INSO
19394
1st. Edition
2015

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

استاندارد ملی ایران
۱۹۳۹۴
چاپ اول
۱۳۹۳

کاشتنی‌های جراحی- اندازه گیری پتانسیل مدار باز برای ارزیابی رفتار خوردگی مواد فلزی قابل کاشت و وسایل پزشکی مورد استفاده در زمان طولانی

Implants for surgery - Measurements of open-circuit potential to assess corrosion behaviour of metallic implantable materials and medical devices over extended time periods

ICS:11.040.40

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک مادهٔ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

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

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان ، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود وکوششی 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 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 می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

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

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)[1] ،کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)[2] و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور ، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود .

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

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

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«کاشتنی‌های جراحی- اندازه گیری پتانسیل مدار باز برای ارزیابی رفتار خوردگی مواد فلزی قابل کاشت و وسایل پزشکی مورد استفاده در زمان طولانی»

رئیس:	**سمت و/ یا نمایندگی**
نیکخو، محمد (دکترای تخصصی مهندسی پزشکی-بیومکانیک)	شرکت آتیلا ارتوپد
دبیر:	
حق بین نظرپاک، معصومه (دکترای تخصصی مهندسی پزشکی، بیومواد)	دانشگاه صنعتی امیرکبیر
اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
بزرگی کیاسرایی، اردلان (لیسانس مهندسی شیمی)	موسسه تحقیقاتی رنگ امیرکبیر
بیشه، عصمت (لیسانس روانشناسی)	کارشناس استاندارد
توکلی، علی (دکترای تخصصی مهندسی پزشکی)	پژوهشگاه استاندارد- گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
حضرتقلی ثمری، نیما (لیسانس مهندسی برق)	گروه تحقیقاتی صنعتی رنگ امیرکبیر
زارعی نژاد ، محمد (دکترای تخصصی مهندسی مکانیک)	دانشگاه صنعتی امیرکبیر
عطاریان، میترا (فوق لیسانس مهندسی مواد)	مرکز متالورژی رازی
فرجی، رحیم (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	پژوهشگاه استاندارد- گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
محمدپور، محمدحسین (لیسانس مهندسی مکانیک)	کارشناس آزاد

مضطرزاده، فتح اله (دکترای تخصصی مهندسی مواد)	دانشگاه صنعتی امیرکبیر
مضطرزاده، سینا (لیسانس مهندسی پزشکی)	دانشگاه صنعتی امیرکبیر
معینیان، سید شهاب (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	پژوهشگاه استاندارد- گروه پژوهشی مهندسی پزشکی
مولایی، شیوا (کارشناس ارشد مهندسی مواد)	مرکز پژوهش متالورژی رازی
نوجه دهیان، هانیه (دکترای تخصصی مهندسی پزشکی، بیومواد)	دانشگاه علوم پزشکی شهید بهشتی
نوروزی زاده، حمیرا (لیسانس مهندسی صنایع)	سازمان ملی استاندارد ایران

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
آشنایی با سازمان ملی استاندارد	ج
کمیسیون فنی تدوین استاندارد	د
پیش گفتار	و
مقدمه	۷
۱ هدف و دامنه کاربرد	۷
۲ مراجع الزامی	۷
۳ اصطلاحات و تعاریف	۷
۴ اهمیت و کاربرد	۹
۵ تجهیزات	۱۲
۶ آماده‌سازی آزمونه	۱۳
۷ شرایط محیطی	۱۴
۸ روش انجام آزمون	۱۶
۹ گزارش آزمون	۱۶
پیوست الف (اطلاعاتی)	۱۸
پیوست ب (اطلاعاتی)	۱۹

پیش گفتار

استاندارد "کاشتنی‌های جراحی- اندازه گیری پتانسیل مدار باز برای ارزیابی رفتار خوردگی مواد فلزی قابل کاشت و وسایل پزشکی مورد استفاده در زمان طولانی" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد تهیه و تدوین شده و در چهارصد و هفتاد و دومین اجلاس کمیتهٔ ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۹۳/۱۰/۲۱ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک مادهٔ ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسهٔ 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 زمینهٔ 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 مأخذی که برای تهیهٔ این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 16429:2004, Implants for surgery – Measurements of open-circuit potential to assess corrosion behaviour of metallic implantable materials and medical devices over extended time periods

مقدمه

دلیل تدوین این استاندارد این است که در مقابل اندازه‌گیری‌های پلاریزاسیون که در استاندارد ASTM G5 توصیف شده‌اند، استاندارد دیگری برای اندازه‌گیری پتانسیل مدار باز وجود نداشت.

در خصوص رفتار خوردگی مواد کاشتنی‌ها و قطعات کاشتنی‌های جراحی، رفتار الکتروشیمی طولانی مدت در محیط بدن، مورد توجه است.

سطوح فلزی در حد فاصل خود با یک محیط الکترولیت، برای رسیدن به حالت تعادل، دچار تغییرات خودبه‌خودی می‌شوند. بستگی به شرایط، واکنش‌های الکتروشیمی و فیزیکوشیمیایی مرتبط می‌توانند بسیار فعال و خورنده، یا بسیار آرام و غیرفعال باشند. به منظور غیرفعال‌سازی فلزاتی که معمولاً در کاشتنی‌های جراحی مورد استفاده قرار می‌گیرند؛ تشکیل و پایداری لایه غیرفعال، پیش‌شرط مهم برای مقاومت به خوردگی این مواد در شرایط مذکور می‌باشد.

می‌توان با اندازه‌گیری پتانسیل مدار باز در مدت زمان طولانی‌تر، واکنش خودبه‌خودی به محیط (الکترولیت) به شکل فعال‌سازی یا غیرفعال‌سازی، تشکیل پتانسیل حالت پایدار[1] و پایداری آن را بررسی نمود. اندازه‌گیری این خواص در مواد و قطعات کاشتنی‌های جراحی، مورد توجه است، زیرا به مشخصه‌یابی سیستم‌های مواد کاشتنی و بهینه‌سازی فرآیند، اصلاح سطح و خواص کمک می‌کند. به علاوه، اندازه‌گیری طولانی‌مدت پتانسیل مدار باز در ترکیب با بارگذاری مکانیکی، اطلاعاتی در خصوص تاثیر رفتار مکانیکی، شرایط دینامیکی بر روی پتانسیل الکتروشیمیایی رفتار خوردگی و غیر فعال بودن سطح ارائه می‌نماید.

این استاندارد، شرایط اندازه‌گیری پتانسیل مدار باز را در زمان طولانی تعیین می‌نماید. محلول کلرید سدیم ایزوتونیک ۰٫۹ درصد (به بند ۳-۵ مراجعه شود) به عنوان الکترولیت (محلول آزمون) به کار می‌رود. این محلول، تقریباً شامل غلظت یون‌های کلر مشابه سیال بدن است که یون‌های کلر در این محلول (به دلیل تهاجمی بودن) مهمترین علت خوردگی‌های شدید فلزات هستند. برای شرایط آزمون دقیق‌تر، محلول‌هایی با غلظت بالاتر یون کلر در پیوست الف ارائه شده‌اند.

1- Steady state

کاشتنی‌های جراحی- اندازه‌گیری پتانسیل مدار باز برای ارزیابی رفتار خوردگی مواد فلزی قابل کاشت و وسایل پزشکی مورد استفاده در زمان طولانی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری پتانسیل مدار باز مواد کاشتنی و قطعات جراحی قابل کاشت در مدت طولانی، غوطه‌ور در محیط آزمون مشابه سیالات بدن، با استفاده از پیل آزمون خوردگی استاندارد برای مطالعه خواص خوردگی الکتروشیمیایی قطعات می‌باشد.

همچنین روش پایش پتانسیل مدار باز می‌تواند با آزمون‌های بارگذاری استاتیک یا دینامیک ترکیب شود.

این استاندارد، در مورد مواد فلزی که لایه‌های غیرفعال با خواص حفاظتی در برابر خوردگی تشکیل می‌دهند، نظیر مواد کاشتنی‌های جراحی کاربرد دارد.

این روش آزمون، به منظور بررسی مواد فلزی خالص یا آلیاژها به کار می‌رود.

این استاندارد، در خصوص ترکیبات غیرمشابه موادی که نیاز به ملاحظات خاص در اندازه‌گیری و تفسیر نتایج دارند، کاربرد ندارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود .

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۲-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۰٤: سال ۱۳۸۹، كاشتني‌هاي جراحي روش هاي آزمون و شرايط محيطي براي آزمون خوردگي استاتيكي و ديناميكي مواد قابل كاشت و وسايل پزشكي.

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌روند:

۳-۱

پتانسیل خوردگی[1]

پتانسیل الکترود فلزی در یک سیستم خوردگی ارائه شده، پتانسیل خوردگی می‌باشد.

1- Corrosion potential

۲-۳

سیستم خوردگی[1]

سیستمی است شامل یک یا چند فلز و اجزای محیط (شامل نمونه، الکترولیت، الکترودها) که بر روی خوردگی تاثیر می‌گذارد.

۳-۳

شرایط محیطی آزمون

شرایطی که در آن نمونه مورد آزمون قرار می‌گیرد، که شامل دما، عناصر هوادهی، pH و مشخصه‌یابی، حجم و نرخ مبادله سیال تماسی می‌باشد.

٤-۳

پتانسیل خوردگی آزاد[2]

پتانسیل خوردگی در غیاب جریان الکتریکی شبکه (خارجی) به سمت فلز یا از سطح فلز می‌باشد (به استاندارد ISO 8044 مراجعه شود).

٥-۳

محلول کلرید سدیم ایزوتونیک

محلول کلرید سدیم (کسر جرمی ۰٫۹ درصد) است که کشش سطحی مشابه بافت‌های زنده دارد.

یادآوری- این محلول در کاربردهای جراحی از متلاشی شدن[3] بافت‌ها جلوگیری می‌کند.

٦-۳

پتانسیل مدار باز[4]

پتانسیل یک الکترود با توجه به الکترود مرجع یا الکترود دیگری که فاقد جریان به سمت آن یا از آن باشد، اندازه‌گیری می‌شود (به استاندارد ASTM G 15 و پتانسیل خوردگی آزاد بند ۳-۴ مراجعه شود).

۷-۳

لایه غیرفعال[5]

لایه سطحی روی فلزات که در نتیجه واکنش با محیط، یا به طور خودبه‌خودی در شرایط موجود پدید می‌آید و قابلیت حفاظت از فلزات در برابر خوردگی را دارد.

یادآوری- معمولاً لایه‌های غیرفعال، چسبنده هستند و ضخامت زیر میکرونی دارند (به استاندارد ISO 8044 مراجعه شود).

1- Corrosion system
2- Free corrosion potential
3- Collapsing
4- Open-circuit potential
5- Passive layer

۸-۳

الکترود مرجع[1]

الکترود دارای یک پتانسیل پایدار و تجدیدپذیر است که به عنوان مرجع در اندازه گیری پتانسیل‌های الکترود به کار می‌رود.

۹-۳

الکترود کار[2]

الکترود آزمون یا کار در یک پیل الکتروشیمیایی است که در این استاندارد، آزمونه است.

۴ اهمیت و کاربرد

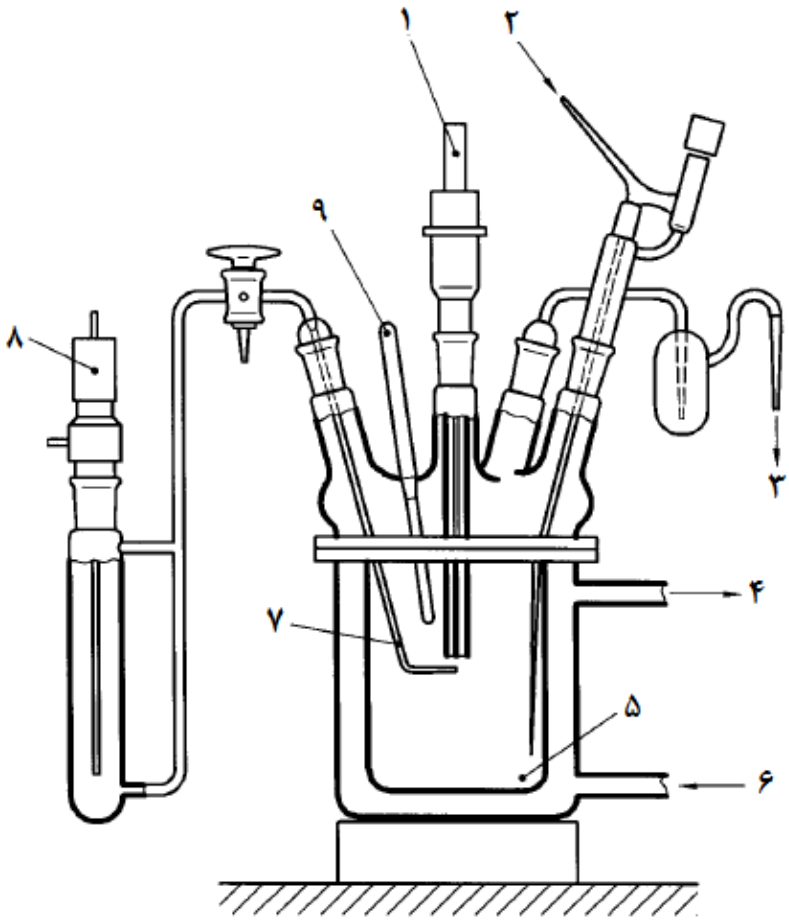
٤-١ اصول

در این روش آزمون الکتروشیمیایی، آزمونه‌ها در یک محلول آزمون ایزوتونیک کلرید سدیم غوطه‌ور می‌شوند که مشابه محیط فیزیولوژیک بدن، توصیف شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۰۴ می‌باشد. سایر محلول‌های آزمون و شرایط محیطی نیز در استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۰۴ توصیف شده‌اند. برای شرایط آزمون دقیق‌تر، محلول‌های اسیدی‌تر (با pH کمتر) در پیوست الف پیشنهاد شده‌اند.

کلیه آزمون‌ها در پیل الکتروشیمیایی مشابه شرایط توصیف شده در استاندارد ASTM G5 انجام می‌شوند. پیل آزمون، دسترسی به الکترودها و تجهیزات ضروری آزمون را فراهم می‌سازد (به شکل ۱ مراجعه شود).

تا هنگامی که آزمونه به مدت زمان مشخص در معرض محیط قرار می‌گیرد، پتانسیل مدار باز به طور مداوم به عنوان تابعی از زمان ثبت می‌گردد. آزمونه، نظیر یک الکترود کار عمل می‌کند و رفتار آن در مقابل یک الکترود مرجع اندازه‌گیری می‌شود (به شکل ۲ مراجعه شود).

1- Reference electrode
2- Working electrode

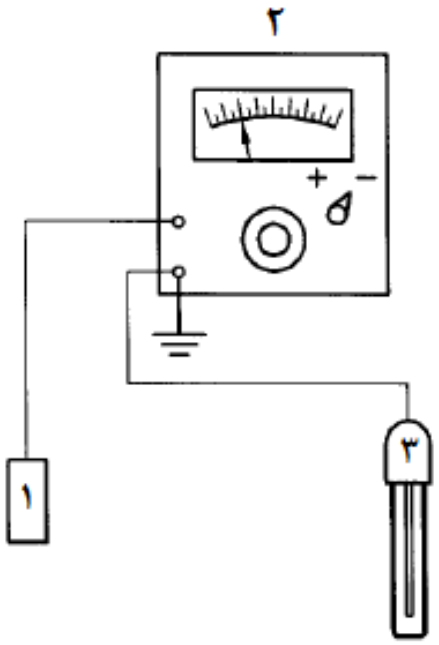


راهنما:

۱	الکترود کار (آزمونه)	۸	الکترود مرجع
۲	ورودی گاز	۹	دماسنج
۳	خروجی گاز		
۴	خروجی آب		
۵	محلول آزمون (الکترولیت)		
۶	ورودی آب		
۷	پروب لاگین[1]		

شکل ۱- نمونه پیل الکتروشیمیایی [به بند ۳ پیوست ب مراجعه شود]

1- Luggin probe



راهنما:

۱ الکترود کار (آزمونه)
۲ ابزار اندازه‌گیری پتانسیل (الکترومتر)
۳ الکترود مرجع

شکل ۲-مثال اندازه گیری جریان الکتریکی پتانسیل مدار باز

۲-٤ اهمیت اندازه‌گیری‌ها

پتانسیل مدار باز، بیانگر واکنش‌های (الکتروشیمیایی) است که در سطح آزمونه (الکترود کار) در تماس با محلول آزمون رخ می‌دهد. بسته به شرایط، معمولاً یک تا دو ساعت پس از غوطه‌وری آزمونه، تعادل سطح آزمونه با محلول آزمون (الکترولیت) به دست می‌آید و پتانسیل ثابت‌تر می‌شود. در طی فاز اول، معمولاً پتانسیل با تشکیل مواد غیرفعال کننده، در جهت مقادیر مثبت، افزایش می‌یابد که با افزایش مقاومت به خوردگی، غیرفعال سازی در محلول آزمون نیز افزایش می‌یابد. کاهش پتانسیل، بیانگر فعال سازی سطح با کاهش یا از بین رفتن غیرفعالی و در نتیجه مستعد به خورده شدن، همراه است. مقدار پتانسیل از حالت پایدار[1] تغییر خواهد کرد و پایداری یا ناپایداری پتانسیل، بیانگر فرآیندهایی است که در لایه غیرفعال و در رفتار خوردگی مواد مورد بررسی اتفاق می‌افتد.

یادآوری- یون‌های کلر، بخش‌های مهاجم در محیط آزمون ایزوتونیک کلرید سدیم هستند. افزایش غیرفعال‌سازی محلول، بیانگر سطح اولیه بالای مقاومت به خوردگی مواد مربوط می‌باشد.

1- Steady-state

این روش آزمون، بسیار حساس است و باید تمامی مراحل به دقت و با درک فرآیندها انجام شوند. به خصوص، شرایط سطح آزمونه، بحرانی است و فرآیند آماده‌سازی، نیازمند توجه دقیق و قابلیت تجدیدپذیری است.

۴-۳ کاربرد

این روش آزمون الکتروشیمیایی، برای مطالعه رفتار غیرفعال‌سازی و خوردگی مواد و قطعات کاشتنی‌های جراحی به عنوان تابعی از خواص متالورژی، تاریخچه فرآیند و شرایط سطحی در بازه زمانی طولانی می‌باشد.
اندازه‌گیری‌های پتانسیل مدار باز، همزمان با آزمون‌های مکانیکی می‌توانند اطلاعاتی در خصوص پایداری مکانیکی لایه‌های غیرفعال نیز ارائه کنند.
این روش آزمون، می‌تواند برای غربال‌گری مواد، مقایسه مواد و عملیات سطحی برای بهینه‌سازی مقاومت به خوردگی یا برای مطالعه و مشخصه‌یابی سیستم‌های مواد به کار رود. برای ارزیابی وسیع‌تر، این روش آزمون می‌تواند به همراه سایر آزمون‌های خوردگی الکتروشیمیایی به کار رود.

یادآوری- واژه‌هایی نظیر سیستم خوردگی (به بند ۳-۲ مراجعه شود) یا پتانسیل خوردگی (به بند ۳-۱ مراجعه شود) به این معنا نیست که باید خوردگی قابل مشاهده‌ای رخ دهد، این واژه‌ها، اصطلاحات علمی مربوط به مکانیسم‌های خوردگی و ارزیابی آنها می‌باشند.

۵ تجهیزات

۵-۱ پیل الکتروشیمیایی

پیل الکتروشیمیایی شامل یک محفظه شیشه‌ای مناسب، به طور کلی مشابه استاندارد ASTM G5 می‌باشد.
نمونه پیل آزمون (مدل ته صاف) در شکل ۱ نشان داده شده است. اگر سیستم به منظور اندازه‌گیری‌های پتانسیل استاتیک[1]/پتانسیل دینامیک[2] نباشد، ممکن است الکترود جهت مخالف[3] (الکترود معین) خارج شود.

یادآوری- ثابت شده است که شیشه‌های بوروسیلیکات (به استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۶۳ مراجعه شود) به عنوان محفظه شیشه‌ای مفید هستند. اگر اندازه‌گیری‌های پتانسیل مدار باز با آزمون‌های مکانیکی ترکیب شده باشد یا بنا به سایر دلایل، ظرف پیل آزمون می‌تواند طراحی متفاوتی داشته باشد و لازم نیست شیشه‌ای باشد (به استاندارد ملی شماره ۱۳۲۰۴مراجعه شود).

۵-۱-۱ الکترود کار

الکترود کار همان آزمونه است.

1- Potentiostatic
2 - Potentiodynamic
3- Counter

۵-۱-۲ الکترود مرجع

ممکن است یک الکترود از جیوه سفید اشباع شده (SCE[1]) یا الکترود دیگری به عنوان مرجع استفاده شود. به‌هرحال به منظور مقایسه با اطلاعات منتشر شده، باید نتایج اندازه‌گیری با مقادیر مربوط به SCE با استفاده از مقادیر تبدیل پذیرفته شده، گزارش شوند.

۵-۱-۳ پروب لاگین[2] با پل نمکی که متصل به الکترود مرجع باشد.

بهتر است فاصله بین نوک پروب و سطح آزمونه (الکترود کار) ۲ میلی‌متر یا برابر قطر نوک پروب (هرکدام که بزرگ‌تر است) باشد.

۵-۱-٤ ورودی و خروجی گاز

۵-۱-۵ دماسنج برای بررسی دمای محلول آزمون

۵-۲ وسیله اندازه‌گیری پتانسیل (الکترومتر یا وسیله ثبت اطلاعات[3] مناسب) مناسب برای ثبت طولانی مدت، دارای آمپدانس بزرگتر از $10^{11}\ \Omega$ و حساسیت کافی برای تشخیص تغییر ۱ mV باشد.

وسیله اندازه‌گیری باید محدوده اندازه‌گیری از ۱ V- تا ۱٫۵ V+ یا بیشتر (اگر در مجموعه آزمون مورد نیاز باشد) را پوشش دهد.

۵-۳ pH متر با حساسیت ۰٫۱ ±

۵-۴ سیستم ترمو استاتیک، وسیله‌ای مناسب (نظیر حمام آب، طوق[4] گرمایشی و ...) برای پایدارسازی دمای محلول آزمون در °C (۱± ۳۷).

یادآوری- در آزمون با سیستم اندازه‌گیری پتانسیو استاتیک، پلاتین، ماده‌ای مناسب برای الکترود جهت مخالف (الکترود معین) می‌باشد [به بند ۶ پیوست ب مراجعه شود] .

۶ آماده سازی آزمونه

۶-۱ نوع آزمونه

بهتر است در گروه‌های بررسی مورد مقایسه، مواد آزمونه‌ها، شکل و اندازه یکسانی داشته باشند (به عنوان مثال شکل‌های میله‌ای، مکعبی، شمش مستطیلی، صفحات کوپنی[5]). در مواردی که قطعات قابل کاشت مورد آزمون قرار می‌گیرند، ممکن است به همان صورت، استفاده شوند. اگر قطعه نیاز به مقطع زدن دارد، باید اختلاف بین سطوح مقطع زده شده و اصلی در نظر گرفته شود، زیرا ممکن است بر روی اندازه‌گیری‌ها تأثیر بگذارد. ممکن است پوشش‌دهی سطوح مقطع زده شده با یک ماده غیرهادی چسبنده خنثی روش مناسبی

1- Saturated Calomel Electrode
2 - Luggin probe
3- Data Logger
4- Collar
5 - Sheet coupons

باشد، به هر حال، باید اطمینان حاصل شود که این امر موجب آغاز خوردگی موضعی نظیر خوردگی یا خوردگی شکافی[2] نمی‌گردد.

٦-٢ آماده سازی سطح

آماده سازی سطح آزمونه، بخش بحرانی آزمون است و تکرارپذیری روش کار، یک الزام مهم می‌باشد. آماده‌سازی سطح، به منظور مطالعه پتانسیل مدار باز به هدف مطالعه بستگی دارد و باید به خوبی با ملاحظه هرگونه عملیات ویژه سطح (فیزیکی، مکانیکی، حرارتی و غیره) نظیر آسیاب کردن/ پرداخت سطح/ تمیز سازی/ خشک کردن احتمالی/ سترون سازی احتمالی/ انبارش و زمان سپری شده بین آماده‌سازی آزمونه و اندازه‌گیری، بررسی شود. باید آزمونه‌ها، قبل از غوطه‌وری در محلول آزمون، عاری از چربی و سایر آلودگی‌های ثانویه باشند. این امر باید با تمیزسازی در اتانول خالص و شستشو با آب تصفیه شده، طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ به دست آید.

اگر رفتار غیرفعال‌سازی یک ماده بدون تاثیر بر اصلاح سطح خاص (نظیر الکتروپولیش، سترون‌سازی و غیره) مشاهده شد، باید بلافاصله قبل از شروع آزمون، سطح آزمونه با سنگ زنی با آب، با کاغذ SiC با زبری ۲۴۰ و ۶۰۰، شستشو با آب، چربی زدایی در اتانول خالص و در نهایت، شستشو با آب خالص طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ آماده‌سازی شود.

باید مراحل مختلف آماده‌سازی سطح گزارش شود.

٦-٣ نصب[3] آزمونه

در حالت کلی، باید نصب آزمونه به گونه‌ای باشد که اتصال الکتریکی قابل اعتماد، خارج از الکترولیت برقرار گشته و قرار دادن نمونه موجب اشتباه اندازه‌گیری یا حمله موضعی نظیر خوردگی شکافی یا حفره‌ای شدن نشود.

ممکن است آزمونه‌ها با یک رزوه پیچ، داخل یک میله کوچک قرار گیرند که متحمل عملیات سطحی نظیر نمونه شده است، یا ممکن است آزمونه به تنهایی به صورت جزئی در محلول آزمون غوطه‌ور شود و یک ارتباط الکتریکی قابل اعتماد، بر روی مقطعی از آزمونه که خارج از محلول آزمون است، قرار گیرد. بهتر است در یک مطالعه مقایسه‌ای، اجزایی از آزمونه که در محلول آزمون غوطه‌ور شده‌اند، یکسان باشند.

٧ شرایط محیطی

٧-١ کلیات

به طور کلی، باید شرایط محیطی طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۰۴ باشد.

1- Pitting
2- Crevice
3- Mounting

۷-۲ محلول آزمون

محلول ایزوتونیک کلرید سدیم طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۰۴ به عنوان محلول آزمون استفاده می‌شود.

ممکن است در مواردی که احتیاط‌های فنی ضروری اعمال می‌شود، یک محلول بافر فسفات کلرید سدیم نیز مورد استفاده قرار گیرد (طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۲۰۴ و ASTM F2129) [به بند ۴ پیوست ب مراجعه شود].

اگر شرایط سخت‌تری برای مطالعه رفتار خوردگی مورد نظر باشد، ممکن است محلول‌های کلرید سدیم اسیدی‌تر با افزودن اسید هیدروکلریک آزمایشگاهی برای پایدارسازی مقادیر pH تعیین شده استفاده شوند (به پیوست الف مراجعه شود). همچنین، ممکن است مقادیر بیشتر محلول‌های کلرید سدیم ۰٫۹ درصد (بند الف-۲) استفاده شوند.

ممکن است دلایلی برای استفاده از سایر انواع محلول‌های آزمون وجود داشته باشد. باید چنین محلول‌هایی نظیر محلول آزمون متفاوت با محلول ایزوتونیک کلرید سدیم ۰٫۹ درصد گزارش شوند. محلول‌های اضافی در استانداردهای ملی ایران شماره ۱۳۲۰۴ و ASTM F2129 بیان شده‌اند.

۷-۳ دمای آزمون

باید محلول آزمون در طی آزمون، در دمای پایدار $^{\circ}C$ (۱± ۳۷) نگه داشته شود.

۷-۴ مقدار pH

باید مقدار pH در ابتدای آزمون، پایان آزمون و در طی آزمون با فرکانسی متناسب با سیستم آزمون ثبت گردد.

۷-۵ هوادهی[1]

محلول آزمون باید در طی آزمون، به طور مداوم با فشار گاز، هوادهی شود. باید مراقبت شود که حباب‌های گاز با سطح نمونه تداخل نداشته باشند و موجب اختلال در اندازه‌گیری نشوند.

ممکن است نتایج آزمون به حضور اکسیژن در محلول بستگی داشته باشد. راه حل آن، تصفیه‌سازی[2] به روش‌های زیر می‌باشد:

الف- با اکسیژن خالص برای امکان غیرفعال سازی؛

یا

ب- با نیتروژن خالص (عاری از اکسیژن) برای شبیه‌سازی تخلیه اکسیژن انجام می‌شود؛ در این حالت، نیم ساعت قبل از آغاز آزمون، نیتروژن با فشار به محلول دمیده[3] می‌شود.

ممکن است به منظور مقایسه، آزمون‌ها با هر دو گاز و/یا با هوا انجام شوند.

پاک‌سازی نیتروژن، نیاز به یک پیل آزمون آب‌بندی شده دارد. برای حصول شرایط حالت تعادل در پاک‌سازی نیتروژن، بیش از ۳۰ دقیقه زمان لازم است.

1- Aeration
2 - Purge
3- Flush

۶-۷ حجم محلول آزمون

باید حجم محلول آزمون در آزمون‌های قابل مقایسه، یکسان باشد. به طور کلی باید پیل آزمون با ۵۰۰ یا ۱۰۰۰ میلی لیتر محلول پر شود. باید حداقل نسبت حجم محلول آزمون به سطح ویژه، ml/cm^2 ۱۰باشد [به بند ۵ پیوست ب مراجعه شود].

۸ روش انجام آزمون

۸-۱ چیدمان آزمون

پیل آزمون را با محلول آزمون پر کنید و پل نمکی را با محلول آزمون پر کنید. هنگامی که دمای آزمون پایدار شد، با فشار گاز انتخاب شده به آن بدمید. سپس pH را اندازه‌گیری کنید. آزمونه را قرار دهید و آن را در محلول آزمون غوطه‌ور نمایید و اتصال الکتریکی را برقرار سازید. نوک پل نمکی را حدود ۲ میلی‌متر در مقابل سطح نمونه تنظیم نمایید. سپس ثبت پتانسیل مدار باز را شروع کنید.

۸-۲ مدت زمان آزمون

برای حصول اطلاعات پایداری پتانسیل الکترود سیستم آزمون و تحت شرایط ارائه شده، آزمون را به مدت زمان لازم، انجام دهید. بهتر است برای اولین آزمایش، پتانسیل مدار باز به مدت سه روز ثبت گردد.

اگر اندازه‌گیری‌های پتانسیل مدار باز همزمان با آزمون‌های مکانیکی است، این مورد، مدت زمان ثبت نتیجه را تعیین می‌کند.

۸-۳ مشاهدات

هرگونه بی‌نظمی در حین آزمون، نظیر تغییر رنگ یا تخریب محلول آزمون را یادداشت کنید.

بعد از خاتمه آزمون، آزمونه را، توسط یک میکروسکوپ نوری با قدرت پایین، از نظر تغییرات خوردگی سطح و حمله موضعی بررسی نمایید.

نتایج آزمون را بر پایه تجربیات الکتروشیمیایی و مهارت حرفه‌ای تفسیر کنید.

۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- هدف از انجام آزمون؛

ب- ماده آزمونه و شرایط آن؛

پ- طراحی و ابعاد آزمونه‌ها؛

ت- در مورد قطعات قابل کاشت، طراحی قطعه و شماره بهر تولیدی؛

ث- آماده‌سازی سطح؛

ج- توصیف پیل آزمون و تجهیزات نصب آزمونه و ثبت نتایج؛

چ- توصیف شرایط محیطی به کار رفته شامل:

۱) محلول آزمون؛

۲) دمای آزمون؛

۳) مقادیر pH؛
۴) شرایط هوادهی؛
۵) حجم محلول آزمون.

ح- مدت زمان انجام آزمون؛

خ- هر گونه مشاهدات یا شرایط ویژه؛

د- نتایج آزمون (منحنی پتانسیل مدار باز در برابر زمان، بیان شده مرتبط با الکترود مرجع و همچنین در موارد کاربردی تبدیل شده به مقادیر SCE)؛

ذ- نتیجه بررسی نوری نمونه‌ها.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
سایر محلول‌های آزمون

الف-۱ کلیات

در شرایط آزمون دقیق‌تر، ممکن است پتانسیل مدار باز در محلول‌های آزمون حاوی غلظت‌های بالاتر یون Cl، به منظور به چالش کشیدن پایداری پتانسیل و شرایط غیرفعال بودن، اندازه‌گیری شود. محلول‌های حاوی غلظت‌های بالاتر یون Cl، ممکن است طبق بند الف-۲ یا الف-۳ آماده شوند.

ممکن است در آزمون‌های مقایسه‌ای، محلول‌های آزمون با افزایش پله‌ای غلظت یون Cl، استفاده شوند.

الف- ۲ محلول‌های کلرید سدیم با pH کاهش یافته

محلول ایزوتونیک کلرید سدیم با کسر جرمی ۰٫۹ درصد دارای pH بین ۶٫۸ تا ۷٫۴ می‌باشد. می‌توان برای تهیه محلولی با مقادیر pH زیر، HCl آزمایشگاهی را به این محلول افزود:

الف- pH= ۶

ب- pH = ۵

پ- pH= ۴

ت- pH= ۳

ث- pH= ۲

الف-۳ محلول‌هایی با غلظت کلرید سدیم افزایش یافته

می‌توان محلول‌هایی با غلظت بیشتر کلرید سدیم گرید آزمایشگاهی با کسر جرمی ۰٫۹ درصد را با استفاده از آب خالص طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ برای حصول غلظت‌های زیر تهیه نمود:

الف- کلرید سدیم ۱٫۸ ٪

ب- کلرید سدیم ۲٫۷ ٪

پ- کلرید سدیم ۳٫۶ ٪

ت- کلرید سدیم ۴٫۵ ٪

پیوست ب
(اطلاعاتی)
کتاب‌نامه

[۱] استاندارد ملی ایران شماره ۸۸۵۷ ، خوردگی فلزات و آلیاژها - اصول عمومی برای آزمون‌های خوردگی.

[۲] استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۶۳، ظروف شیشه‌ای غذاخوری بوروسیلیکاتی مقاوم در برابر شوک حرارتی- ویژگی‌ها .

[3] ISO 8044:1999, Corrosion of metals and alloys -- Basic terms and definitions.

[4] ASTM F2129 – 08, Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements to Determine the Corrosion Susceptibility of Small Implant Devices.

[5] ASTM G3-89(1999), Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing.

[6] ASTM G5-94(2011)e1, Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements.

[7] JIS Z 0302:1955 - Water proof packaging.

[8] Pharmacopoeia Helv. VIII, 1997, CH 196 with European Pharmacopoeia (Ph.Eur. 4, 2001) Isotonic sodium chloride solution 9 g/l infundible (Natrii chloridi solutio infundibilis 9 g/l).