسیوس ترجیحاً تحت اتمسفر نیتروژن به مدت ۶ ساعت حرارت داده، سپس بوته پلاتینی را از کوره خارج نموده و آن را در نیتروژن مایع (ث-۲-۳) به سرعت خنک نمایید. حضور فازهای خارجی را بوسیله پراش اشعه ایکس بررسی کنید.

ث-۳ مثالی از روش آماده سازی α - تری کلسیم فسفات (α -TCP)

ث-۳-۱ واکنشگرها،

ث-۳-۱-۱ β تری فسفات کلسیم، (β -TCP) عاری از Mg^{+2} ، Fe^{+2} و سایر یون های دو ظرفیتی که در استحکام (β -TCP) موثر می باشند،

ث-۳-۱-۲ نیتروژن مایع.

ث-۳-۲ تجهیزات

ث-۳-۲-۱ بوته پلاتینی عریض،

ث-۳-۲-۲ کوره.

ث-۳-۳ واکنش

واکنش یک انتقال فاز است که در دمای ۱۱۲۵ درجه سلسیوس انجام می شود.

ث-۳-۴ β تری فسفات کلسیم را در یک بوته پلاتینی عریض (ث-۳-۲-۱) در کوره (ث-۳-۲-۳) در دمای ۱۳۵۰ درجه سلسیوس به مدت یک ساعت حرارت داده، سپس بوته پلاتینی را از کوره خارج نموده و آن را در نیتروژن مایع (ث-۲-۳) به سرعت خنک نمایید. حضور فازهای خارجی را بوسیله پراش اشعه ایکس بررسی کنید.

ث-۴ مواد مرجع استاندارد

مواد مرجع استاندارد موجود بوده و می توانند (در رسم منحنی کالیبراسیون و به عنوان یک ماده مرجع برای نسبت بلوری) مورد استفاده قرار گیرد. اگر الزامات توصیف شده در پیوست های ب و ت را تامین نمایند.

پیوست ج

(اطلاعاتی)

کتابنامه

- [1] ISO 13779-1, Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 1: Ceramic hydroxyapatite
- [2] ISO 13779-4, Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion strength
- [3] ASTM F1185-03, Standard Specification for Composition of Hydroxyapatite for Surgical Implants
- [4] NF S 94-065, Materials for surgical implants — Determination of arsenic, mercury, cadmium and lead on coatings based on phosphate of calcium
- [5] NF S 94-067, Materials for surgical implants — Qualitative and quantitative determination of the foreign phases present in calcium phosphate-based powders, deposits and ceramics
- [6] Octacalcium Phosphate, Eds CHOW, L.C. and EANES, E.D. Monographs in Oral Science, 18, Karger Press, p. 152, 2001
- [7] MARKOVIC, M, FOWLER, B.O. and TUNG, M.S. Preparation and Comprehensive Characterization of Calcium Hydroxyapatite, Reference Material Res., Nat. Inst. Stand. Technol.,109, pp. 553-568, 2004
- [8] Journal of Crystal Growth, 84, pp. 515-523, 1987