

موسسه خدمات فناوری تا بازار

دستورالعمل بازرسی سطوح پلیمری و سایر
سطوح نامتخلخل آنتی باکتریال



واحد ارزیابی محصولات

دستورالعمل بازرسی سطوح پلیمری و سایر سطوح نامتخلخل
آنتی باکتریال

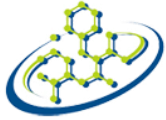
The instruction for inspection of Polymer surfaces and
other nonporous antibacterial surfaces

تعداد صفحات: ۸

شماره بازنگری: ۰۱

کد مدرک: IMP-SW-24

سال ۱۳۹۲



موسسه خدمات فناوری تا بازار

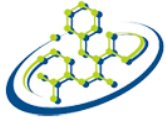
دستورالعمل بازرسی سطوح پلیمری و سایر سطوح نامتخلخل آنتی باکتریال



واحد ارزیابی محصولات

فهرست مطالب

۱. هدف و دامنه کاربرد
۲. اصطلاحات و تعاریف
۳. روش اجرا
۴. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصول
۵. آزمون‌های موردنیاز جهت پذیرش اولیه محصول
۶. نمونه‌برداری
۷. گزارش نهایی بازرسی
۸. منابع



۱. هدف و دامنه کاربرد:

هدف از تدوین این دستورالعمل، تعیین روش بررسی «سطوح پلیمری و سایر سطوح نامتخلخل آنتی‌باکتریال» است. اصطلاحات و تعاریف مربوطه، مشخصات و معیارهای ارزیابی، آزمون‌های موردنیاز و همچنین نحوه گزارش‌دهی نتایج در این دستورالعمل مشخص شده است. تمامی سطوح پلیمری و سطوح نامتخلخل آنتی‌باکتریال از قبیل سطوح فلزی، مواد پوششی، سرامیک‌ها، چرم، لاستیک و ... که با استفاده از فناوری نانو تولید شده‌اند، با این دستورالعمل قابل ارزیابی می‌باشند.

تبصره: بررسی مواد با خاصیت فتوکاتالیستی، منسوجات و مصالح ساختمانی در دامنه کاربرد این دستورالعمل قرار ندارد.

۲. اصطلاحات و تعاریف:

۲-۱- نانومقیاس (Nanoscale): گستره‌ی اندازه بین تقریباً ۱ نانومتر تا ۱۰۰ نانومتر است. (بند ۲-۱ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۱).

۲-۲- نانوشیء (Nano-object): هر قطعه مجزا از یک ماده با یک، دو یا سه بعد خارجی در نانومقیاس است. (بند ۲-۲ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۱).

۲-۸- انبوهه (Aggregate): انبوهه متشکل از ذراتی با پیوندهای قوی یا جوش خورده که مساحت سطح خارجی منتهی آنها به طور قابل ملاحظه‌ای کمتر از مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل‌دهنده باشد. (بند ۳-۵ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).

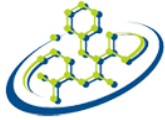
۲-۹- کلوخه (Agglomerate): کلوخه مجموعه‌ای از ذرات که به شکلی ضعیف یا نسبتاً قوی به یکدیگر متصل شده‌اند، به طوری که مساحت سطح خارجی منتهی آن‌ها مشابه مجموع مساحت سطوح تک‌تک اجزای تشکیل‌دهنده باشد. (بند ۳-۴ استاندارد ملی ایران - ایزو ۸۰۰۰۴-۲).

یادآوری ۱- نیروهایی که کلوخه را نزدیک به یکدیگر نگه می‌دارد نیروهای ضعیفی هستند، مثلاً نیروهای وان‌دروالس یا درهم‌تافتگی فیزیکی ساده.

یادآوری ۲- کلوخه‌ها به عنوان ذرات ثانویه نیز در نظر گرفته می‌شوند و ذرات اصلی منشاء ذرات نوع اول نامیده می‌شوند.

۲-۵- عامل ضدباکتریایی (Antibacterial agent): عاملی است که رشد باکتری‌ها بر روی سطوح فرآورده را از طریق انجام فرایند تیمار یا ترکیب مهار می‌کند.

۲-۶- ضد باکتریایی (Antibacterial): منظور از اصطلاح ضد باکتریایی، توصیف پدیده بازدارنده از رشد باکتری‌ها بر روی سطوح فرآورده‌ها، یا توصیف اثر عامل بازدارنده از رشد باکتری‌ها بر روی سطوح فرآورده‌هاست.



۲-۷- فعالیت ضد باکتریایی (Antibacterial activity): منظور از فعالیت ضد باکتریایی، اختلاف لگاریتمی بین شمارش سلول‌های زیست پذیر باقیمانده بر روی یک فرآورده آزمایش شده با عامل ضد باکتریایی، در مقایسه با یک فرآورده آزمایش نشده، پس از تلقیح باکتری و گرمخانه گذاری است.

۳. روش اجرا:

مراحل کار در رابطه با این دستورالعمل شامل ارائه مدارک اولیه توسط متقاضی، فرآیند بازدید و نمونه برداری، انجام آزمون بر روی نمونه‌های مورد نظر و ارائه گزارش تحلیل نتایج آزمون‌ها است.

۱-۳- بر طبق بند ۵ متقاضی باید نتایج آزمون‌های مورد نیاز را به واحد بازرسی ارائه نماید. مدارک ارسالی متقاضی مطابق با روش اجرایی پذیرش *IMP-SW-05* مورد بررسی قرار خواهد گرفت. مسئولیت صحت مدارک و مستندات ارائه شده بر عهده متقاضی است.

۲-۳- پس از اتمام فرایند پذیرش، پرونده در مرحله‌ی بازرسی قرار خواهد گرفت. فرایند بازرسی مطابق با روش اجرایی بازرسی *IMP-SW-04* انجام می‌شود. مسئولیت نمونه برداری، جمع آوری مدارک و مستندات مربوطه بر عهده کارشناس بازرسی است. لذا متقاضی باید شرایط لازم برای بازدید از محل تولید و نمونه برداری از محصول توسط کارشناسان بازرسی را فراهم آورد.

۳-۳- آزمون‌های مورد نیاز در آزمایشگاه‌های همکار واحد ارزیابی طبق استانداردهای ذکر شده در جدول ۱ انجام می‌شود. مسئولیت صحت نتایج با آزمایشگاه است.

۴-۳- پس از انجام آزمون‌ها، نتایج آزمون‌ها توسط کارشناسان بازرسی صورت می‌گیرد.

۴. مشخصه‌ها و معیارهای ارزیابی محصولات

پلیمرها و سطوح نامتخلخل حاوی جزء نانومتری با خاصیت ضد باکتریایی در دو دسته قابل طبقه‌بندی است:

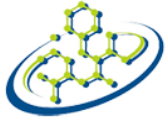
- ۱- محصولاتی که در آن‌ها جزء نانومتری ایجادکننده خاصیت ضدباکتریایی در بدنه محصول یا پوشش محبوس شده و در سطح قابل شناسایی نیست. (سنتز درجای نانو مواد در محصول و یا خرید آمیزه حاوی نانوذرات جهت تولید محصول)
- ۲- محصولاتی که در آن‌ها جزء نانومتری ایجادکننده خاصیت ضد باکتریایی به روش‌های میکروسکوپی در سطح محصول یا پوشش قابل شناسایی است.

برای بازرسی و بررسی محصولاتی از این دست، فرآیند بازرسی به سه بخش تقسیم می‌شود:

الف) بررسی مواد اولیه

ب) بررسی جزء نانومتری در محصول

ج) بررسی خاصیت ضد باکتریایی محصول



۴-۱- بازرسی مواد اولیه

۴-۱-۱- در صورت استفاده از نانو پودرها، کلوئید و یا سوسپانسیون‌های حاوی اجزاء نانومتری، به منظور بازرسی هر یک از این مواد دستورالعمل خاصی تدوین شده است که به کمک آن قابل ارزیابی می‌باشند. عنوان دستورالعمل بازرسی و کد آن، جهت بررسی این دسته از مواد اولیه در جدول ۱ آمده است.

تبصره: در صورتی که مواد اولیه دارای TDS معتبر و یا تأییدیه نانومقیاس باشند؛ انجام آزمون‌های بند ۴-۱ ضروری نیست.

تبصره: در صورت استفاده از روش سنتز در جای نانو مواد به منظور ایجادکننده خاصیت ضد باکتریایی، انجام آزمون‌های این بند منتفی است.

جدول ۱- عنوان و کد دستورالعمل بازرسی مواد اولیه

پارامتر مورد بازرسی	عنوان دستورالعمل	کد دستورالعمل
نانو کلوئید اولیه	دستورالعمل بازرسی نانو کلوئیدها	
نانو پودر اولیه	دستورالعمل بازرسی نانو پودرها	

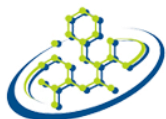
۴-۲- بررسی جزء نانومتری در محصول

۴-۲-۱- در صورتی که جزء نانومتری ایجادکننده خاصیت ضد باکتریایی در بدنه محصول یا پوشش محبوس شده و در سطح قابل شناسایی نباشد از جدول ۲ برای بررسی جزء نانومتری، نحوه توزیع و غلظت نانوذرات استفاده شود.

تبصره: در صورتی که تولیدکننده از محصولات میانی دارای TDS معتبر و یا تأییدیه نانومقیاس استفاده کرده باشد انجام آزمون‌های بند ۴-۲ ضروری نیست.

جدول ۲- آزمون‌های موردنیاز جهت بررسی جزء نانومتری در محصول

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	تجهیزات	روش آماده‌سازی نمونه	شرح
۱	مورفولوژی جزء نانومتری	ادعای متقاضی	---	میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)	میکروتمی یا کرایومیکروتمی از سطح و مقطع نمونه یا پوشش حاوی جزء نانومتری	به صورت تصادفی حداقل از ۱۰ مکان مختلف و حداقل ۳ بزرگنمایی تصویر تهیه شود.
	ابعاد جزء نانومتری	بند ۲-۱۴ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	ISO 25498:2010 ASTM D5755			
	میزان انبوهه یا کلوخه‌ای شدن	عدم انبوهه شدن	---			
۲	غلظت جزء نانومتری	طبق ادعای متقاضی	ISO 26845:2008	طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS)	طبق نظر آزمایشگاه	



موسسه خدمات فناوری تا بازار

دستورالعمل بازرسی سطوح پلیمری و سایر سطوح نامتخلخل آنتی باکتریال



واحد ارزیابی محصولات

روش آنالیز عنصری با توجه به نوع جزء نانومتری و شرایط نمونه انتخاب شود.		طیف سنجی پلاسمای جفت شده القایی (ICP)	ISO 26845:2008			
در بازه زاویه ای نرمال (2θ) بین ۱۰ تا ۹۰ درجه) با لامپ مس	سوزاندن نمونه	پراش پرتو ایکس (XRD)	---	طبق ادعای متقاضی	جنس جزء نانومتری	۳

۲-۲-۴- در صورتی که جزء نانومتری ایجاد کننده خاصیت ضد باکتریایی به روش های میکروسکوپی در سطح محصول قابل شناسایی باشد؛ از جدول ۳ برای بررسی جزء نانومتری، نحوه توزیع و غلظت نانوذرات در محصول استفاده شود.

جدول ۳- آزمون های مورد نیاز جهت بررسی جزء نانومتری در محصول

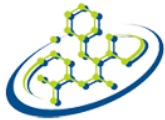
شرح	روش آماده سازی نمونه	تجهیزات	استاندارد	معیار پذیرش	پارامتر بازرسی	ردیف
به صورت تصادفی حداقل از ۱۰ مکان مختلف و حداقل ۳ بزرگنمایی تصویر تهیه شود.	پوشش دهی نمونه با طلا یا پلاتین	میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FESEM)	---	ادعای متقاضی	مورفولوژی جزء نانومتری	۱
			ISO 16700:2004	بند ۲-۱۴ استاندارد ملی ایران به شماره ۱۲۰۹۸	ابعاد جزء نانومتری	
			---	عدم انبوهه شدن	میزان انبوهه یا کلوخه شدن	
روش آنالیز عنصری با توجه به نوع جزء نانومتری و شرایط نمونه انتخاب شود.	طبق نظر آزمایشگاه	طیف سنجی جذب اتمی (AAS)	ISO 26845:2008	طبق ادعای متقاضی	غلظت جزء نانومتری	۲
		طیف سنجی توسط پلاسمای جفت شده القایی (ICP)	ISO 26845:2008			
در بازه زاویه ای نرمال (2θ) بین ۱۰ تا ۹۰ درجه) با لامپ مس	سوزاندن نمونه	پراش پرتو ایکس (XRD)	---	طبق ادعای متقاضی	جنس جزء نانومتری	۳

۳-۴- بررسی خاصیت ضد باکتریایی محصول

۳-۴-۱- جدول ۴ به منظور بررسی خاصیت ضد باکتریایی پلیمرها و سطوح نامتخلخل تدوین شده است. مطابق این جدول دو استاندارد ملی در این زمینه موجود است. آزمون بررسی خواص با توجه به مشخصات نمونه تولید شده و مطابقت آن با دامنه کاربرد هر یک از استانداردهای مذکور انجام می پذیرد.

استاندارد ملی ایران به شماره ۱۰۹۰۰

عنوان: اندازه گیری فعالیت ضد باکتریایی بر روی سطوح پلاستیکی و سایر سطوح نامتخلخل
دامنه کاربرد: ارزیابی فعالیت ضد باکتریایی بر روی سطوح فرآورده های پلاستیکی و سایر سطوح نامتخلخل فرآورده های دیگر (از جمله فرآورده های واسطه) آمایش شده با مواد ضد باکتریایی.



استاندارد ملی ایران به شماره ۱۳۷۰۳

عنوان: پلاستیک - ارزیابی فعالیت ضد باکتری در مواد پلیمری یا آب گریز - روش آزمون

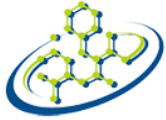
دامنه کاربرد: ارزیابی مواد ضد باکتری آغشته یا پیوند شده در داخل یا بر روی سطوح پلیمری یا آب گریز، عمدتاً مسطح (دوبعدی) به صورت کمی. مواد پلیمری یا مواد آب گریز شامل پلاستیک‌ها، رزین‌های اپوکسی و همین‌طور دیگر سطوح سخت که در ساخت فرآورده‌هایی از قبیل پوشش‌های وینیلی استخرها، پرده‌های دوش و انواع تجهیزات پزشکی که در معرض آلودگی میکروبی قرار دارند و با مواد ضد باکتری آغشته یا ترکیب شده‌اند، می‌باشد.

یادآوری: سطح آب گریز سطحی است که در آن نیروی کشش سطحی باعث تجمع سوسپانسیون تلقیح شده می‌شود و باکتری‌های داخل قطره‌های مایع تلقیح ممکن است نتوانند با سطح تیمار شده تماس پیدا کنند.

در استاندارد ملی ۱۰۹۰۰ به منظور بررسی میزان فعالیت ضد باکتریایی نمونه پارامتری با عنوان مقدار فعالیت آنتی باکتریایی (R) تعریف شده است. در این استاندارد محدوده پذیرش مشخصی برای خاصیت ضد باکتریایی نمونه‌ها ذکر نشده است. با استناد به مراجع استفاده شده در تألیف این استاندارد، عدد ۲ به عنوان معیار پذیرش خاصیت ضد باکتریایی نمونه‌های این بند در نظر گرفته می‌شود. به همین ترتیب در استاندارد ملی ۱۳۷۰۳ به منظور بررسی میزان فعالیت ضد باکتریایی نمونه پارامتری با عنوان درصد کاهش (%reduction) تعریف شده است. در این استاندارد نیز محدوده پذیرش مشخصی برای خاصیت ضد باکتریایی نمونه‌ها ذکر نشده است. به‌طور مشابه در این مورد نیز با استناد به مراجع استفاده شده در تألیف استاندارد، عدد ۹۹٪ به عنوان معیار پذیرش خاصیت ضد باکتریایی نمونه‌های قابل بررسی با این دستورالعمل در نظر گرفته می‌شود.

جدول ۴- ارزیابی خاصیت ضد باکتریایی

ردیف	پارامتر بازرسی	معیار پذیرش	استاندارد	نوع باکتری	روش آماده‌سازی	شرح
۱	خاصیت ضد باکتریایی	% reduction \geq 99	ISIRI 13703	Staphylococcus aureus	طبق استاندارد	از نمونه فاقد جزء نانومتری به‌عنوان شاهد استفاده شود
		% reduction \geq 99		pseudomonas aeruginosa/klebsiella pneumoniae		
۲	خاصیت ضد باکتریایی	R \geq 2	INSO 10900	Staphylococcus aureus	طبق استاندارد	از نمونه فاقد جزء نانومتری به‌عنوان شاهد استفاده شود
		R \geq 2		Escherichia coli		



۵. آزمون‌های موردنیاز جهت پذیرش اولیه محصول:

جهت پذیرش اولیه محصول، به منظور تأیید جزء نانومتری ارائه حداقل آزمون‌های ذکر شده در دستورالعمل بازرسی مربوطه و همچنین ارائه آزمون نشان‌دهنده ایجاد خاصیت ضد باکتریایی مطابق استاندارد توسط متقاضی الزامی است. پذیرش اولیه محصول بدون ارائه موارد ذکر شده امکان‌پذیر نیست.

۶. نمونه‌برداری:

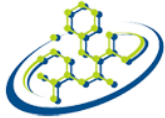
۶-۱- جهت بررسی محصول، بازرس از محل تولید طبق دستورالعمل شماره *IMO-SW-04* بازدید انجام داده و طبق روش نمونه‌برداری شماره *IMO-SW-07* نمونه‌های موردنظر را تهیه می‌نماید.
۶-۲- مقدار حداقل نمونه جهت انجام آزمون‌ها توسط کارشناس پرونده اعلام خواهد شد.

۷. گزارش نهایی بازرسی:

۷-۱- پس از بررسی و تحلیل نتایج، جدول ۴ و جداول پیوست شده در دستورالعمل‌های بازرسی توسط بازرس بر اساس مدارک اظهارشده شرکت و نتایج آزمون‌ها تکمیل می‌شود.
۷-۲- تمامی گزارش‌های بازرسی باید مطابق با فرم گزارش بازدید و نمونه‌برداری به شماره *IMP-SF-08* تهیه گردد.
۷-۳- در رابطه با موارد ادعایی انطباق نتایج با ادعای متقاضی موردبررسی قرار خواهد گرفت.

جدول ۴- برگه مشخصات فنی محصول نهایی

مشخصه	واحد اندازه‌گیری	نتیجه / مقدار	آزمون مربوطه	محدوده مجاز	ادعای متقاضی	توضیحات
متوسط اندازه ذرات (بازه تغییرات)	nm	؟	FESEM/TEM	-		
مورفولوژی ذرات	-	؟	FESEM	-		
میزان انبوه‌های شدن (کیفی)	-	؟	FESEM/TEM	-		
غلظت جزء نانومتری	ppm	؟	AAS/ICP			
فعالیت ضد باکتریایی	میزان فعالیت ضد باکتریایی (R)	نوع باکتری گرم مثبت؟ نوع باکتری گرم منفی؟	طبق استاندارد ملی ایران به شماره ۱۰۹۰۰	R>2		
			طبق استاندارد ملی ایران به شماره ۱۰۹۰۰	R>2		
رنگ ظاهری	-	؟	بازرسی چشمی	-		
دانسیته	g/cm ³	؟	دانسیته سنجی	-		
ظرفیت تولید	کیلوگرم در روز	؟	بر طبق نظر کارشناس	-		



۸. منابع:

- **ISO/TS 12805:2011** - Nanotechnologies - Materials specifications - Guidance on specifying nano-objects
- **ISO/TS 80004-3:2010** - Nanotechnologies -- Vocabulary -- Part 3: Carbon nano-objects
- **ISO 16700:2004** - Microbeam analysis -- Scanning electron microscopy -- Guidelines for calibrating image magnification
- **ISO 22309:2011** - Microbeam analysis -- Quantitative analysis using energy-dispersive spectrometry (EDS) for elements with an atomic number of 11 (Na) or above
- **ISO 26845:2008** - Chemical analysis of refractories -- General requirements for wet chemical analysis, atomic absorption spectrometry (AAS) and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) methods
- **ISO 22196:2011** - Measurement of antibacterial activity on plastics and other non-porous surfaces
- **ASTM E 2180: 2007** - Standard test method for determining the activity of incorporated antimicrobial agent(s) in polymeric or hydrophobic materials
- **INSO 16464**: ویژگی های مواد - راهکاری برای تعیین ویژگی های نانو اشیاء
- **ISIRI 12098**: نانو فناوری - واژه ها - اصطلاحات و تعاریف اصلی
- **INSO 10900**: اندازه گیری فعالیت ضد باکتریایی بر روی سطوح پلاستیکی و سایر سطوح نامتخلخل
- **ISIRI 13703**: پلاستیک - ارزیابی فعالیت ضد باکتری در مواد پلیمری یا آب گریز - روش آزمون