INSO
7455
2nd .Revision
2017

Identical with
ISO 13356:2015

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران
Iranian National Standardization Organization

استاندارد ملی ایران
۷۴۵۵

تجدید نظر دوم
۱۳۹۶

کاشتنی‌های جراحی- مواد سرامیکی برپایه زیرکونیای تتراگونال پایدار شده با ایتریا (Y-TZP)

Implants for surgery-Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)

ICS:11.040.40

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۷۴۵۵(تجدید نظر دوم): **سال ۱۳۹۶**

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ 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.gov.ir

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 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 .gov.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استانداردایران به موجب بندیک مادهٔ ۳قانون اصلاح قوانین ومقررات مؤسسهٔاستاندارد و تحقیقات صنعتی ایران،مصوب بهمن ماه۱۳۷۱تنهامرجع رسمی کشوراست که وظیفهٔ تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهایملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضایکمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهاییکه مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استانداردملی ایرانچاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهاییملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد(ISO)[1]،کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی(OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی(CAC)[5] در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهایملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباریکند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباریکند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهایملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization
2- International Electrotechnical Commission
3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)
4-Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کاشتنی‌های جراحی- مواد سرامیکی برپایه زیرکونیای تتراگونال پایدار شده با ایتریا (Y-TZP)»

(تجدیدنظر دوم)

رئیس:	**سمت و/یا نمایندگی**
توکلی گلپایگانی، علی (دکتری تخصصی مهندسی پزشکی)	پژوهشگاه استاندارد- گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
دبیر:	
فرجی، رحیم (کارشناسی ارشد شیمی)	پژوهشگاه استاندارد- گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
اعضا:(به ترتیب حروف الفبا)	
احمدی، زهره (کارشناسی میکروبیولوژی)	عضو مستقل
بزرگی کیاسرایی، اردلان (کارشناسی مهندسی شیمی)	گروه تحقیقاتی صنعتی رنگ امیرکبیر
جهانی کیا، مریم (کارشناسی ارشد مهندسی پزشکی)	اداره کل تجهیزات پزشکی وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
جمشیدی، بابک (کارشناسی شیمی)	گروه پژوهشی مهندسی پزشکی– پژوهشگاه استاندارد
حضرت قلی ثمری، نیما (کارشناسی مهندسی برق)	گروه تحقیقاتی صنعتی رنگ امیرکبیر
حق‌بین نظر پاک، معصومه (دکتری مهندسی پزشکی)	دانشگاه صنعتی امیرکبیر

اعضا:(به ترتیب حروف الفبا)	**سمت و/یا نمایندگی**
حیدر نیای رودسری، مریم (کارشناسی مهندسی فناوری صنایع شیمیایی)	پژوهشکده برق، مکانیک و ساختمان– پژوهشگاه استاندارد
خدیوی، حیدر (کارشناسی ارشد مهندسی مواد)	شرکت ابزار پزشکی اسوه آسیا
طیب زاده، سید مجتبی (کارشناسی ارشد مهندسی پزشکی)	پژوهشگاه استاندارد-گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
عطاریان، میترا (دکتری مهندسی مواد)	مرکز پژوهش متالوژی رازی
صدیقی، ایلناز (کارشناسی فیزیک)	پژوهشگاه استاندارد- مرکز آموزش پژوهشگاه استاندارد
مولایی، شیوا (کارشناسی ارشد مهندسی مواد)	مرکز پژوهش متالوژی رازی
محمدپور مطلق، محمد حسین (فوق لیسانس مکانیک)	جهاد دانشگاهی- دانشگاه علم و صنعت
معینیان، سید شهاب (کارشناسی ارشد شیمی)	پژوهشگاه استاندارد-گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
نیکخو، محمد (دکتری مهندسی بیومکانیک)	شرکت آتیلا ارتوپد
نیک آیین، زیبا (دکتری مهندسی پزشکی- بیومکانیک)	مرکز پژوهش های علمی و صنعتی ایران

ویراستار:	
معینیان، سید شهاب (کارشناسی ارشد شیمی)	گروه پژوهشی مهندسی پزشکی- پژوهشگاه استاندارد

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

پیش‌گفتار ح
۱ هدف و دامنه کاربرد ۱
۲ مراجع الزامی ۱
۳ ویژگی‌های فیزیکی و شیمیایی ۳
۳-۱ رده‌بندی آزمون ۳
۳-۱-۱ کلیات ۳
۳-۱-۲ رده ۱ ۳
۳-۱-۳ رده ۲ ۳
۴ روش‌های آزمون ۴
۴-۱ کلیات ۴
۴-۲ چگالی توده ۴
۴-۳ ترکیب شیمیایی ۴
۴-۴ ریزساختار ۸
۴-۴-۱ اصول ۸
۴-۴-۲ گزارش آزمون ۹
۴-۴-۳ مقدارفازمونوکلینیک ۹
۴-۵ استحکام خمشی دومحوری ۱۰
۴-۵-۱ اصول ۱۰
۴-۵-۲ وسایل لازم ۱۰
۴-۵-۲-۱ دستگاه آزمون مکانیکی ۱۰
۴-۵-۲-۲ جیگ آزمون ۱۰
۴-۵-۲-۳ ریزسنج ۱۰
۴-۵-۳ آماده کردن آزمونه ۱۰

عنوان **صفحه**

۴-۵-۴ روش اجرای آزمون ۱۳
۴-۵-۵ محاسبه نتایج ۱۳
۴-۵-۶ گزارش آزمون ۱۴
۴-۶ استحکام خمشی چهار نقطه‌ای ۱۴
۴-۷ مدول وایبل ۱۴
۴-۸ مدول یانگ ۱۵
۴-۹ سختی ۱۵
۴-۱۰ خستگی چرخه‌ای ۱۵
۴-۱۰-۱ اصول ۱۵
۴-۱۰-۲ وسایل لازم ۱۵
۴-۱۰-۳ اندازه نمونه آماده‌سازی آزمونه های آزمون ۱۵
۴-۱۰-۴ روش و الزامات نمونه ۱۵
۴-۱۰-۵ گزارش آزمون ۱۶
۴-۱۱ پرتوزائی ۱۶
۴-۱۱-۱ اصول ۱۶
۴-۱۱-۲ دستگاه‌ها ۱۷
۴-۱۱-۲-۱ بشر مارتینلی با کلاهک ۱۷
۴-۱۱-۲-۲ سنگ‌شکن گلوله‌ای ۱۷
۴-۱۱-۲-۳ الک ۱۷
۴-۱۱-۲-۴ دستگاه طیف‌نگاری گاما ۱۷
۴-۱۱-۲-۵ پوشش سربی آشکارساز ۱۷
۴-۱۱-۲-۶ آنالیز کننده چندکاناله ۱۷
۴-۱۱-۳ آماده‌سازی نمونه ۱۷

عنوان **صفحه**

۴-۱۱-۴ تعیین ایزوتوپ کالیبراسیون انرژی ۱۷
۴-۱۱-۵ آنالیز کمی ۱۸
۴-۱۱-۵-۱ راندمان کالیبراسیون ۱۸
۴-۱۱-۵-۲ آنالیز نمونه ۱۹
۴-۱۱-۶ بیان نتایج ۱۹
۴-۱۱-۷ گزارش آزمون ۱۹
۴-۱۲ آزمون پیرسازی تسریع شده ۱۹
۴-۱۲-۱ کلیات ۱۹
۴-۱۲-۲ روش ۱۹
۴-۱۲-۳ ارزیابی پیرسازی تسریع شده ۱۹
کتاب‌نامه ۲۰

پیش‌گفتار

استاندارد «کاشتنی‌های جراحی- مواد سرامیکی برپایه زیرکونیای تتراگونال پایدار شده با ایتریا(Y-TZP)» که نخستین بار درسال ۱۳۷۷ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به‌عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵، برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در ششصد و هشتاد و یکمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۱۳۹۶/۰۶/۰۴ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به‌عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ 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 خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط موردتوجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۷۴۵۵: سال ۱۳۸۷می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای مزبور است:

ISO 13356:2015, Implants for surgery-Ceramic materials based on yttria-stabilized tetragonal zirconia (Y-TZP)

مقدمه

کاشتنی جراحی که واکنش منفی در بدن ایجاد نکند، تاکنون شناسایی نشده است. اما آزمون‌های بالینی طولانی‌مدت بر روی مواد ذکر شده در این استاندارد، نشان داده است که استفاده از این مواد درشرایط مناسب، پاسخ بیولوژیکی قابل قبولی خواهند داشت.

کاشتنی‌های جراحی- مواد سرامیکی برپایه زیرکونیای تتراگونال پایدار شده با ایتریا (Y-TZP)

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین الزامات و روش‌های آزمون مربوط به مواد سرامیکی زیست‌سازگار و زیست‌پایدار جایگزین شونده استخوان، بر پایه زیرکونیای تتراگونال پایدار شده با ایتریا(پلی کریستال زیرکونیای تتراگونال پایدار شده با ایتریا، Y-TZP) به‌منظور استفاده در ساخت کاشتنی‌های جراحی می‌باشد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به‌صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

درصورتی‌که 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:

2-1 ISO 7500-1, Metallic materials - Verification of static uniaxial testing machines -Part 1:Tension/compression testing machines - Verification and calibration of the force-measuring system

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره۱-۸۷۶۸: سال ۱۳۹۵، مواد فلزی -کالیبراسیون وتصدیق ماشینهای آزمون تک محوری ایستا – قسمت۱- ماشین های آزمون کشش/فشار- کالیبراسیون و تصدیق سامانه اندازه گیری نیرو با استفاده از استاندارد ISO 7500-1: 2015، تدوین شده است.

2-2 ISO 13383-1, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Microstructuralcharacterization - Part 1: Determination of grain size and size distribution

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۷۳۳۲: سال ۱۳۹۲، سرامیک¬هایظریف (سرامیک‌های پیشرفته و سرامیک‌های صنعتی پیشرفته)- مشخصات ریزساختاری- قسمت۱: تعیین اندازه دانه و توزیع دانه- روش ازمون با استفاده از استاندارد ISO 13383-1 : 2012، تدوین شده است.

2-3 ISO 14704, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test method for f lexural strength of monolithic ceramics at room temperature

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره۱۲۳۸۳: سال ۱۳۸۸،سرامیک های ظریف(سرامیک های پیشرفته، سرامیک های صنعتی پیشرفته) - استحکام خمشی سرامیک های یکپارچه در دمای اتاق - روش ازمون با استفاده از استاندارد ISO 14704 : 2008، تدوین شده است.

2-4 ISO 14705, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test method for hardness of monolithic ceramics at room temperature

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره۱۲۶۵۴: سال ۱۳۸۸، سرامیک‌های ظریف(سرامیک‌های پیشرفته – سرامیک‌های صنعتی پیشرفته) - سختی سرامیک‌های یکپارچه در دمای اتاق - روش ازمونبا استفاده از استاندارد ISO 14705 : 2008 تدوین شده است.

2-5 ISO 17561, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test method for elastic moduli of monolithic ceramics at room temperature by sonic resonance

2-6 ISO 18754, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Determination of density and apparent porosity

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره۹۱۰۷: سال ۱۳۸۸، سرامیک¬هایظریف (سرامیک¬های پیشرفته،سرامیک¬های صنعتی پیشرفته)- تعیین چگالی وتخلخل ظاهری با استفاده از استاندارد ISO 18754 : 2013، تدوین شده است.

2-7 ISO 20501, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Weibull statistics forstrength data ISO 22214, Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Test method for cyclic bending fatigue of monolithic ceramics at room temperature

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره۱۲۳۸۸: سال ۱۳۸۸، سرامیک های ظریف(سرامیک های پیشرفته، سرامیک های صنعتی پیشرفته) - تحلیل ویبول برای داده های استحکام با استفاده از استاندارد ISO 20501 : 2003، تدوین شده است.

2-8 EN 623-2, Advanced technical ceramics - Monolithic ceramics - General and textural properties - Part 2: Determination of density and porosity

2-9 EN 843-2, Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at roomtemperature- Part 2: Determination of Young’s modulus, shear modulus and Poisson’s ratio

2-10 EN 843-4, Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at roomtemperature - Part 4: Vickers, Knoop and Rockwell superficial hardness

2-11 EN 843-5, Advanced technical ceramics - Mechanical properties of monolithic ceramics at roomtemperature - Part 5: Statistical analysis

2-12 ASTM C1161, Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature

2-13 ASTM C1198, Standard Test Method for Dynamic Young’s Modulus, Shear Modulus, and Poisson’s Ratio for Advanced Ceramics by Sonic Resonance

2-14 ASTM C1239, Standard Practice for Reporting Uniaxial Strength Data and Estimating Weibull Distribution Parameters for Advanced Ceramics

2-15 ASTM C1259, Standard Test method for Dynamic Young's Modulus. Shear Modulus, and Poisson's Ratio for Advanced Ceramics by Impulse Excitation of Vibration

2-16 ASTM C1327, Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics

2-17 ASTM C1331, Standard Test Method for Measuring Ultrasonic Velocity in Advanced Ceramics with Broadband Pulse-Echo Cross-Correlation Method

2-18 ASTM E112, Standard Test Method for Determining Average Grain Size

۳ خواص فیزیکی و شیمیایی

خواص فیزیکی و شیمیایی هنگامی که بر اساس بند۴ مورد آزمون قرار می‌گیرند باید مطابق با مقادیر مشخص‌شده در جدول ۱ باشد.

۳-۱ رده‌بندی آزمون

۳-۱-۱ کلیات

آزمون‌های موردنیاز به دو رده تقسیم می‌شوند.

۳-۱-۲ رده ۱

برای کنترل محصول به صورت دوره‌ای آزمون‌های زیر باید انجام شوند:

الف- دانسیته حجمی؛

ب- ترکیب شیمیایی؛

پ- ریزساختار؛

ت- استحکام (شامل مدول وایبل[1])؛

ث- پیرسازی تسریع یافته(جزء منوکلینیک[2])؛

۳-۱-۳ رده ۲

تولیدکننده باید ویژگی‌های کلی مواد را مشخص نماید. به همراه آزمون‌های زیربند ۳-۱-۲، آزمون‌های زیر باید جهت اثبات ویژگی‌های مواد انجام شوند:

الف- سختی؛

1- Weibull modulus
2- Monoclinic fraction

ب- مدول یانگ[1]؛

پ- استحکام خستگی؛

ت- پیرسازی تسریع یافته(استحکام)؛

ث- مقدار فاز مونوکلینیکی؛

ج- پرتوزایی.

1- Young’s modulus

جدول۱- خواص فیزیکی و شیمیایی

خواص	واحد	رده بندی آزمون	الزامات	مرجع	روش آزمون بر اساس زیر بند
دانسیته حجمی	g/cm^3	۱	بزرگتر یا مساوی ۶۰۰	ISO 18754 EN 623-2	۲-۴
ترکیب شیمیایی					۳-۴
$ZrO_2 + HfO_2 + Y_2O_3$[a]	کسرجرمی درصد		کوچکتر یا مساوی ۹۹		
Y_2O_3			بزرگتر یا مساوی ۴٫۵ تا بزرگتر یا مساوی ۶٫۰		
HfO_2			کوچکتر یا مساوی۵		
$Al2O_3$			کوچکتر یا مساوی ۰٫۵		
سایر اکسیدها			کوچکتر یا مساوی ۰٫۵		
ریزساختار					۴-۴
اندازه دانه	µm	۱	فاصله محل تقاطع خطوط کوچکتر یا مساوی۰/۴ انحراف استاندارد کوچکتر از ۰٫۲	ISO 13383-1 ASTM E112	۳-۴
مقدار فاز منوکلینیک	درصد کسر مولی	۲	کوچکتر یا مساوی ۲۰	۳-۴-۴	
استحکام: به طور متناوب از ۱) یا ۲)					
۱الف) خمش دو محوری[a]	MPa	۱	بزرگتر یا مساوی ۵۰۰	ASTM C1499	۵-۴
۱ب) مدول وایبل		۱	بزرگتر یا مساوی ۸	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239	۷-۴

یادآوری- تعداد ارقام کسری داده شده برای هریک از محدوده‌ها در این جدول بیانگر تعداد مناسب ارقام کسری است که بهتر است برای مقدار اندازه‌گیری شده مربوطه داده شود.

[a]- اندازه‌گیری بر روی حداقل ۱۰ آزمونه انجام شود.

[b]- پرتوزایی (رادیواکتیویته) که به‌صورت مجموع جرم فعال U^{238}، Ra^{226}، Th^{233}،تعریف می‌شود و بر روی پودر آماده استفاده توسط طیف‌سنجی گاما تعیین می‌شودکه بهتر است کمتر یا مساوی ۲۰۰ Bq/kg، باشد. پرتوهای گامایی که به طور طبیعی اتفاق می افتند باید آنالیز شوند.

جدول۱- ادامه

ویژگی	واحد	رده بندی آزمون	الزامات	مرجع	روش آزمون بر اساس بند
۲الف) استحکام خمش چهار نقطه‌ای[a]	MPa	**۱**	بزرگتر یا مساوی ۸۰۰	ISO 14704 EN 843-1 ASTM C1161	۶-۴
۲ب) مدول وایبل		۱	بزرگتر یا مساوی ۸	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239	۷-۴
مدول یانگ	GPa	۲	بزرگتر یا مساوی ۲۰۰	ISO 17561 EN 843-2 ASTM C1198 ASTM C1259	۸-۴
سختی	GPa	۲	بزرگتر یا مساوی ۱۱٫۸	ISO 14705 EN 843-4 ASTMC1327	۹-۴
حد تنش در خستگی چرخه ای در $۱۰^{۶}$ چرخه	MPa	۲	بزرگتر یا مساوی ۳۲۰	ISO 22214	۱۰-۴
پرتوزایی[b]	Bq/kg	۲	کوچکتر یا مساوی ۲۰۰	–	۱۱-۴
پیرسازی تسریع یافته					۱۲-۴
حداکثر مقدار فاز منوکلینیک بعد از پیرسازی تسریع یافته	درصد کسر مولی	۱	کوچکتر یا مساوی ۲۵	۳-۴-۴	

یادآوری- تعداد ارقام کسری داده‌شده برای هریک از محدوده‌ها در این جدول بیانگر تعداد مناسب ارقام کسری است که بهتر است برای مقدار اندازه‌گیری شده مربوطه داده شود.

[a]- اندازه‌گیری بر روی حداقل ۱۰ آزمونه انجام شود.

[b]- پرتوزایی (رادیواکتیویته) که به‌صورت مجموع جرم فعال U^{238}، Ra^{226}، Th^{233}، تعریف می‌شود و بر روی پودر آماده استفاده توسط طیف‌سنجی گاما تعیین می شودکه بهتر است کمتر یا مساوی Bq/kg ۲۰۰، باشد. پرتوهای گامایی که به طور طبیعی اتفاق می افتند باید آنالیز شوند.

جدول۱- ادامه

ویژگی	واحد	رده بندی آزمون	الزامات	مرجع	روش آزمون بر اساس بند
استحکام خمشی باقیمانده بعد از پیرسازی تسریع یافته	MPa	۲	بزرگتر یا مساوی ۵۰۰ و بیش از ۲۰درصد کاهش نمی‌یابد.	۵-۴	
استحکام خمشی چهارنقطه باقیمانده بعد از پیرسازی تسریع یافته		۲	بزرگتر یا مساوی ۵۰۰ و بیش از ۲۰درصد کاهش نمی‌یابد.	۶-۴	

یادآوری- تعداد ارقام کسری داده‌شده برای هریک از محدوده‌ها در این جدول بیانگر تعداد مناسب ارقام کسری است که بهتر است برای مقدار اندازه‌گیری شده مربوطه داده شود.

[a]- اندازه‌گیری بر روی حداقل ۱۰ آزمونه انجام شود.

[b]- پرتوزایی (رادیواکتیویته) که به‌صورت مجموع جرم فعال ^{238}U، ^{226}Ra، ^{233}Th ، تعریف می‌شود و بر روی پودر آماده استفاده توسط طیف‌سنجی گاما تعیین می شودکه بهتر است کمتر یا مساوی ۲۰۰Bq/kg، باشد. پرتوهای گامایی که به طور طبیعی اتفاق می افتند باید آنالیز شوند.

۴ روش‌های آزمون

۴-۱ کلیات

الف- آزمونه‌های سرامیک زیرکونیا را با استفاده از همان روش‌هایی که در پخت قطعات بکار گرفته می‌شوند، مانند استفاده از همان پودر و همان روش‌های پرس، فشار و حرارت دهی تهیه کنید.

جاییکه در این استاندارد گزارش آزمون به‌طور واضح مشخص نشده است، گزارش آزمون برای خواص داده‌شده باید مطابق با استاندارد مرجع در زیر بند آن ویژگی توصیف‌شده باشد و باید به این استاندارد ارجاع داده شود.

۴-۲ دانسیته حجمی

چگالی توده باید بر اساس استانداردISO 18745 یا EN 623-2، تعیین و گزارش شود.

۴-۳ ترکیب شیمیایی

ترکیب شیمیایی با یکی از روش‌هایICP-OES(طیف نگار جرمی کوپل القایی پلاسما- طیف‌سنجی نشر نوری) فلورسانس اشعه ایکس یا روش آنالیز جذب اتمی تعیین می‌شود.

۴-۴ ریزساختار

۴-۴-۱ اصول

برای تعیین میانگین اندازه دانه ریزساختار، به وسیله اندازه‌گیری طول خطوط برخوردکننده با دانه مطابق با استاندارد ISO 13383-1 یا ASTM E112 اندازه‌گیری می‌شود.

پنج آزمونه آزمون برای تعیین ریزساختار باید استفاده شود.

یادآوری- نتایج روش فوق میانگین نامی اندازه دانه برای وضعیت انتخاب شده میکروگراف را تعیین می کند، توزیع دانه‌ها به صورت جداگانه را تعیین نمی‌کند.

جهت انتخاب، آماده‌سازی و ارزیابی آزمونه، راهنمایی‌های زیر باید بکار برده شود:

الف- استفاده از اجزای وسیله نهایی به عنوان آزمونه برای ارزیابی ریزساختار توصیه می‌شود؛

ب- ضخامت دیواره آزمونه باید نشان‌دهنده حداقل و حداکثر اجزای وسیله تولیدکننده باشد؛

پ- چهار میکروگراف بر روی هر سطح باید انجام شود؛ موقعیت‌ها باید شامل نواحی در توده به علاوه لبه آزمونه باشد؛

ت- انتخاب آزمونه باید منعکس‌کننده قابلیت انحراف دما در کوره باشد.

ث- الزامات روش میانگین اندازه دانه خطوط برخوردکننده داده‌شده در جدول۱ باید در هر موقعیت انتخاب‌شده از میکروگراف برقرار باشد؛

ج- انحراف استاندارد میانگین اندازه دانه خطوط برخوردکننده باید از داده‌های همه میکروگراف های انتخاب شده تعیین شود؛ انحراف استاندارد باید الزامات داده‌شده در جدول ۱ را برآورده کند.

تعیین میانگین اندازه دانه خطوط برخوردکننده باید طوری سازمان‌دهی شود که پایداری محصول بتواند با یک روش آماری ارزیابی شود. تولیدکننده باید روش تعیین اندازه دانه برای فرایند تولید مخصوص آن را تصدیق نماید. توصیه می‌شود، تولیدکننده آنالیز قابلیت اعتماد، تکرارپذیری و حفظ فرایند تولید با درنظر گرفتن ساختار آن (از قبیل صحه‌گذاری) و استفاده از این اطلاعات در برقراری کنترل محصول روتین منظم اظهار نماید. اگر این آنالیز با موفقیت کامل شود، کنترل منظم ریزساختار می‌تواند با کاهش تعداد آزمونه‌ها و میکروگراف‌ها کنترل شود.

برای بهبود کنتراست و تشخیص مرزدانه ها استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) در ولتاژ شتاب دهنده بالا و با استفاده از آشکارگر الکترون های برگشتی[1] توصیه می شود.

1- Secondary electron detection

۴-۴-۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون در صورت قابلیت کاربرد باید مطابق استانداردهای ISO 13383-1 یا ASTM E112 تهیه شود.

گزارش آزمون باید دارای آگاهی‌های زیر باشد:

الف- مشخصات ماده سرامیکی، جزئیات شماره بهر و یا سایر کدهایی که به‌منظور تشخیص آزمونه‌ها به‌کاربرده می‌شود؛

ب- روش آماده‌سازی آزمونه‌ها؛ شامل جزییات دانه‌بندی و فرایند صیقل دادن بکار برده شده برای آماده‌سازی سطوح آزمونه ها، به‌علاوه فرایند اچ کردن (حکاکی)؛

پ- اندازه متوسط برخوردهای خطی[1] و مقدار انحراف استاندارد آن برحسب میکرومتر؛

ت- حداقل یک میکروگراف از آزمونه بکاربرده شده به منظور نشان دادن ریزساختار بعد از اچ کردن حرارتی؛ لازم نیست آن بخش از نمونه که از آن میکروگراف تهیه شده، مشخص شود؛

ث- ارجاع به این استاندارد.

۴-۴-۳ مقدارفازمونوکلینیک

اندازه گیری اشعه ایکس باید بر روی آزمونه تهیه شده بر طبق روش شرح داده‌شده در زیربند۴-۵-۳ و سطح صیقل داده‌شده آن انجام شود.

مقدار فاز مونوکلینیک , α, باید با استفاده از روش‌های پراش اشعه ایکس مطابق فرمول (۱) تعیین شود:

$$\alpha = \frac{M(\bar{1}11)+M(111)}{M(\bar{1}11)+T(111)+M(111)} \qquad (۱)$$

که در آن:

$M(\bar{1}11)$ ارتفاع پیک فاز مونوکلینیک در حدود $2\theta=28{,}2°$؛

$M(111)$ ارتفاع پیک فاز مونوکلینیک در حدود $2\theta = 31{,}3°$ ؛

$T(111)$ ارتفاع پیک فاز تتراگونال در حدود $2\theta = 30{,}2°$.

یادآوری- جهت اطلاعات بیشتر در مورد روش به مرجع [۴] کتاب‌نامه مراجعه شود.

1- Mean linear intercept size

۴-۵ استحکام خمشی دومحوری

۴-۵-۱ اصول

آزمونه دیسک شکل را در بین دو حلقه هم‌محور با قطر نامساوی قرار داده شده و نیروی فشاری بر آن اعمال می‌گردد تا دیسک بشکند نیروی اعمال‌شده در لحظه شکست دیسک و محل شکست ثبت می شود و تنش شکست محاسبه می گردد. این روش آزمون دراستاندارد ASTM C1499 استانداردشده است.

۴-۵-۲ دستگاه

۴-۵-۲-۱ دستگاه آزمون مکانیکی

دستگاه آزمون مکانیکی مناسب باید حداقل قابلیت اعمال بار فشاری ۵ kN با نرخ بارگذاری اسمی (۵۰۰ ±۱۰۰)N/s را داشته باشد. همچنین مجهز به وسیله ثبت نیروی اعمال‌شده بالا با درستی بیش از یک درصد باشد.

کالیبراسیون وسایل اندازه‌گیری نیرو باید مطابق با استاندارد ISO 7500-1 انجام شود.

۴-۵-۲-۲ جیگ آزمون[1]، شامل حلقه‌های بارگذاری با قطرهای نامساوی که شکل هندسی آن در شکل۱، نشان داده‌شده است می‌باشد.

جیگ دارای حلقه پایه به قطرmm(۰٫۱±۳۰٫۰) و حلقه بارگذاری با قطر متوسط mm(۰٫۱±۱۲٫۰) در قطر تماس با آزمونه می‌باشد. شعاع انحناء در ناحیه تماس با سطح آزمونه باید mm(۰٫۲ ±۲٫۰) باشد. جیگ باید دارای وسیله‌ای برای هم‌محور کردن حلقه‌های پایه، حلقه‌های بارگذاری و آزمونه بر روی یک محور مشترک با رواداری mm ۰٫۲± باشد. به منظور کاهش آسیب یا زبری ناشی از شکست آزمونه، حلقه‌ها باید ترجیحاً از فولاد سخت شده با سختی(HV 40< یا HRC 500 <) ساخته شوند. به منظور اصلاح انحرافات جزئی ناشی از ناهمواری سطح آزمونه‌ها، یک صفحه لاستیکی به ضخامت mm(۰٫۶ ±۰٫۱) با سختی shore (۶۰±۵) را بین حلقه پایه و آزمونه و یک قطعه کاغذ را بین حلقه بارگذاری و آزمونه قرار دهید.

۴-۵-۲-۳ ریزسنج، براساس استاندارد ISO 3611 باید قابلیت اندازه‌گیری با درستی mm۰٫۰۱± را داشته باشد.

1- Testing jig

۴-۵-۳ آماده کردن آزمونه ها

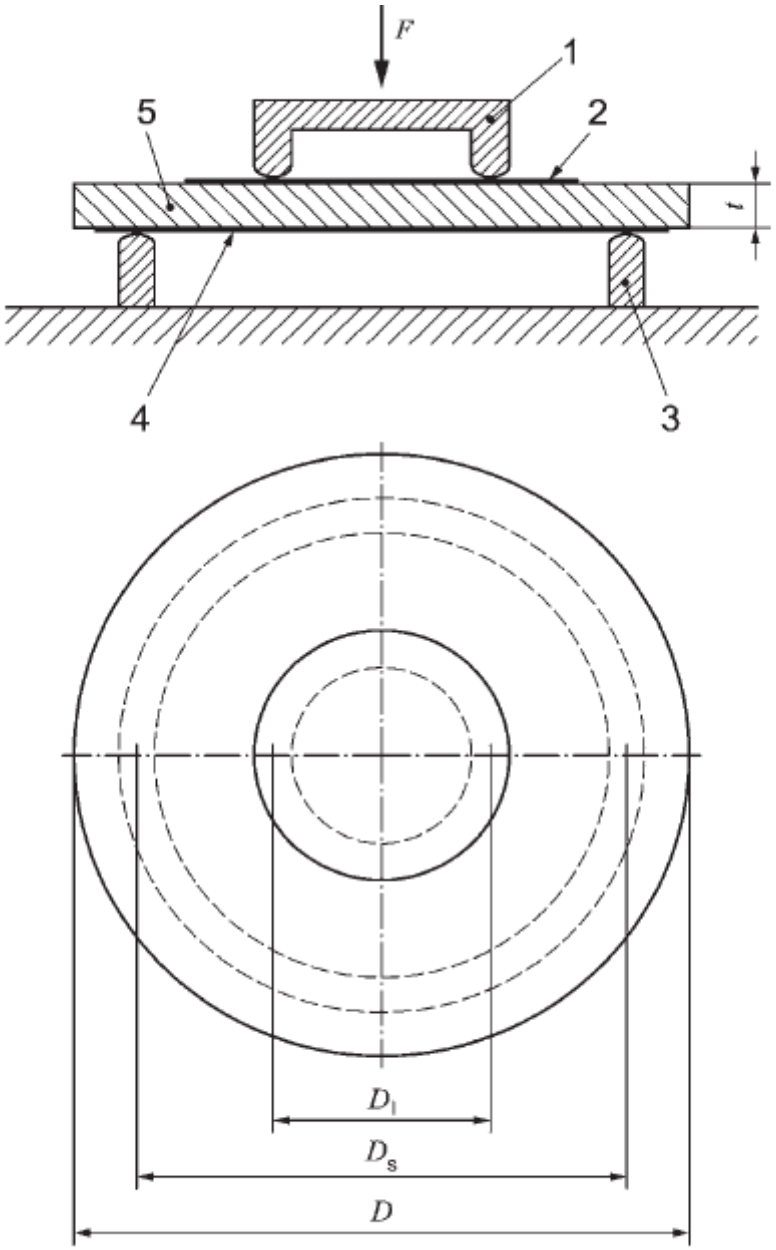
شمشال ها[1] یا دیسک های سرامیک زیرکونیا را با همان روش مورد استفاده برای ساخت محصول نهایی به منظور جراحی با همان روش‌های ساخت، همان روش مشابه پودر اولیه[2]، روش پرس وحرارت دهی، تهیه کنید.

آزمونه‌ها(به شکل۱مراجعه شود) باید به‌صورت صفحات دایره‌ای به قطر mm (۱٫۰±۳۶٫۰) و ضخامت mm(۰٫۱±۲٫۰) باشند. پستی و بلندی سطح باید کمتر از mm ۰٫۳ باشد.

پرداخت سطح آزمونه باید مشخص شود، در مورد سطوح حرارت داده شده روش فرآوری دانه باید مشخص شود.

برای تعیین استحکام متوسط باید حداقل ۱۰ آزمونه تهیه شود.

1- Billets
2- Precursor powder



راهنما:

1	حلقه بارگذاری	D_1	میانگین قطر (تماس) حلقه بارگذاری
2	صفحه کاغذی	D_S	میانگین قطر (تماس) حلقه پایه
3	حلقه پایه	D	قطر آزمونه آزمون
4	صفحه لاستیکی	F	نیروی اعمال‌شده در نقطه شکست
5	آزمونه	t	ضخامت آزمونه آزمون

شکل ۱- نمودار شماتیک ابزار آزمون خمش دومحوری شامل حلقه‌های نگهدارنده و بارگذاری هم مرکز

۴-۵-۴ روش اجرای آزمون

الف- قطر آزمونه را با تقریب ۰٫۱ mm و ضخامت آنرا با درستی ۰٫۰۱ mm حداقل در سه موقعیت تصادفی اندازه بگیرید. سپس قطر و ضخامت متوسط را محاسبه کنید.

ب- ورقه لاستیکی را بر روی حلقه پایه جیگ آزمون قرار دهید و سپس آزمونه را بر روی آن بگذارید به طوری که سطحی که باید آزمون بر روی آن انجام شود، در تماس با ورقه لاستیکی و هم‌مرکز با حلقه پایه باشد، دیسک کاغذی را بر روی سطح بالایی آزمونه بگذارید و حلقه بارگذاری را بر روی کاغذ قرار دهید به‌طوری‌که نسبت به آزمونه و حلقه پایه هم‌مرکز باشد.

پ- نیروی فشاری اعمال‌شده ,F, بر روی جیگ را با نرخ بارگذاری N/s (۱۰۰±۵۰۰) به‌طوریکنواخت افزایش دهید تا آزمونه بشکند. نیرو و موقعیت شکست را ثبت کنید.

ت- برای پیدا کردن ناحیه شروع شکست، قطعات خرد شده را بازرسی کنید. چنانچه مبدأ شکست بیشتر از ۰٫۵میلی‌متر خارج از حلقه بارگذاری داخلی باشد باید مطابق با مورد **پ** زیربند ۴-۵-۶ درگزارش ثبت شود. برای محاسبه تنش شکست فرض کنید شکست در درون حلقه داخلی بارگذاری اتفاق افتاده است. نتایج حاصله را در محاسبه استحکام متوسط استحکام هر بهر آزمون را نگهداری کنید.

ث- این مراحل را برای هر یک از آزمونه‌های یک بهر تکرار کنید.

۴-۵-۵ محاسبه نتایج

$$\sigma = \frac{3F}{2\pi \cdot {t_{\mathrm{m}}}^2}\left[(1+\nu)\cdot \mathrm{In}(\frac{D_{\mathrm{s}}}{D_{\mathrm{l}}}) + (1-\nu)\cdot(\frac{D_{\mathrm{s}}^2 - D_{\mathrm{l}}^2}{2D^2})\right] \quad (۲)$$

که در آن:

F نیروی اعمال‌شده در لحظه شکست برحسب نیوتن.

t_{m} ضخامت متوسط آزمونه برحسب میلی‌متر؛

D_{l} میانگین قطر هر حلقه پایه برحسب میلی‌متر؛

D_{s} میانگین قطر حلقه بارگذاری برحسب میلی‌متر؛

D قطر آزمونه برحسب میلی‌متر؛

ν ضریب پواسون برای زیرکونیا (۰٫۳فرض شود).

میانگین تنش شکست و انحراف استاندارد را برای آزمونه‌های یک بهر محاسبه کنید.

۴-۵-۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل آگاهی‌های زیر باشد:

الف- مشخصات ماده سرامیکی، جزئیات شماره بهر و یا سایر کدهایی که به‌منظور تشخیص آزمونه‌ها به‌کاربرده می‌شود؛

ب-روش آماده‌سازی آزمونه‌ها؛

پ- مقدار میانگین و انحراف استاندارد تنش‌های شکست. درصورت لزوم تنش‌های شکست برای تنش‌های شکست مربوط به تک‌تک آزمونه‌ها را می توان بر طبق بند ۴-۷ ارائه کرد. اگر محل شکست آزمونه‌ها درخارج از قطر حلقه بارگذاری باشد باید گزارش شود(زیربند ۴-۵-۴-ت).

ت- ارجاع به این استاندارد.

۴-۶ استحکام خمشی چهار نقطه‌ای

استحکام خمشی چهار نقطه‌ای باید مطابق با استاندارد ISO14704 ASTM C1161 یا استاندارد EN 843-5 با استفاده از چهار نقطه در محدوده mm(۱±۴۰) × mm(۱±۲۰) اندازه‌گیری و گزارش شود.

طول آزمونه‌ها باید mm(۱±۴۵) بوده و عرض آن‌ها mm(۰٫۲±۴٫۰) و ضخامت آن‌ها mm(۰٫۲±۳٫۰) باشد. آزمونه را توسط دو غلتک موازی به قطرmm(۰٫۲±۵٫۰) نگه دارید. دو غلتک باید نسبت به طول قطعه آزمون به صورت متقارن طوری قرار گرفته باشند که فاصله مراکز دو غلتک به طور جداگانه(نسبت به لبه بیرونی) mm (۰٫۵±۴۰٫۰) باشد.

دو غلتک بارگذاری باید نسبت به غلتک بیرونی به صورت متقارن قرار داده شوند سطح مورد آزمون باید در تماس با غلتک های خارجی باشد به طوری که فاصله مراکز دارای mm(۰٫۲±۲۰) باشند.

حداقل ۱۰ آزمونه برای تعیین میانگین استحکام باید مورداستفاده قرار گیرد.

استحکام خمشی اسمی برای هریک از آزمونه‌ها و نیز مقادیرمیانگین و انحراف استاندارد را محاسبه کنید.

۴-۷ مدول وایبل

داده‌های استحکام از آزمون‌های استحکام خمشی دونقطه‌ای یا استحکام خمشی چهار نقطه‌ای باید مطابق با استانداردهای EN 843-5, ISO 20501 یا ASTM C1239 با استفاده از روش آماری وایبل تجزیه و تحلیل شود. حداقل ۳۰ آزمونه باید برای استفاده از روش آماری وایبل انتخاب شود. مدول وایبل باید حدود داده شده در جدول ۱ را برآورده کند.

در گزارش آزمون مشخصه های استحکام(پارامتر مقیاس) و مدول وایبل باید استفاده شود.

۴-۸ مدول یانگ

مدول یانگ باید تعیین شده و بر اساس استانداردهای ASTM C119 , EN 843-2, ISO 17561 ASTM C1331 یا ASTM C11259 گزارش شود. حداقل ۳ آزمونه برای تعیین مقدار میانگین باید آماده شود.

۴-۹ سختی

برای مشخصه سختی مواد، روش سختی ویکرز و گزارش نتایج باید مطابق با استانداردهای ISO 14705, EN 843-4 یا ASTM C1327 مورد استفاده قرار گیرد. نیروی آزمون حداقل۹٫۸۱N(HV1) باید اعمال شود.

۴-۱۰ خستگی چرخه‌ای

۴-۱۰-۱ اصول

هیچ یک از نمونه های آزمون در حداقل چرخه $۱۰^۶$ نباید مردود شوند. خستگی چرخه‌ای باید به وسیله آزمون چهارنقطه‌ای چرخه‌ای تحت شرایط فیزیولوژیکی شبیه‌سازی‌شده طبق استاندارد ISO 22214 مشخص شود.

۴-۱۰-۲ دستگاه

الف- دستگاه آزمون مکانیکی، مناسب به‌منظور استفاده در بارگذاری چرخه‌ای سینوسی دستگاه آزمون مطابق با استاندارد ISO 75001:2004 ، کلاس یک، با درستی یک درصد برای حداکثر نیرو یا بهتر از آن، باید بکار گرفته شود. دستگاه باید دارای وسایلی برای پایش حداکثر و حداقل نیرو و ثبت تعداد چرخه‌ها یا زمان آزمون باشد.

ب- جیگ آزمون، مطابق با استاندارد ISO 14704، است. قطعه آزمون به وسیله دو غلتک موازی نگه داشته می‌شود. هر غلتک باید نسبت به طول قطعه آزمون به صورت متقارن طوری قرار گرفته باشند که مرکز بیرونی آنها در فاصله (۴٫۰±۰٫۱) میلی‌متر باشد. دو غلتک بارگذاری باید نسبت به غلتک‌های بیرونی متقارن بوده و فاصله مراکز دو غلتک(۲۰٫۰۰±۰٫۰۵) میلی‌متر باشد.

۴-۱۰-۳ اندازه نمونه و آماده‌سازی آزمونه ها

آماده‌سازی آزمونه ها و شکل هندسی آنها باید مطابق با استاندارد ISO14704، باشد. تعداد ۵ نمونه باید برای خستگی چرخه ای مورداستفاده قرار گیرد.

۴-۱۰-۴ روش و الزامات نمونه

آزمون باید در فرکانس‌های بین (۵ و ۲۰) هرتز انجام شود و در محلول سرم نمکی فیزیولوژیک در دمای (۳۷±۲)°C انجام شود. زمان آزمون باید تا زمانی که قطعه بشکند یا تا رسیدن به $۱۰^۶$یا یک‌میلیون چرخه

ادامه داشته باشد. آزمون باید در حداکثر پیک فشاری σ_{max}= ۳۲۰Mpa با استفاده از نیرویی که از رابطه زیر(رابطه۳) محاسبه می‌شود تحت ضریب نسبی R، (رابطه بین حداقل و حداکثر نیروی اعمال شده) برابر ۰/۱ باید انجام شود. هیچ یک از آزمونه های آزمون نباید در کمتر از $۱۰^۶$ چرخه دچار نقص شوند.

$$F_{\max} = \frac{2bh^2\sigma_{\max}}{3(S_1 - S_2)} \qquad (۳)$$

که در آن:

b عرض نمونه برحسب میلی متر؛

h ارتفاع قطعه آزمونه آزمون برحسب میلی متر ؛

S_1 دهانه خارجی جیگ برحسب میلی متر ؛

S_2 دهانه داخلی جیگ برحسب میلی متر.

۴-۱۰-۵ گزارش آزمون

الف- جزئیات شماره بهر و یا سایر کدهای شناسایی که به منظور تشخیص آزمونه‌ها به‌کاربرده می‌شود؛

ب- روش آماده‌سازی آزمونه‌ها؛

پ- مشخص کردن اینکه همه آزمونه‌ها در آزمون ($۱۰^۶$ سیکل) قبول یا مردود شده‌اند؛

ت- ارجاع به این استاندارد.

۴-۱۱ پرتوزائی

۴-۱۱-۱ اصول

این روش استفاده از طیف‌نگاری گاما برای اندازه‌گیری فوتون‌های گامای تابش یافته از رادیو نوکلوئید درون نمونه آزمون، بدون نیاز به جداسازی آن از ماتریس نمونه را توصیف می‌کند. آشکارسازی همزمان گسیل کننده‌های گاما در مواد نمونه با استفاده از تک آشکارساز نیمه‌رسانای ژرمانیومی متصل به یک آنالایزر چندکاناله(MCA[1]) انجام می‌شود. پردازش اتوماتیک داده‌های جمع آوری شده می‌تواند به وسیله یک سیستم کامپیوتری با انتخاب نرم افزار مناسب برای جمع‌آوری داده‌های فرایند، به‌راحتی کنترل شود.

1- MultiChannel Analyser

۴-۱۱-۲ دستگاه‌ها

۴-۱۱-۲-۱ بشر مارینلی با کلاهک، به ظرفیت ۵۰۰ میلی‌لیتر،

۴-۱۱-۲-۲ سنگ‌شکن گلوله‌ای

۴-۱۱-۲-۳ الک، مطابق با استاندارد ISO 3310-1.

۴-۱۱-۲-۴ دستگاه طیف‌نگاری گاما، مجهز به آشکارساز عمودی ژرمانیوم با نویز زمینه کم و حساسیت بالا(HPGe[1]) باراندمان(۲۰ تا ۲۵) درصد در بازه انرژی۱۰KeV تا ۱۰MeV و قدرت تفکیک کامل حداکثر در نیمه عرض (FWHM[2]) در انرژی۱٫۳۳MeV ، ۱٫۸ KeV- تا۲) باید استفاده شود.

اسپکترومتر باید دارای یک پیک در نسبت پیک کامپتون بزرگ‌تر از ۱: ۴۶ باشد. یک دتکتور تقویت‌کننده اولیه در کپسول آشکارساز وجود دارد و همچنین باید دارای منبع تغذیه ولتاژ بالا و تقویت‌کننده خطی باشد.

۴-۱۱-۲-۵ پوشش سربی آشکارساز، با محفظه مناسب برای تطابق با بشر مارتینلی(زیر بند ۴-۱۱-۲-۱) و دیواره پوشش‌دهنده با ضخامت cm(۵ تا ۱۰۰) با نوارهای کادمیم (۱٫۶ mm) و لایه‌های مس (۰٫۴ mm) باید مورد استفاده قرار گیرد.

۴-۱۱-۲-۶ آنالیزکننده چندکاناله، جهت فراهم آوردن جستجوی پیک، محاسبه موقعیت در انرژی ، مشخص کردن نوکلوییدهای تابشی با استفاده از مرجع نوکلوییدی، محاسبه مساحت پیک خالص و محاسبه با استفاده از الگوریتم های محاسباتی می باشد.

۴-۱۱-۳ آماده‌سازی نمونه

نمونه باید به صورت پودر با دانسیته پرشدگی g/cm^3 (۱٫۱ تا ۱٫۳) و توزیع اندازه ذرات در گستره ۰٫۱µm تا ۳µm باشد. در صورت لزوم نمونه را خُرد کنید. بشر مارینلی باید تا حجم یک لیتر بدون هیچ تکان یا فشار، با نمونه پر شود.

یادآوری- استاندارد ASTM G136 روش مناسبی را برای نمونه‌برداری توزیع اندازه ذرات ارایه کرده است.

۴-۱۱-۴ تعیین ایزوتوپ- کالیبراسیون انرژی

سیستم آشکارساز ژرمانیم باید با استفاده از چشمه هائی که با استانداردهای چندگانه مطابقت داشته و حاوی

1- High Performance Germanium
2- Full-Width Half-Maximum

رادیونوکلوئیدهائی با پرتوزائی به دقت شناخته شده و دارای انرژی معین در گستره موردنظر می باشد، کالیبره شود. جدول ۲ فهرستی از رادیونوکلوئیدهای مناسب را ارائه داده است. منبع کالیبراسیون انرژی باید حداقل حاوی چهار سطح انرژی مختلف گاما بوده و یکی از آن‌ها باید مربوط به Cs^{137} باشد.

ضریب تقویت سیستم باید طوری تنظیم شود که پیک نوری Cs^{137} در ۶۶۲KeV را در حدودیک‌سوم مقیاس کل نشان دهد. ضریب تقویت سیستم برابر ۰٫۵keV/ch تنظیم می‌شود.

جدول ۲- رادیونوکلوئید های مناسب برای انرژی وراندمان کالیبراسیون

Nuclide	Half-life[a] days (d) or years (y)	*E* keV	Photons/decay
Na^{22}	950,4d	511 1 274,5	1,807 0,999 4
Sc^{46}	83,79d	889,28 1 120,55	0,999 84 0,999 87
Cr^{51}	27,70d	320,08	0,099 1
Mn^{54}	312,05d	834,85	0,999 76
Co^{57}	271,74d	122,06	0,856
Co^{60}	1 925,28d	1 173,23 1 332,49	0,998 5 0,999 826
Cd^{109}	461,4d	22,16 88,03	0,550 8 0,036 8
Cs^{137}	30,08y	661,66	0,851
Ce^{139}	137,64d	165,858	0,800
Ce^{141}	32,50d	145,44	0,48
Hg^{203}	46,594d	279,20	0,82
Am^{241}	432,6y	59,54	0,360
[a] Source: IAEA Nuclear Data Service			

۴-۱۱-۵ آنالیزکمّی

۴-۱۱-۵-۱ بازده کالیبراسیون

به این منظور از یک بشر مارتینلی یک لیتری استفاده می‌شود. بازده کالیبراسیون به وسیله یک استاندارد رادیونوکلوئیدی مناسب تائید شده، تعیین می‌شود. نقاط کالیبراسیون باید در فواصل KeV ۵۰ دربازه KeV۶۰تا KeV ۳۰۰در فواصل تقریبی KeV ۲۰۰، در بازه KeV ۳۰۰ تا KeV ۱۴۰۰ و حداقل یک نقطه مابین KeV ۱۴۰۰ و KeV ۲۰۰، در نظر گرفته شوند. غلظت پرتوزائی انواع رادیونوکلوئیدهای استاندارد استفاده شده برای کالیبراسیون باید با حداکثر خطای ۳ درصد نسبت به کل پرتوزائی تعیین شود. زمان اندازه‌گیری باید به اندازه کافی بلند باشد تا درستی پیک‌های به دست آمده را تضمین نماید.

۴-۱۱-۵-۲ آنالیز نمونه

طیف نمونه موجود در بشر مارتین به حجم یک لیتر را در بازه زمانی مناسب برای دستیابی به پیک‌های تعریف شده مشخص به دست آورید. طیف زمینه را نیز با روش مشابه به دست آورید. برای حذف اثرات تداخلی زمینه از برنامه نرم‌افزاری و برای آنالیز صحیح نتایج از نرم‌افزار مربوط استفاده کنید.

۴-۱۱-۶ بیان نتایج

نتایج برحسب بکرل بر کیلوگرم بیان می‌شود.

۴-۱۱-۷ گزارش آزمون

گزارش نهایی باید شامل موارد زیر باشد:
الف -کیفیت و کمیت همه رادیونوکلوئید های اصلی موجود در نمونه،
ب- تعیین عدم قطعیت در محاسبات انجام شده،
کمترین شدت آشکار شده برای رادیونوکلوئید هایی که به طور آماری پیک‌های ناچیز نشان داده‌اند،
ت- ارجاع به این استاندارد.

۴-۱۲ آزمون پیرسازی تسریع شده

۴-۱۲-۱ کلیات

این آزمون ثبات فازهای تتراگونال را در فرایند حرارتی مرطوب توصیف می‌کند.

۴-۱۲-۲ روش

از آزمونه های مناسب به طوری که در زیربندهای ۴-۴-۳ ، ۴-۵ و ۴-۶ توصیف شده است، استفاده نمایید. نمونه‌ها را در یک اتوکلاو و در معرض دمای ^{o}C (۲±۱۳۴) تحت فشار MPa ۰٫۲ به مدت h ۵، قرار دهید. بعد از این مدت ، اتوکلاو را خنک کنید و نمونه های آزمون را خشک کنید.

۴-۱۲-۳ ارزیابی پیرسازی تسریع شده

محتوای فاز مونوکلینیک را طبق زیربند۴-۴-۳ اندازه بگیرید و همان آزمون استحکام قبلی را بکار گیرید. استحکام را بر اساس زیربندهای ۴-۵ یا ۴-۶ تعیین و گزارش کنید.

کتاب‌نامه

[1] ISO 12677, Chemical analysis of refractory products by X-ray fluorescence (XRF) – Fused cast-bead Method

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۹۴۹: سال ۱۳۹۱، دیرگدازها- تجزیه شیمیایی فراورده‌های دیرگداز به‌وسیله‌ی فلورسانس اشعه X -(XRF)روش ریخته‌گری ذوبی دانه-روش ازمون با استفاده از استاندارد ISO 12677 : 2011، تدوین شده است.

[2] DEVILLE, S., GREMILLARD., CHEVALIER, J. and FRANTOZZI, G. Critical comparison of methods for the determination of aging sensitivity in biomedical Yttria Stabilized Zirconia, J. Biomed.

[3] GARVIE and NICHOLSON. J. Am. Ceram. Soc. 1972, **55** (6) pp. 303–305

[4] EN 843-1, Advanced technical ceramics — Mechanical properties of monolithic ceramics at room temperature — Part 1: Determination of flexural strength

[5] ASTM C1499, Standard Test Method for Monotonic Equibiaxial Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature