



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۲۰۳

چاپ اول

**ISIRI**

**13203**

**1st. Edition**

کاشتنی‌های جراحی - کوپلیمرها و آلیاژها بر  
پایه پلی لاکتاید - آزمون تخریب برون تنی

**Implants for surgery- Copolymers and  
blends based on polylactide- In vitro  
degradation testing**

ICS:11.040.40

## 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)<sup>۱</sup> کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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 بینالمللی 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

«کاشتنی‌های جراحی - کوپلیمرها و آلیاژها بر پایه پلی لاکتاید - آزمون تخریب برون تنی»

رئیس:

نجفی، فرهود  
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشگاه صنایع رنگ

دبیر:

حق بین نظریاک، معصومه  
(دکترای مهندسی پزشکی)

دانشگاه صنعتی امیرکبیر

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آقاجمالی، مریم  
(کارشناس ارشد شیمی)

دانشگاه تهران

رضایی راد، عارف

(کارشناس مهندسی صنایع)

شرکت آتیلا ارتوپد

ظهور رحمتی، لاله

(کارشناس ارشد مدیریت سیستمهای اطلاعاتی و  
فیزیک)

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فرزادی، ارغوان

(کارشناس ارشد مهندسی پزشکی)

دانشگاه صنعتی امیرکبیر

مهدی زاده، سینا

(کارشناس ارشد مهندسی پزشکی)

شرکت آتیلا ارتوپد

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
ه	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ روش‌های تخریب
۴	۵ آزمون‌های مکانیکی
۶	۶ آزمون‌های فیزیکوشیمیایی
۹	۷ خاتمه آزمون
۹	۸ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف
۱۱	پیوست ب

## پیش گفتار

استاندارد "کاشتنی‌های جراحی- کوپلیمرها و ترکیبات بر پایه پلی لاکتاید- آزمون تخریب برون تنی" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در دویست و هشتاد و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۱۳۸۹/۱۰/۱۱ 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 پیشرفت های 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 مورد 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:

- 1- ISO 15814:1999, Implants for surgery- Copolymers and blends based on polylactide- *In vitro* degradation testing

## کاشتنی‌های جراحی - کopolymerها و آلیاژها بر پایه پلی لاکتاید -

### آزمون تخریب برون تنی

#### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، مقایسه و/یا ارزیابی مواد یا شرایط فرآوری کopolymerهای پلی لاکتاید و/یا آلیاژهای آنهاست. این استاندارد ملی روش‌هایی برای تعیین تغییرات شیمیایی و مکانیکی خواص کopolymerهای پلی لاکتاید و/یا آلیاژهای آنها در شرایط تخریب برون تنی توصیف می‌کند. روش‌های آزمون مشخص شده در این استاندارد ملی به منظور تعیین آهنگ تخریب و تغییرات خواص مواد کopolymerهای بر پایه پلی لاکتاید و/یا آلیاژهای آن با منومرهای<sup>۱</sup> مختلف (نظیر گلایکولاید، تری متیلن کربنات، ε-کاپرولاکتون) در شرایط برون تنی می‌باشند. این روش‌های برون تنی نمی‌توانند برای پیش‌بینی قطعی رفتار این مواد در شرایط درون تنی به کار روند. این استاندارد ملی برای کopolymerها و/یا ترکیبات بر پایه پلی لاکتاید در قطعات یا شکل‌های فرآوری شده، به منظور ساخت کاشتنی‌های جراحی کاربرد دارد.

#### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معه‌ذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و/یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و/یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۹ سال ۱۳۸۱، منسوجات - روش اندازه‌گیری نیرو و ازدیاد طول نخ تا حد پارگی.

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگیها و روشهای آزمون.

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۴ سال ۱۳۸۶، تورهای ماهیگیری - اندازه‌گیری نیروی پارگی نخ و نیروی پارگی گره در نخهای مورد مصرف در تور ماهیگیری.

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶۶۲۱ سال ۱۳۸۱، پلاستیکها - تعیین خواص کششی - روش آزمون.

2-5 ISO 178:1993, Plastics - Determination of flexural properties.

2-6 ISO 537:1989, Plastics - Testing with the torsion pendulum.

- 2-7 ISO 604:1993, Plastics – Determination of compressive properties.
- 2-8 ISO 1184:1993, Plastics – Determination of tensile properties of films.
- 2-9 ISO 1628-1:1998, Plastics – Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers — Part 1: General.
- 2-10 ISO 5081:1977, Textiles - Woven fabrics - Determination of breaking strength and elongation (Strip method).
- 2-11 ISO/TR 10993-9: 1994, Biological evaluation of medical devices - Part 9: Framework for identification and quantification of potential degradation products.
- 2-12 ISO 13781:1997, Poly (L-lactide) resins and fabricated forms for surgical implants - In vitro degradation.
- 2-13 ISO 14130:1997, Fibre-reinforced plastic composites - Determination of apparent interlaminar shear strength by short-beam method.

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

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

#### ۱-۳ کوپلیمر

ماده پلیمری که از منومرهای مختلفی تشکیل شده است.

#### ۲-۳ آلیاژ<sup>۱</sup>

ماده پلیمری که از پلیمرهای مختلفی تشکیل شده است که با یکدیگر به خوبی مخلوط شده‌اند.

#### ۳-۳ جذب

اتلاف مورفولوژی و وزن.

#### ۴ روش‌های تخریب

##### ۱-۴ کلیات

باید برای آزمون‌های زیر مقادیر اولیه بلافاصله قبل از شروع آزمون تخریب (زمان صفر) تعیین گردند. آزمون‌ها باید در هر دوره آزمون بر روی نمونه‌های تخریب شده انجام شود.

#### ۲-۴ واکنشگرها و دستگاه‌ها

۱-۲-۴ محلول غوطه‌وری (محلول بافر فسفات)

برای مطالعه تخریب برون تنی، باید نمونه آزمون در محلول بافر (pH=7/4) شامل پتاسیم دی هیدروژن فسفات در آب آزمایشگاهی درجه ۲ طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ غوطه‌ور شوند.

الف) ۹/۰۷۸ گرم  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  در یک لیتر  $\text{H}_2\text{O}$ :  $1/15 \text{ mol/l KH}_2\text{PO}_4$  (الف)  
ب) ۱۱/۸۷۶ گرم  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  در یک لیتر  $\text{H}_2\text{O}$ :  $1/15 \text{ mol/l Na}_2\text{HPO}_4$  (ب)

محلول را با مخلوط کردن ۱۸/۲ درصد (جزء حجمی) از محلول الف و ۸۱/۸ درصد (جزء حجمی) از محلول ب آماده کنید.

هیچ افزودنی دیگری نباید در محلول به کار رود.

نمک‌های به کار رفته برای آماده‌سازی محلول بافر باید از درجه آزمایشگاهی بوده و برای رسیدن به جرم واقعی خشک شوند.

کمینه حجم محلول بافر به کار رفته باید ۱۰ میلی‌لیتر باشد. نسبت حجم محلول بافر به جرم نمونه آزمون (به میلی‌لیتر) بزرگتر از ۳۰ به ۱ باشد. ظرفیت بافر باید برابر یا بیشتر از بیشینه غلظت اسید محاسبه شده باشد. نمونه آزمون باید کاملاً در محلول غوطه‌وری فرو برده شود.

**۴-۲-۲ محفظه پلاستیکی یا شیشه‌ای خنثی** (نظیر بطری، ظرف دهان گشاد، شیشه آمپول و ...) محفظه پلاستیکی قادر به نگهداری نمونه آزمون برای هر ماده و دوره زمانی و حجم محلول غوطه‌وری مورد نیاز باشد. هر محفظه باید در برابر کاهش محلول در اثر تبخیر و اجتناب از ورود آلودگی میکروبی آب‌بندی شود.

#### **۴-۲-۳ حمام یا خشک کن دمای ثابت**

خشک کن باید قادر به حفظ محفظه‌های نمونه در دمای تخریب  $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$  در هر مکانی برای دوره آزمون مشخص شده (به عنوان مثال خشک کن هوای گردش) باشد.

#### **۴-۲-۴ pH متر**

برای کنترل مقدار pH

#### **۴-۲-۵ ترازوی آزمایشگاهی**

با دقت ۰/۱ میلی‌گرم

#### **۴-۳ کنترل محلول بافر**

۴-۳-۱ تغییرات مقدار pH



مقدار pH باید در دو محفظه در هر دوره آزمون اندازه‌گیری شود. باید در دوره‌های آزمون طولانی، مقدار pH در حداقل دو محفظه اضافی هر چهار هفته اندازه‌گیری شود. اگر مقدار pH در یک محفظه بیشتر از حد مجاز تغییر کند، مقدار آنرا در کلیه محفظه‌ها اندازه‌گیری نموده و با استفاده از محلول NaOH ۰/۱ مولار در  $pH = 7/4 \pm 0/3$  تنظیم نمایید.

#### ۴-۳-۲ کدر شدن محلول بافر

کدر شدن محلول بافر ممکن است نشانه آلودگی باشد. اگر هر گونه کدر شدن مشاهده شد که نمی‌تواند مستقیماً مربوط به خود ماده یا محصولات تخریب آن باشد، نمونه آزمون دور انداخته شود. برای پرهیز از آلودگی میکروارگانیسم‌ها، توصیه می‌شود محفظه و محلول غوطه‌وری سترون شوند.

#### ۴-۴ آزمون تخریب

##### ۴-۴-۱ دما

نمونه آزمون باید در دمای فیزیولوژی  $(37 \pm 1)^\circ C$  نگهداری شود.

#### ۴-۴-۲ دوره آزمون

نمونه‌های آزمون باید کاملاً در محلول غوطه‌وری فرو برده شوند. برای موادی که به منظور تخریب در یک دوره کوتاه مدت طراحی شده‌اند، نمونه آزمون را در هفته‌های ۲، ۴، ۸، ۱۶ و ۲۶ پس از زمان صفر از محلول آزمون خارج نمایید. برای موادی که به منظور تخریب در یک دوره طولانی مدت طراحی شده‌اند، نمونه آزمون را در حداقل شش موقعیت شامل ۶، ۱۲، ۲۶، ۳۹ و ۵۲ هفته پس از زمان صفر از محلول آزمون خارج نمایید.

#### ۵ آزمون‌های مکانیکی

##### ۵-۱ کلیات

هر نمونه آزمون باید تنها برای یک آزمون مکانیکی به کار رود. در طی کلیه دوره‌های زمانی، از تکان دادن محلول پرهیز شود. برای اجتناب از لغزش نمونه آزمون در گیره‌ها، سطوحی که باید به گیره متصل شوند را با استفاده از یک حوله کاغذی به دقت خشک نمایید. حداقل باید سه نمونه آزمون، در هر دوره آزمون شوند.

برای تجزیه و تحلیل آماری حداقل شش نمونه در هر دوره آزمون مورد نیاز است.

**یادآوری-** خواص مکانیکی با دما تغییر می‌کند. دمای انتقال شیشه‌ای پلیمرهای آمورف یا نیمه بلورین به محتوای آب ماده بستگی دارد. ممکن است خشک کردن نمونه‌های آزمون، به ویژه مواد تقویت شده با الیاف و/یا تخریب شده بر روی این خواص تاثیر بگذارد.

## ۵-۲ روش آزمون

### ۵-۲-۱ آماده سازی نمونه آزمون

نوع آماده سازی به کار رفته باید در گزارش آزمون بیان شود.

الف) نوع الف: نمونه‌ها را در آب با درجه آزمایشگاهی به مدت  $(3 \pm 60)$  دقیقه در دمای  $(1 \pm 37)^\circ\text{C}$  غوطه‌ور سازید. آزمون‌های مکانیکی را در حمام آب در  $(1 \pm 37)^\circ\text{C}$  انجام دهید.

ب) نوع ب: نمونه‌ها را در محلول به مدت  $(3 \pm 60)$  دقیقه غوطه‌ور سازید. آزمون‌های مکانیکی را پس از خروج از محلول در دمای اتاق  $(1 \pm 22)^\circ\text{C}$  انجام دهید.

### ۵-۲-۲ دوره‌های آزمون

برای موادی که به منظور تخریب در یک دوره کوتاه مدت طراحی شده‌اند، حداقل هفت دوره آزمون شامل هفته‌های ۲، ۴، ۸، ۱۶ و ۲۶ پس از زمان صفر، لازم است.

برای موادی که به منظور تخریب در یک دوره طولانی مدت طراحی شده‌اند حداقل هفت دوره آزمون شامل هفته‌های ۶، ۱۲، ۲۶ و ۵۲ پس از زمان صفر، لازم است.

### ۵-۲-۳ روش آزمون

روش‌های آزمون را برای شبیه‌سازی شرایط بارگذاری بر روی قطعه انتخاب نمایید. خواص مکانیکی را با استفاده از یکی از روش‌های ارائه شده در جدول ۱ تعیین کنید.

روش آزمون به کار رفته باید از طریق بخش‌های به کار رفته نمونه مشخص شوند.

پارامترهای آزمون باید بر طبق استاندارد مربوط بیان شده در جدول ۱ تعیین شوند؛ روش انتخاب این پارامترها که با بخش‌های نمونه ارائه شده مشخص شده‌اند یا سایر پارامترها که باید طبق خانه‌های جدول ۱ تعیین شوند، در هر حالت که فراهم شده‌اند، تنظیم و گزارش شود.

**یادآوری ۱-** از آنجا که ممکن است شکل و ساختار نمونه آزمون تاثیر زیادی بر کینتیک<sup>۱</sup> تخریب داشته باشد، در موارد کاربردی بهتر است نمونه آزمون از لحاظ شکل و ساختار قابل مقایسه با محصولات نهایی باشد.

**یادآوری ۲-** ممکن است سایر روش‌های آزمون برای ساختارهای مشخص (نظیر پلاستیک‌های مشبک<sup>۲</sup>) یا ویژگی‌های مشخص (نظیر خزش کششی) در صورت کاربرد استفاده شوند.

---

1 - Kinetics

2 - Cellular plastics

## جدول ۱- روش‌های آزمون

روشهای آزمون	شکل
استاندارد ISO 178:1993 استاندارد ISO 180:1993 استاندارد ملی ایران شماره ۶۶۲۱ استاندارد ISO 537:1989 استاندارد ISO 604:1993 استاندارد ISO 14130:1997	ماده صلب
استاندارد ISO 1184:1993	فیلم، لایه <sup>a</sup> ، ورقه
استاندارد ملی ایران شماره ۲۹ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۳۴ استاندارد ISO 5081:1977	الیاف، منسوجات
a- Foil	

### ۶ آزمون‌های فیزیکی شیمیایی

#### ۶-۱ اتلاف وزن ماده

##### ۶-۱-۱ دستگاه

##### ۶-۱-۱-۱ ترازوی آزمایشگاهی

یک وسیله کالیبره که قادر به اندازه‌گیری وزن نمونه آزمون با دقت ۰.۱٪ وزن کلی نمونه باشد.

##### ۶-۱-۱-۲ دسیکاتور

دسیکاتور، شامل یک دسیکانت (به عنوان مثال ذرات سیلیکاژل دارای یک نشانگر) برای جذب رطوبت و خشک کردن نمونه‌های آزمون باشد.

##### ۶-۱-۱-۳ پمپ خلا

پمپی که قادر به تولید خلاء حداقل ۵ kPa (۵۰ mbar) در دسیکاتور باشد.

##### ۶-۱-۱-۴ دستگاه مناسب

دستگاهی که برای جداسازی دبری‌های تولید شده در آزمون تخریب به کار می‌رود. این دستگاه ممکن است شامل یک فیلتر خنثی، یک سانتریفوژ با دمای کنترل شده یا ترکیب این دو باشد. دستگاه باید در گزارش آزمون شرح و توصیف شود.

### ۶-۱-۲ تعداد نمونه‌های آزمون

در هر دوره باید حداقل سه نمونه آزمون شوند. برای هر نمونه، باید محفظه جداگانه‌ای به کار رود. برای تجزیه و تحلیل آماری، حداقل شش نمونه در هر دوره آزمون لازم است.

### ۶-۱-۳ شکل و ساختار نمونه‌های آزمون

از آنجا که ممکن است شکل و ساختار نمونه آزمون تاثیر بسیاری بر روی سینتیک تخریب داشته باشد، در موارد کاربردی، باید نمونه‌های آزمون با محصولات مورد نظر از نظر ابعاد و ساختار قابل مقایسه باشند.

### ۶-۱-۴ روش کار

#### ۶-۱-۴-۱ جداسازی نمونه و دبری‌ها<sup>۱</sup> با استفاده از یک فیلتر

فیلتر را تحت خلاء در دمای اتاق تا رسیدن به جرم ثابت خشک نمایید. وزن فیلتر را تعیین کنید. با استفاده از فیلتر توزین شده، نمونه را از دبری‌های احتمالی و محلول تخریب جدا سازید. یک جت آب تمیزکاری می‌تواند برای فیلتر کردن به کار رود. محتوای فیلتر را سه مرتبه با آب آزمایشگاهی بشویید.

#### ۶-۱-۴-۲ جداسازی نمونه و دبری‌ها با استفاده از یک سانتریفوژ

وزن یک لوله سانتریفوژ خشک تمیز را تعیین کنید. محلول تخریب نمونه آزمون را به لوله سانتریفوژ منتقل کرده و قبل از جداسازی در لوله را ببندید. لوله را بچرخانید تا یک گلوله دبری‌های سفت به دست آید. محلول رویی را با دقت در محفظه بریزید. دوباره گلوله را در آب آزمایشگاهی معلق سازید و مجدداً بچرخانید. سپس دوباره محلول رویی را به محفظه بریزید. این فرآیند را دو بار دیگر تکرار نمایید.

#### ۶-۱-۴-۳ اندازه‌گیری وزن اولیه

نمونه آزمون را تحت خلاء در دمای اتاق تا رسیدن به جرم ثابت خشک نمایید. وزن اولیه نمونه آزمون را با دقت ۱/۰٪ وزن کلی تعیین کنید.

#### ۶-۱-۴-۴ تعیین وزن نمونه‌های تخریب شده

نمونه را با مقدار کمی آب آزمایشگاهی بشویید و محلول شستشو را به محلول تخریب بیافزایید. نمونه را با دبری‌های به دست آمده از فیلتر یا سانتریفوژ مخلوط کرده تا رسیدن به جرم ثابت خشک کنید. سپس وزن معادل را تعیین نمایید.

### ۶-۱-۵ قابلیت استفاده مجدد از نمونه‌های آزمون

نمونه‌های خشک شده به کار رفته برای اندازه‌گیری کاهش وزن، نباید در آزمون مکانیکی به کار روند.

بهتر است نمونه‌های به کار رفته برای اندازه‌گیری کاهش وزن در آزمون‌های بیشتری (نظیر کاهش وزن مولکولی، تغییرات در کالریتری تفاضلی روبشی (DSC)<sup>۱</sup>)، تغییر توزیع وزن مولکولی با استفاده از کروماتوگرافی نفوذ ژل (GPC)<sup>۲</sup>)، آنالیز ساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM)<sup>۳</sup> به کار روند.

روش‌های آزمایشگاهی زیر در موارد مرتبط توصیه می‌شوند:

الف) DSC طبق استاندارد ISO 3146

ب) طیف سنجی جذب اتمی (AAS)<sup>۴</sup> برای محتوای کاتالیست

پ) کروماتوگرافی حذف اندازه‌ای (SEC)<sup>۴</sup>، GPC برای تغییر توزیع وزن مولکولی طبق استاندارد ASTM D3536

ت) کروماتوگرافی گازی (GC) برای محتوای منومر

ث) پراش پرتو ایکس برای آنالیز فازی و ساختاری

ج) SEM برای بررسی مورفولوژی ساختار، پیشرفت جذب و تائید مکانیسم شکست به ویژه برای مواد تقویت شده

چ) تعیین فعالیت نوری

برای این روش‌ها، می‌توان نمونه‌های خشک به کار رفته در اندازه‌گیری وزن را به کار برد.

## ۶-۲ تعیین گرانروی محدود کننده

نمونه‌ها را تا رسیدن به وزن ثابت خشک نمایید. گرانروی ذاتی مواد تخریب شده و تخریب نشده را طبق استاندارد ISO 1628-1 در دمای آزمون  $(25 \pm 0.1)^\circ\text{C}$  تعیین نمایید.

باید از حلال کلروفرم استفاده شود. اگر کوپلیمر یا ترکیب در کلروفرم حل نمی‌شوند، هگزاfluorوایزوپروپانول (HFIP) را به کار برید.

باید غلظت محلول پلیمری ۰/۱ درصد با غلظت وزنی  $(2 \pm 0.5)$  میلی گرم در ۵۰ میلی لیتر محلول باشد.

## ۷ خاتمه آزمون

در صورت مشاهده یکی از موارد زیر، آزمون نمونه‌های تخریب را خاتمه دهید:

الف) زمان از پیش تعیین شده به پایان رسیده است؛ یا

ب) کمینه ۵۰ درصد کاهش وزن به دست آمده است

آزمون‌های مکانیکی را هنگامی که مقادیر آزمون به مقدار ناچیزی کوچک باشند یا اندازه‌گیری از لحاظ فنی غیرممکن باشد متوقف سازید.

---

1 -Differential Scanning Calorimetry

2 -Gel Permeation Chromatography

3 -Atomic Absorption Spectroscopy

4 -Size Exclusion Chromatography

## ۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- الف) توصیف ماده آزمون، شماره بهر یا سری ساخت و ابعاد؛
  - ب) نوع آماده سازی (به بند ۵-۲-۱ مراجعه شود)؛
  - پ) توصیف جزئیات روش‌های آزمون به کار رفته، شامل محدوده‌های ویژگی، حساسیت، تشخیص و کمیت؛
  - ت) محیط آزمون؛
  - ث) روش به کار رفته برای تعیین کاهش وزن، شامل دقت و انحراف استاندارد؛
  - ج) نسبت وزن به حجم؛
  - چ) دمای آزمون؛
  - ح) دوره آزمون؛
  - خ) انحرافات از روش آزمون؛
  - د) دلیل خاتمه آزمون؛
  - ذ) نتایج آزمون:
- ذ-۱ وزن نمونه آزمون بیان شده به صورت میانگین درصد کاهش (اولیه و ثانویه) در دوره آزمون؛
- ذ-۲ گرانروی ذاتی (اولیه و بعدی) در دوره آزمون؛
- ذ-۳ خواص مکانیکی (اگر اندازه‌گیری شده‌اند): اولیه و در دوره آزمون؛ پارامترهای آزمون (به عنوان مثال سرعت تغییر شکل، فاصله بین گیره‌ها)؛
- ذ-۴ ظاهر نمونه‌های آزمون پس از دوره‌های زمانی مختلف.

پیوست الف  
(اطلاعاتی)  
آزمون تخریب تسریع شده

الف-۱ کلیات

آزمون تسریع شده، یک آزمون پایشی برای رفتار تخریب ماده مورد آزمون است. هیچ ارتباطی با رفتار ماده در شرایط درون تنی ندارد.

الف-۲ دما

نمونه آزمون باید در دمای بالا  $(70 \pm 1)^\circ \text{C}$  نگهداری شود.

الف-۳ دوره آزمون

نمونه‌های آزمون را از محلول آزمون خارج نموده و پس از حد اقل دو دوره زمانی غوطه وری (به عنوان مثال ۲۴ ساعت و یک هفته) آزمون را انجام دهید.

پيوسٽ ب

کتابنامه

[1] ISO 3146:1985, Plastics - Determination of melting behaviour (melting temperature or melting range) of semicrystalline polymers.

[2] ASTM D 3536, Standard test method for molecular weight averages and molecular weight distribution by liquid exclusion chromatography (gel permeation chromatography- GPC).