

TCVN 7391–14 : 2007

ISO 10993–14 : 2001

Xuất bản lần 1

**ĐÁNH GIÁ SINH HỌC ĐỐI VỚI TRANG THIẾT BỊ Y TẾ –
PHẦN 14: NHẬN DẠNG VÀ ĐỊNH LƯỢNG SẢN PHẨM
PHÂN HUỖ TỪ GỐM SỨ**

Biological evaluation of medical devices –

Part 14: Identification and quantification of degradation products from ceramics

Mục lục

Trang

Lời nói đầu	4
Lời giới thiệu	5
1 Phạm vi áp dụng	7
2 Tài liệu viện dẫn	7
3 Thuật ngữ và định nghĩa	8
4 Quy trình thử	9
4.1 Nguyên tắc.....	9
4.2 Thử nghiệm trang thiết bị nha khoa	9
4.3 Ký hiệu thử nghiệm chung	11
4.4 Phép thử dung dịch cực trị.....	11
4.5 Phép thử dung dịch mô phỏng.....	14
5 Phân tích dịch lọc	17
5.1 Quy định chung	17
5.2 Lựa chọn hoá chất hoặc nguyên tố phân tích	18
5.3 Độ nhạy của phương pháp phân tích	18
6 Báo cáo thử nghiệm	18
Thư mục tài liệu tham khảo	20

TCVN 7391-14 : 2007

Lời nói đầu

TCVN 7391–14 : 2007 hoàn toàn tương đương với ISO 10993–14:2001.

TCVN 7391–14 : 2007 do Tiểu ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC210/SC2 *Trang thiết bị y tế* hoàn thiện trên cơ sở dự thảo đề nghị của Viện Trang thiết bị và Công trình y tế – Bộ Y tế, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 7391 (ISO 10993) với tên chung *Đánh giá sinh học đối với trang thiết bị y tế*, gồm các phần sau:

- TCVN 7391-1:2004 (ISO 10993-1:2003) Phần 1: Đánh giá và thử nghiệm
- TCVN 7391-2:2005 (ISO 10993-2:1992) Phần 2: Yêu cầu sử dụng động vật
- TCVN 7391-3:2005 (ISO 10993-3:2003) Phần 3: Phép thử độc tính di truyền, khả năng gây ung thư và độc tính sinh sản
- TCVN 7391-4:2005 (ISO 10993-4:2002) Phần 4: Chọn phép thử tương tác với máu
- TCVN 7391-5:2005 (ISO 10993-5:1999) Phần 5: Phép thử độc tính tế bào *in vitro*
- TCVN 7391-6:2007 (ISO 10993-6:1994) Phần 6: Phép thử hiệu ứng tại chỗ sau cấy ghép
- TCVN 7391-7:2004 (ISO 10993-7:1995) Phần 7: Dư lượng sau tiệt trùng bằng etylen oxit
- TCVN 7391-10:2007 (ISO 10993-10:2002) Phần 10: Phép thử kích thích và quá mẫn muộn
- TCVN 7391-11:2007 (ISO 10993-11:2006) Phần 11: Phép thử độc tính toàn thân
- TCVN 7391-12:2007 (ISO 10993-12:2002) Phần 12: Chuẩn bị mẫu và vật liệu chuẩn
- TCVN 7391-14:2007 (ISO 10993-14:2001) Phần 14: Nhận dạng và định lượng sản phẩm phân huỷ từ gốm sứ
- TCVN 7391-15:2007 (ISO 10993-15:2000) Phần 15: Nhận dạng và định lượng sản phẩm phân huỷ từ kim loại và hợp kim
- TCVN 7391-16:2007 (ISO 10993-16:1997) Phần 16: Thiết kế nghiên cứu độc lực cho sản phẩm phân huỷ và ngâm chiết
- TCVN 7391-17:2007 (ISO 10993-17:2002) Phần 17: Thiết lập giới hạn cho phép của chất ngâm chiết
- TCVN 7391-18:2007 (ISO 10993-18:2005) Phần 18: Đặc trưng hoá học của vật liệu

Bộ tiêu chuẩn ISO 10993 với tên chung *Biological evaluation of devices*, còn có các phần sau:

- Part 9: Framework for identification and quantification of potential degradation products
- Part 13: Identification and quantification of degradation products from polymeric medical devices
- Part 19: Physico-chemical, morphological and topographical characterization
- Part 20: Principles and methods for immunotoxicology testing of medical devices

Lời giới thiệu

Tiêu chuẩn này bao gồm hai phép thử đánh giá sinh học trang thiết bị y tế: phép thử dung dịch cực trị và phép thử dung dịch mô phỏng. Phép thử dung dịch cực trị được thực hiện giống như môi trường trong trường hợp xấu nhất và phép thử mô phỏng được thực hiện giống như môi trường thông thường.

Các sản phẩm phân huỷ đề cập trong tiêu chuẩn này được hình thành chủ yếu bởi sự hoà tan trong môi trường lỏng. Phải thừa nhận rằng các nhân tố sinh học bổ sung như enzym và protein có thể làm thay đổi tốc độ phân huỷ. Sự phân huỷ bởi các nhân tố bên ngoài như vậy không được trình bày trong tiêu chuẩn này.

Phải ghi nhớ rằng trang thiết bị bằng gốm sứ có thể có các pha hoá học và/hoặc nguyên tố bên ngoài với một lượng cực nhỏ. Trong khi các thành phần này không được đặt tên trong các thông số kỹ thuật gốc thì các thành phần này được cho là có ảnh hưởng đến các vật liệu khác và ngay từ quá trình gia công vật liệu.

Khi nhận dạng và định lượng, thành phần hoá học của các sản phẩm phân huỷ hình thành cơ sở đánh giá rủi ro, và nếu thích hợp, nghiên cứu an toàn sinh học theo nguyên tắc của TCVN 7293-1 (ISO 10993-1).

Đánh giá sinh học đối với trang thiết bị y tế –

Phần 14: Nhận dạng và định lượng sản phẩm phân huỷ từ gốm sứ

Biological evaluation of medical devices –

Part 14: Identification and quantification of degradation products from ceramics

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này mô tả hai phương pháp để nhận được dung dịch của sản phẩm phân huỷ từ gốm sứ (bao gồm cả thuỷ tinh) để định lượng. Tiêu chuẩn cũng đưa ra hướng dẫn phân tích các dung dịch này để xác định các sản phẩm phân huỷ. Do tiêu chuẩn này là tiêu chuẩn chung nên tiêu chuẩn sản phẩm riêng phải được xem xét trước tiên với công thức sản phẩm phân huỷ trong điều kiện sử dụng tương ứng.

Tiêu chuẩn này chỉ xem xét những sản phẩm phân huỷ được tạo ra do sự phân huỷ hoá học của gốm sứ trong thử nghiệm *in vitro*. Tiêu chuẩn này không bao gồm sự phân huỷ gây ra bởi áp lực cơ học hoặc năng lượng bên ngoài. Chú ý rằng trong khi ISO 6872 và ISO 9693 đề cập đến phép thử phân huỷ hoá học thì các tiêu chuẩn này không trình bày sự phân tích các sản phẩm phân huỷ.

Do gốm sứ dùng trong trang thiết bị y tế rất đa dạng và có các yêu cầu khác nhau về độ chính xác và độ chụm của kết quả, nên không cần quy định kỹ thuật phân tích cụ thể. Hơn nữa, tiêu chuẩn này không cung cấp các mức độ có thể chấp nhận của sản phẩm phân huỷ.

Mặc dù những vật liệu này dự định dùng cho các ứng dụng y sinh nhưng hoạt tính sinh học của các sản phẩm phân huỷ không được trình bày trong tiêu chuẩn này.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau là rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi (nếu có).

TCVN 4851 (ISO 3696) Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử

TCVN 7391-14 : 2007

TCVN 7391-1 (ISO 10993-1) Đánh giá sinh học đối với trang thiết bị y tế – Phần 1: Đánh giá và thử nghiệm

ISO 3310-1 Test sieves – Technical requirements and testing – Part 1: Test sieves of metal wire cloth (Rây thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và thử nghiệm – Phần 1: Rây thí nghiệm bằng lưới kim loại)

ISO 5017 Dense shaped refractory products – Determination of bulk density, apparent porosity and true porosity (Sản phẩm chịu lửa hình dạng đặc – Xác định khối lượng riêng, độ xốp biểu kiến và độ xốp thực)

ISO 6474 Implants for surgery – Ceramic materials based on high purity alumina (Cấy ghép cho phẫu thuật – Vật liệu gốm sứ dựa trên alumin tinh sạch)

ISO 6872:1995 Dental ceramic (Sứ nha khoa)

ISO 10993-9 Biological evaluation of devices – Part 9: Framework for identification and quantification of potential degradation products (Đánh giá sinh học đối với trang thiết bị y tế – Phần 9: Cơ cấu để nhận dạng và định lượng sản phẩm phân huỷ tiềm ẩn)

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Tiêu chuẩn này áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa nêu trong TCVN 7391-1 (ISO 10993-1) và ISO 10993-9 và các thuật ngữ, định nghĩa sau:

3.1

Gốm sứ (ceramics)

Vật liệu dạng tinh thể điển hình có tính chất vật lý là phi kim loại và hoá vô cơ.

3.2

Đĩa trắng (blank disc)

Đĩa tròn không phủ, được làm từ vật liệu nền dùng trong trang thiết bị thành phẩm.

3.3

Chất thấm tích (retentate)

Các chất rắn không hoà tan giữ lại trong giấy lọc sau khi lọc.

3.4

Dịch lọc (filtrate)

Dung dịch chảy qua giấy lọc.

4 Quy trình thử

4.1 Nguyên tắc

Tiêu chuẩn này bao gồm hai phép thử. Phép thử đầu tiên, phép thử dung dịch cực trị được tiến hành ở độ pH thấp có vai trò như phép thử sàng lọc cho hầu hết các loại gốm sứ để quan sát các sản phẩm có thể phân huỷ. Phép thử thứ hai mô phỏng ở độ pH *in vivo* thường gặp hơn. Biểu đồ tiến trình của quá trình quyết định sử dụng các phép thử này được nêu trong Hình 1.

Các phương pháp thử mô tả trong tiêu chuẩn này được dùng cho gốm sứ ở dạng khối và dạng hạt cũng như dạng gốm sứ phủ.

Khi sử dụng mẫu thử hoặc dung dịch khác với điều đã khuyến cáo, phải cung cấp giải thích đầy đủ.

4.2 Thử nghiệm trang thiết bị nha khoa

4.2.1 Quy định chung

Tiêu chuẩn này mô phỏng tiếp xúc trong trường hợp xấu nhất với môi trường mô. Đối với sứ nha khoa tiếp xúc với khoang miệng (ví dụ vật liệu tạo bề mặt bằng sứ) môi trường thử phù hợp hơn được nêu trong ISO 6872. Tuy nhiên, đối với các trang thiết bị không tiếp xúc với khoang miệng, ví dụ miếng cấy ghép nha khoa, áp dụng các thông số kỹ thuật nêu trong 4.4 của tiêu chuẩn này.

4.2.2 Phương pháp thử đối với thiết bị nha khoa tiếp xúc với khoang miệng

Đối với trang thiết bị nha khoa tiếp xúc với khoang miệng, sử dụng phương pháp nêu trong 8.4 của ISO 6872:1995 như là phép thử dung dịch cực trị.

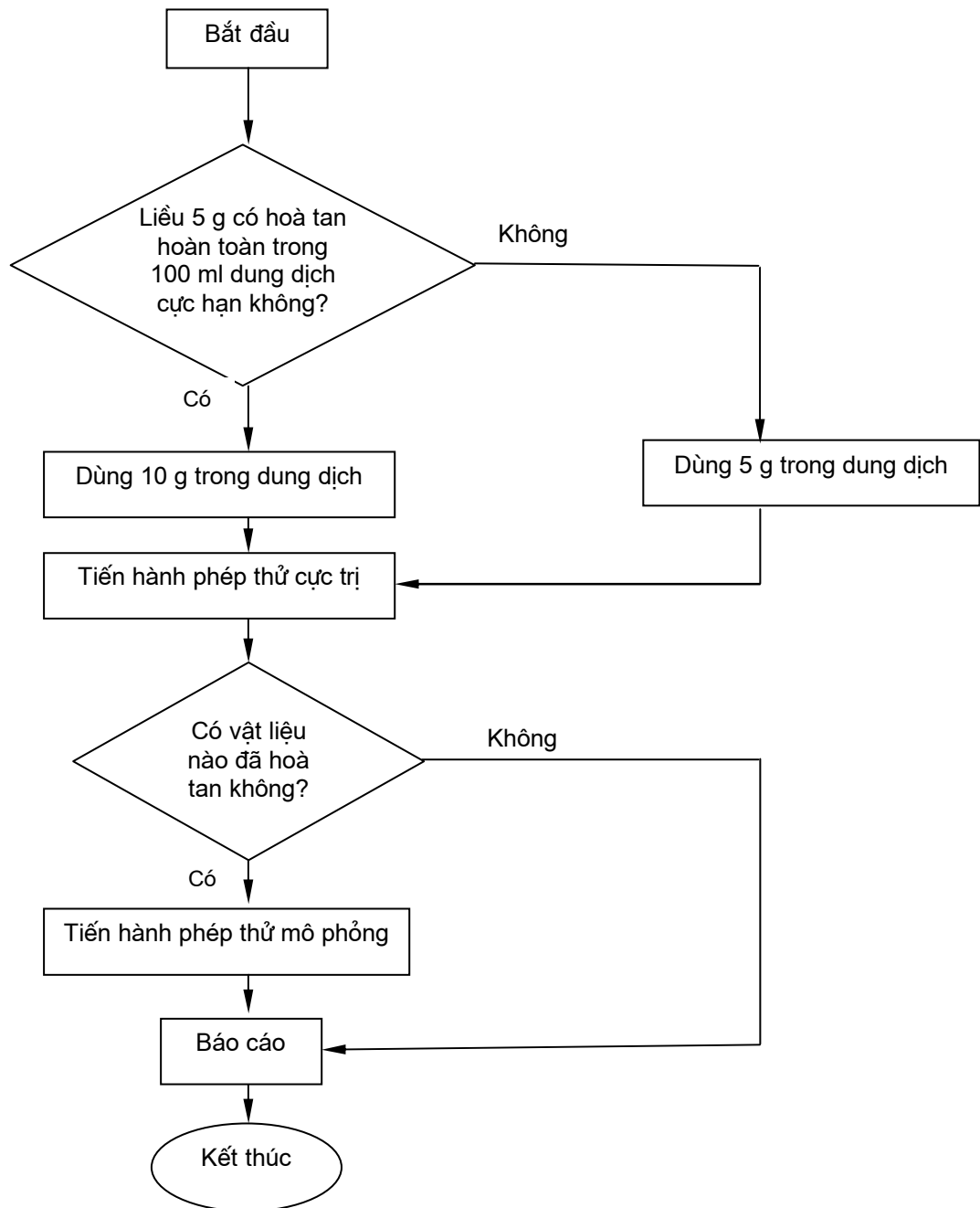
4.2.3 Đặc trưng mẫu

Mẫu phải được đặc trưng như mô tả trong 4.4.4. Nếu khối lượng riêng của mẫu lớn hơn 99 % khối lượng riêng tối đa lý thuyết và mẫu có độ nhám bề mặt trung bình (Ra) nhỏ hơn 5 µm thì diện tích bề mặt có thể được tính theo phép đo hình học trực tiếp.

Độ nhám bề mặt đo hình học phải thấp nhằm tránh đánh giá tổng thể diện tích bề mặt không đúng mức.

4.2.4 Phân tích

Dịch lọc phân tích phải được tách khỏi chất thẩm tích như mô tả trong các điều từ 4.4.7.6 đến 4.4.7.11.



Hình 1 – Biểu đồ tiến trình quyết định cho phép thử dung dịch cực trị và dung dịch mô phỏng
(xem chi tiết trong các điều)

4.3 Kỹ thuật thử nghiệm chung

4.3.1 Xác định khối lượng

Sử dụng cân có độ chính xác không nhỏ hơn 0,0005 g để xác định khối lượng. Tất cả phép xác định khối lượng được thực hiện 6 lần lặp lại.

4.3.2 Kỹ thuật sấy

Sấy trong lò sấy tại nhiệt độ (100 ± 2) °C cho đến khi chênh lệch khối lượng nhỏ hơn 0,1 % giữa các lần xác định khối lượng. Kỹ thuật này thông thường được hoàn thành bằng cách sấy qua đêm và cân cứ 2 h một lần cho ngày kế tiếp.

4.4 Phép thử dung dịch cực trị

4.4.1 Nguyên tắc

Phép thử dung dịch cực trị là phép thử dựa trên dung dịch đệm axit xitric có độ pH thấp. Giá trị pH bằng 3 được xác định ở đây như một môi trường tiến hành trong trường hợp xấu nhất. Đối với các trang thiết bị tiếp xúc với một môi trường có pH thấp hơn 3, thì phải sử dụng dung dịch có độ pH thấp hơn thay thế và phải có giải thích. Trong trường hợp xảy ra phản ứng hoá học giữa dung dịch cực trị và mẫu thử thì phải tiến hành phép thử cực trị thay thế tại độ pH tương tự và phải giải thích.

4.4.2 Khoảng ứng dụng

Phép thử này có thể áp dụng cho tất cả đồ gốm sứ. Phải chú ý rằng cơ chế phân huỷ không thể giống nhau cho tất cả các vật liệu tại độ pH thấp như các vật liệu này tại độ pH của máu (xấp xỉ pH 7,35 đến pH 7,45). Tuy nhiên, do điều kiện cực trị để tạo ra các sản phẩm có thể phân huỷ, phép thử cực trị này có vai trò sàng lọc cho hầu hết các vật liệu.

Điều mong đợi là vật liệu sẽ hoà tan tới giới hạn có thể hoà tan trong dung dịch. Để thúc đẩy phép thử đến điểm kết thúc giới hạn có thể hoà tan, tiến hành phép thử trên một mẫu dạng hạt (xem 4.4.3.3).

4.4.3 Chuẩn bị mẫu thử cực trị

4.4.3.1 Hình dạng mẫu

Mẫu phải được nghiền thành hạt nhỏ từ một mẫu chế tạo theo phương pháp dự định dùng cho vật liệu. Nếu mẫu là một lớp phủ ngoài bằng sứ thì mẫu phải được loại khỏi vật liệu cơ chất và nghiền thành hạt nhỏ đến một cỡ thích hợp. Trong một số trường hợp (ví dụ lớp phủ ngoài mỏng) vật liệu gốm sứ không đủ để tiến hành phép thử cực trị. Trong trường hợp này có thể sử dụng phép thử phân chia nhỏ, trong đó một mẫu có thể được chuẩn bị dùng tỷ lệ 1 g trên 20 ml dung dịch thử. Khi làm phép thử này, độ chính xác của phép xác định khối lượng phải được phân chia thích hợp và phải giải thích để điều tiết cỡ mẫu thay thế.

4.4.3.2 Tạo hạt nhỏ

Dùng chày và cối vonfram cacbua để nghiền tạo hạt.

4.4.3.3 Kích thước

Mẫu dạng hạt phải lọt qua lưới 400 μm nhưng giữ lại trên lưới 315 μm khi sử dụng phương pháp sàng khô như mô tả trong ISO 3310-1.

Nếu không thể tạo hạt cỡ này (ví dụ do nghiền lớp phủ ngoài) thì phải sử dụng hạt cỡ nhỏ hơn so với cỡ đã xác định trong tiêu chuẩn này và phải thông báo cỡ.

CHÚ THÍCH Sử dụng hạt cỡ nhỏ hơn mô tả trong điều này có thể dẫn đến phân huỷ tăng và chính vì vậy, không thể mong giảm lượng sản phẩm phân huỷ và phân tích rủi ro cho an toàn sinh học.

4.4.3.4 Chuẩn bị mẫu

Khối lượng của vật liệu ban đầu phụ thuộc vào độ hoà tan của vật liệu như đã xác định bởi đặc trưng độ hoà tan trong 4.4.4.3:

- đối với vật liệu dạng hạt có độ hoà tan thấp, sử dụng $(5,00 \pm 0,05)$ g;
- đối với vật liệu dạng hạt có độ hoà tan cao, sử dụng $(10,00 \pm 0,05)$ g.

4.4.4 Đặc trưng mẫu thử cực trị

4.4.4.1 Đặc trưng diện tích bề mặt

Mẫu phải được đặc trưng bằng hấp thụ khí theo một phương pháp phù hợp, ví dụ các phương pháp nêu trong ASTM D4780.

4.4.4.2 Khối lượng riêng

Mẫu phải được đặc trưng cho khối lượng riêng theo ISO 5017.

4.4.4.3 Đặc trưng độ hoà tan

Từ thông tin về vật liệu có sẵn từ nhà sản xuất hoặc các nguồn khác, vật liệu phải được đặc trưng như vật liệu có độ hoà tan “cao” hoặc “thấp” theo cách sau:

- Tham khảo Hình 1 cho biểu đồ tiến trình quyết định.
- Nếu $(5,00 \pm 0,05)$ g vật liệu hoà tan hoàn toàn trong 100 ml khi thử nghiệm như mô tả trong các điều từ 4.4.7.1 đến 4.4.7.5, thì vật liệu được xem là có độ hoà tan cao.

- Nếu $(5,00 \pm 0,05)$ g vật liệu không hoà tan hoàn toàn trong 100 ml, thì vật liệu được xem là có độ hoà tan thấp.
- Nếu thông tin không có sẵn thì vật liệu được xem có độ hoà tan cao.

4.4.4.4 Vi cấu trúc và đặc trưng tia X

Tiến hành đo nhiễu xạ tia X bằng một máy đo nhiễu xạ qua tia X. Độ phân giải 2θ và độ tái lập phải lớn hơn $0,02^\circ$. Phân tích vi cấu trúc phải phù hợp với phân tích đã quy định trong ISO 6474.

4.4.5 Thiết bị thử

4.4.5.1 Hộp thử

Sử dụng một hộp polyetylen khối lượng riêng cao hoặc polypropylen 250 ml. Mỗi phép thử phải sử dụng một hộp mẫu thử mới. Không dùng hộp thuỷ tinh vì các hộp này có thể nhiễm các dung dịch thử.

4.4.5.2 Phễu Buchner

Sử dụng phễu Buchner hoặc loại tương tự đủ để giữ lại các hạt không hoà tan.

4.4.6 Dung dịch đệm axit xitric

Dung dịch đệm axit xitric vừa mới chuẩn bị và có độ pH $(3,0 \pm 0,2)$ ở nhiệt độ $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$. Dung dịch phải được chuẩn bị như sau:

Hoà tan 21 g axit xitric monohydrat trong 500 ml nước [TCVN 4851 (ISO 3696), loại 2] trong bình thể tích 1000 ml. Thêm 200 ml dung dịch natri hydroxit 1 mol/l và pha loãng bằng nước [TCVN 4851 (ISO 3696), loại 2] đến vạch mức. Trộn 40,4 ml dung dịch này với 59,6 ml axit clohydric 1 mol/l để tạo ra dung dịch đệm axit xitric.

4.4.7 Quy trình thử

4.4.7.1 Cân hộp không nắp.

4.4.7.2 Cân hộp và mẫu. Tính khối lượng mẫu bằng cách lấy hiệu số khối lượng giữa hộp có mẫu và hộp không mẫu.

4.4.7.3 Thêm (100 ± 1) ml dung dịch đệm axit xitric. Phải cẩn thận để đảm bảo rằng tất cả mẫu tiếp xúc với dung dịch.

4.4.7.4 Đặt hộp có mẫu trong một môi trường được điều khiển nhiệt độ ở $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$ trong (120 ± 1) h. Hộp được khuấy ở 2 Hz sử dụng chuyển động vòng hoặc theo chiều dọc. Nếu mẫu thử bị hoà tan hoàn toàn trước 120 h thì kết thúc phép thử và ghi thời gian trong báo cáo thử.

4.4.7.5 Lấy hộp và mẫu ra rồi làm nguội đến nhiệt độ phòng.

TCVN 7391-14 : 2007

4.4.7.6 Cân môi trường lọc (ví dụ giấy lọc) để xác định khối lượng của nó khi không có chất thẩm tích.

4.4.7.7 Loại bỏ mẫu bằng cách lọc và giữ lại dịch lọc để phân tích. Không được giữ dịch lọc trong bình thuỷ tinh.

4.4.7.8 Rửa môi trường lọc và chất thẩm tích ba lần với một lượng nhỏ nước [TCVN 4851 (ISO 3696) loại 2] để loại đệm axit xitric.

4.4.7.9 Sấy mẫu và môi trường lọc cùng chất thẩm tích đến khối lượng không đổi (xem 4.3.2).

4.4.7.10 Cân môi trường lọc cùng chất thẩm tích. Hiệu số khối lượng giữa môi trường lọc có và không có chất thẩm tích là khối lượng của chất thẩm tích.

4.4.7.11 Hiệu số giữa khối lượng mẫu và khối lượng chất thẩm tích là khối lượng của vật liệu đã hoà tan.

4.5 Phép thử dung dịch mô phỏng

4.5.1 Nguyên tắc

Phép thử mô phỏng dựa trên một dung dịch đệm có độ pH ($7,4 \pm 0,1$) như xác định trong 4.5.6. Phép thử này sẽ mô phỏng độ pH thông thường của cơ thể.

4.5.2 Khoảng ứng dụng

Phép thử này có thể áp dụng cho tất cả các dụng cụ gốm sứ.

CHÚ THÍCH Cơ chế phân huỷ trong phép thử này có thể không giống như trong phép thử cực trị.

4.5.3 Hình dạng mẫu thử mô phỏng

4.5.3.1 Gốm sứ phủ

4.5.3.1.1 Đĩa trắng

Mẫu thử được chuẩn bị bằng cách phủ lên các đĩa trắng.

Các đĩa trắng có đường kính (36 ± 1) mm và độ dày ($2 \pm 0,1$) mm sử dụng cùng vật liệu nền và kỹ thuật chuẩn bị như trong dụng cụ thành phẩm.

4.5.3.1.2 Đĩa có lớp phủ

Đĩa trắng được phủ tất cả các mặt dùng kỹ thuật phủ đã sử dụng trong sản xuất trang thiết bị thành phẩm.

CHÚ THÍCH Do tỷ lệ diện tích bề mặt với thể tích giảm nên độ nhạy của phép thử sẽ giảm khi sử dụng phương pháp này.

4.5.3.2 Tất cả các đồ gốm sứ khác

Mẫu thử phải được nghiền thành hạt sử dụng phương pháp mô tả trong 4.4.3.2 và 4.4.3.3 từ một mẫu được tạo bằng các phương pháp đã sử dụng để sản xuất trang thiết bị thành phẩm.

4.5.4 Đặc trưng mẫu thử mô phỏng

4.5.4.1 Quy định chung

Đối với các mẫu phủ, phải ghi lại diện tích bề mặt, vi cấu trúc và đặc trưng tia X. Đối với tất cả các đồ gốm sứ khác phải ghi lại khối lượng riêng, diện tích bề mặt, vi cấu trúc và đặc trưng tia X.

4.5.4.2 Khối lượng riêng

Mẫu được đặc trưng khối lượng riêng theo ISO 5017.

4.5.4.3 Vi cấu trúc và đặc trưng tia X

Sự nhiễu xạ tia X phải được tiến hành bằng máy đo nhiễu xạ tia X. Độ phân giải và độ tái lập phải lớn hơn $0,02^\circ$. Phân tích vi cấu trúc phải phù hợp với phân tích quy định trong ISO 6474.

4.5.4.4 Đặc trưng diện tích bề mặt

Mẫu phải được đặc trưng bằng hấp phụ khí theo một phương pháp phù hợp, ví dụ các phương pháp nêu trong ASTM D4780.

4.5.5 Thiết bị thử

4.5.5.1 Hộp thử

Sử dụng hộp polyetylen khối lượng riêng cao hoặc polypropylen 250 ml. Mỗi phép thử phải sử dụng hộp mẫu thử mới. Không sử dụng hộp thủy tinh vì các hộp này có thể nhiễm các dung dịch thử.

4.5.5.2 Bình Buchner

Sử dụng phễu Buchner hoặc loại tương tự đủ để giữ lại các hạt không hoà tan.

4.5.6 Dung dịch đệm

Dung dịch là đệm TRIS-HCl mới chuẩn bị. Dung dịch này được chuẩn bị bằng cách hoà tan 13,25 g tris (hydroxymetyl) aminometan trong 500 ml nước [TCVN 4851 (ISO 3696) loại 2]. Điều chỉnh độ pH bằng một lượng thích hợp axit clohydric 1 mol/l đến pH $(7,4 \pm 0,1)$ ở nhiệt độ $(37 \pm 1)^\circ\text{C}$. Pha đến 1000 ml bằng nước [TCVN 4851 (ISO 3696) loại 2].

4.5.7 Quy trình thử đĩa có lớp phủ

4.5.7.1 Quy định chung

Cả hai đĩa có phủ và không phủ được tiếp xúc với dung dịch thử mô phỏng để xác định liệu các sản phẩm phân huỷ được tạo ra trong các điều kiện thử mô phỏng hay không.

4.5.7.2 Phép thử đĩa trắng

4.5.7.2.1 Đặt đĩa trắng trong hộp thử để thử tiếp xúc.

4.5.7.2.2 Thêm (100 ± 1) ml dung dịch đệm vào hộp có đĩa trắng. Phải cẩn thận bảo đảm rằng toàn bộ đĩa trắng tiếp xúc với dung dịch.

4.5.7.2.3 Duy trì hộp thử có đĩa trắng ở (37 ± 1) °C trong một khoang điều khiển nhiệt độ trong (120 ± 1) h. Bình chứa được khuấy ở 2 Hz sử dụng chuyển động theo chiều dọc hoặc chuyển động quay.

4.5.7.2.4 Lấy hộp có mẫu ra và để cho chúng đạt đến nhiệt độ phòng.

4.5.7.2.5 Lọc dung dịch và giữ dịch lọc để phân tích (xem điều 5).

4.5.7.3 Phép thử đĩa phủ

4.5.7.3.1 Xác định khối lượng gốm sứ phủ bằng cách trừ khối lượng đĩa đã phủ cho khối lượng đĩa trắng của mỗi mẫu thử.

Mỗi đĩa phải được cân trước và sau khi phủ để xác định khối lượng phủ.

4.5.7.3.2 Đặt đĩa phủ trong hộp thử để thử tiếp xúc.

4.5.7.3.3 Thêm (100 ± 1) ml dung dịch đệm vào hộp có đĩa phủ. Phải cẩn thận đảm bảo rằng toàn bộ đĩa phủ đã tiếp xúc với dung dịch.

4.5.7.3.4 Duy trì hộp có đĩa phủ ở (37 ± 1) °C trong một khoang điều khiển nhiệt độ trong (120 ± 1) h. Bình chứa được khuấy ở 2 Hz sử dụng chuyển động theo chiều dọc hoặc chuyển động vòng.

4.5.7.3.5 Lấy hộp có mẫu ra và để chúng nguội đến nhiệt độ phòng.

4.5.7.3.6 Cân môi trường lọc (ví dụ giấy lọc).

4.5.7.3.7 Lọc dung dịch và giữ lại dịch lọc để phân tích (xem điều 5).

4.5.7.3.8 Rửa môi trường lọc và chất thấm tích 3 lần với một lượng nhỏ nước [TCVN 4851 (ISO 3696) loại 2].

4.5.7.3.9 Sấy đĩa phủ và môi trường lọc với chất thẩm tích đến khối lượng không đổi.

4.5.7.3.10 Cân môi trường lọc với chất thẩm tích. Hiệu số khối lượng giữa môi trường lọc có và không có chất thẩm tích là khối lượng của chất thẩm tích.

4.5.7.3.11 Hiệu số giữa khối lượng ban đầu của lớp phủ và khối lượng của chất thẩm tích là khối lượng của vật liệu đã hoà tan.

4.5.8 Quy trình thử (tất cả đồ gốm sứ khác).

4.5.8.1 Cân hộp không nắp.

4.5.8.2 Cân hộp và mẫu. Tính khối lượng mẫu bằng cách lấy hiệu số khối lượng giữa hộp có mẫu và hộp không mẫu.

4.5.8.3 Thêm (100 ± 1) ml dung dịch đệm. Phải cẩn thận để đảm bảo rằng toàn bộ mẫu tiếp xúc với dung dịch.

4.5.8.4 Đặt hộp có mẫu trong một môi trường điều khiển nhiệt độ ở (37 ± 1) °C trong (120 ± 1) h. Hộp được khuấy ở 2 Hz sử dụng chuyển động theo chiều dọc hoặc chuyển động vòng. Nếu mẫu thử được hoà tan hoàn toàn trước 120 h, thì kết thúc phép thử và ghi thời gian trong báo cáo thử.

4.5.8.5 Lấy hộp và mẫu ra rồi làm nguội ở nhiệt độ phòng.

4.5.8.6 Cân môi trường lọc (ví dụ giấy lọc) để xác định khối lượng của nó không có chất thẩm tích.

4.5.8.7 Loại bỏ mẫu bằng cách lọc và giữ lại dịch lọc để phân tích. Không được giữ dịch lọc trong bình thuỷ tinh.

4.5.8.8 Rửa môi trường lọc và chất thẩm tích ba lần với một lượng nhỏ nước [TCVN 4851 (ISO 3696) loại 2].

4.5.8.9 Sấy mẫu và môi trường lọc cùng chất thẩm tích đến khối lượng không đổi (xem 4.3.2).

4.5.8.10 Cân môi trường lọc cùng chất thẩm tích. Hiệu số khối lượng giữa môi trường lọc có và không có chất thẩm tích là khối lượng của chất thẩm tích.

4.5.8.11 Hiệu số giữa khối lượng mẫu và khối lượng chất thẩm tích là khối lượng của vật liệu đã hoà tan.

5 Phân tích dịch lọc

5.1 Quy định chung

Sau mỗi thực nghiệm phân tích định tính và định lượng dung dịch phải được tiến hành với ba lần.

TCVN 7391-14 : 2007

Số lượng các phương pháp thử, kỹ thuật, độ chính xác và sai số các kỹ thuật phân tích là lớn và có thể thay đổi. Mẫu phải được phân tích dùng quang phổ plasma đúp cảm ứng (ICP) nếu có thể. Các phép thử khác, ví dụ quang phổ hấp thụ nguyên tử (AAS), ít có ích hơn, lại có thể cung cấp thông tin ở các mức độ nồng độ mong muốn.

5.2 Lựa chọn hoá chất hoặc nguyên tố phân tích

Hoá chất hoặc nguyên tố được phân tích trong dịch lọc phải bao gồm cả thành phần hoá học được biết tồn tại trong vật liệu và có thể không tinh khiết, chẳng hạn như lượng nhỏ các nguyên tố do sự thay thế phổ biến trong vật liệu thô và sự bổ sung có thể vào vật liệu trong quá trình xử lý. Thể tích của dịch chiết phải được đưa lên một thể tích cố định 125 ml hoặc 250 ml, phụ thuộc vào thể tích khởi điểm. Thể tích lớn hơn phải được giải thích.

5.3 Độ nhạy của phương pháp phân tích

Các phương pháp phân tích đã áp dụng phải có độ nhạy thích hợp (ví dụ ít nhất là 10^{-6} với quang phổ hấp thụ nguyên tử hoặc quang phổ khối lượng). Chỉ ghi lại các thành phần được phát hiện trên giới hạn định lượng. Các vật liệu độc hại phải được ghi lại theo tiêu chuẩn phù hợp nếu có sẵn.

6 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm tất cả các số liệu theo tiêu chuẩn này trong quá trình phân tích, thử nghiệm:

- a) thể chế thử nghiệm;
- b) ngày đo;
- c) công bố phép thử này được tiến hành theo TCVN 7391–14 (ISO 10993–14) và mô tả bất kỳ độ lệch từ các phương pháp thử chuẩn, với các giải thích;
- d) mô tả vật liệu thử bao gồm số mẻ hoặc số lô sản phẩm;
- e) loại phép thử:
 - 1) độ hoà tan cao,
 - 2) độ hoà tan thấp,
 - 3) cực trị (trong miệng),
 - 4) cực trị [TCVN 7391–14 (10993–14)],
 - 5) mô phỏng;

- f) diện tích bề mặt và phương pháp
- g) khối lượng riêng mẫu, vi cấu trúc và dạng nhiễu xạ tia X;
- h) khoảng thời gian thử;
- i) kết quả thử:
 - 1) khối lượng mẫu,
 - 2) thể tích dung dịch thêm,
 - 3) thời gian sấy,
 - 4) khối lượng chất thẩm tích,
 - 5) khối lượng vật liệu đã hoà tan,
 - 6) thể tích dịch lọc,
 - 7) phương pháp và phép phân tích hoá học (cho các mẫu phủ, các sản phẩm phân huỷ từ gốm sứ đã phân biệt từ chất nền bằng cách so sánh phân tích dịch lọc của đĩa trắng với phân tích dịch lọc từ đĩa phủ),
 - 8) đối với mỗi nguyên tố xác định trong dịch lọc, tính khối lượng đã hoà tan trên diện tích bề mặt tổng số.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] ISO 9393 Metal–ceramic dental restorative systems (*Các hệ thống phục chế răng gồm kim loại*)
 - [2] TCVN 7391–12 (ISO 10993–12) Đánh giá sinh học đối với trang thiết bị y tế – Phần 12: Chuẩn bị mẫu và vật liệu chuẩn
 - [3] TCVN 7391–16 (ISO 10993–16) Đánh giá sinh học đối với trang thiết bị y tế – Phần 16: Thiết kế nghiên cứu độc lực cho sản phẩm phân huỷ và ngâm chiết
 - [4] TCVN 7391–17 (ISO 10993–17) Đánh giá sinh học đối với trang thiết bị y tế – Phần 17: Thiết lập giới hạn cho phép của chất ngâm chiết
 - [5] ASTM C92 Standard test methods for sieve analysis and water content of refractory materials (*Các phương pháp thử tiêu chuẩn đối với phân tích sàng lọc và hàm lượng nước của các vật liệu chịu lửa*)
 - [6] ASTM D4780 Standard test methods for determination of low surface area of catalysts by multipoint Krypton adsorption (*Các phương pháp thử chuẩn đối với việc xác định vùng bề mặt thấp phân tích bởi hấp phụ Krypton đa điểm*).
-