

---

Norme internationale



5833/1

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

**Implants chirurgicaux — Ciments à base de résine  
acrylique —  
Partie 1 : Applications orthopédiques**

*Implants for surgery — Acrylic resin cements — Part 1 : Orthopaedic applications*

Première édition — 1979-06-01

---

CDU 615.462 : 678.744.335

Réf. n° : ISO 5833/1-1979 (F)

Descripteurs : implant chirurgical, ciment pour os, résine acrylique, spécification de matière, essai, matériel d'essai, emballage, marquage.

Prix basé sur 9 pages

## AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5833/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 150, *Implants pour la chirurgie*, et a été soumise aux comités membres en novembre 1978.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Suisse
Allemagne, R. F.	France	Tchécoslovaquie
Australie	Inde	Turquie
Belgique	Italie	URSS
Brésil	Nouvelle-Zélande	USA
Canada	Royaume-Uni	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

# Implants chirurgicaux — Ciments à base de résine acrylique —

## Partie 1 : Applications orthopédiques

### 1 OBJET

La présente Norme internationale spécifie la composition chimique, les caractéristiques physiques et les exigences d'emballage pour les résines réticulables à température ambiante à base de poly(méthacrylate de méthyle), connues sous le nom de «ciments acryliques pour os» et utilisées à l'origine pour la fixation des endoprothèses orthopédiques internes.

Elle ne traite ni des problèmes de toxicité, ni de ceux liés à la biocompatibilité pour ces ciments.

### 2 DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme internationale a été préparée dans le but de l'utiliser seulement pour maintenir l'uniformité du produit.

La corrélation des résultats donnés par les essais décrits ici avec les performances du produit une fois dans le corps humain, ne sera peut-être pas directement possible.

### 3 DÉFINITIONS

**3.1 emballage unitaire :** Un paquet ou flacon de composant en poudre préconditionné en masse et un paquet ou flacon de composant liquide préconditionné en volume, associés à des additifs radio-opaques quand de tels additifs sont emballés séparément.

**3.2 attente après mélange :** Temps mesuré à partir du début du mélange au bout duquel le mélange cesse d'adhérer à une sonde normalisée (voir 7.4).

**3.3 temps de prise :** Temps mesuré à partir du début du mélange au bout duquel la vitesse de l'élévation de température due à la réaction exothermique est maximale (voir 7.6).

**3.4 température due à la réaction exothermique :** Température maximale du mélange relevée au cours de l'auto-cuisson dans un moule normalisé (voir 7.5).

**3.5 intrusion :** Longueur de l'écoulement sous charge du mélange, mesurée à l'intérieur d'un moule normalisé (voir 7.7).

**3.6 empreinte :** Valeur de la pénétration dans une éprouvette vieille de un jour, calculée à partir de lectures au comparateur à cadran sur une machine d'essai de dureté Rockwell (voir 7.9).

**3.7 recouvrance :** Variation, exprimée en pourcentage, de l'empreinte après retrait de la charge qui l'a provoquée (voir 7.9).

### 4 COMPOSITION

Bien qu'un certain nombre de copolymères et de comonomères puissent être incorporés, le poly(méthacrylate de méthyle) doit être le constituant principal de l'ensemble du ciment.

### 5 SPÉCIFICATIONS PHYSIQUES

#### 5.1 Composant liquide

##### 5.1.1 Aspect

Le liquide, examiné devant un écran éclairé (voir 7.2.1), doit être clair et exempt de toute matière étrangère ou sédiment.

##### 5.1.2 Stabilité

Le liquide, soumis à l'essai décrit en 7.3 ne doit montrer ni turbidité ni dépôt.

##### 5.1.3 Stérilité

Le liquide doit être stérile.

#### 5.2 Composant en poudre

##### 5.2.1 Aspect

La poudre doit être friable et exempte de particules étrangères telles que poussière et débris (voir 7.2.2).

##### 5.2.2 Stérilité

La poudre doit être stérile.

**5.3 Mélange poudre-liquide**

Les propriétés du mélange poudre-liquide, déterminées par la méthode adéquate du chapitre 7, doivent correspondre aux valeurs données dans le tableau 1.

TABLEAU 1 – Propriétés du mélange poudre-liquide

Attente après mélange	Temps de prise	Température due à la réaction exothermique	Intrusion
maximum	intervalle	maximum	minimum
5,0 minutes	4 à 15 minutes	90 °C	2,0 mm

**5.4 Polymère réticulable**

Les propriétés du polymère réticulable, déterminées par la méthode appropriée du chapitre 7, doivent être conformes aux valeurs données dans le tableau 2.

TABLEAU 2 – Propriétés du polymère réticulable

Résistance à la compression	Recouvrance	Indentation
minimum	minimum	maximum
70 MPa	60 %	0,2 mm

**6 ÉPROUVETTES**

Neuf paquets unitaires du ciment sont nécessaires pour avoir suffisamment de produit pour mener à bien tous les essais prescrits dans la présente Norme internationale.

**7 MÉTHODES D'ESSAI**

**7.1 Conditions d'essai**

À moins de spécification contraire :

- a) tout le matériel, les surfaces pour mélange et les produits doivent avoir été conditionnés à une température de  $23 \pm 2$  °C et à une humidité relative de  $50 \pm 10$  %;
- b) les essais doivent avoir lieu dans ces conditions.

**7.2 Inspection**

L'inspection visuelle, à l'œil nu, doit servir à déterminer si le ciment répond aux exigences spécifiées en 5.1.1, 5.2.1, 7.3, 7.4, 10.1 et 10.2.

**7.2.1** Le composant liquide doit répondre aux exigences spécifiées en 5.1, 9.1, 9.2, 10.1 et 10.2.

**7.2.2** Le composant en poudre doit répondre aux exigences spécifiées en 5.2, 9.1, 9.2, 10.1 et 10.2.

**7.3 Effet sur le composant liquide du stockage à 60 °C**

1 ml de liquide doit être pris d'un paquet ou d'un flacon de liquide qui a été maintenu durant 24 h dans une enceinte à  $60 \pm 2$  °C.

Une fois que la température de l'échantillon a été abaissée à 23 °C, celui-ci doit être versé dans 20 ml de méthanol de qualité pour analyse. On ne doit observer ni turbidité, ni dépôt blanc (voir 7.2).

**7.4 Attente après mélange**

Toute la poudre et tout le liquide d'un seul paquet unitaire doivent être mélangés selon les instructions du fabricant [voir 10.2 b)]. Un chronomètre doit être mis en action au début du mélange et tous les temps consécutifs doivent être lus sur le chronomètre.

Environ 1,5 min après la fin du mélange, le mélange doit être sondé doucement jusqu'à une profondeur de 10 mm environ avec une baguette de verre propre, de diamètre 10 mm approximativement et à bout rond. La baguette doit être nettoyée après chaque essai. On examinera la formation des fibres entre la baguette (voir 7.2) et la surface du ciment au moment où elle s'écarte de celle-ci. Le processus de sondage est répété toutes les 15 s jusqu'à ce que la baguette s'écarte de la surface du ciment sans emporter de produit. Le temps au bout duquel la non-adhérence de produit est observée pour la première fois, doit être noté comme l'attente après mélange. Le ciment doit être remalaxé entre chaque essai de façon à présenter chaque fois un produit frais.

**7.4.1** Deux déterminations distinctes de l'attente après mélange doivent être effectuées.

**7.4.2** Les deux valeurs ne doivent pas différer de plus de 30 s sinon l'essai doit être recommencé avec un troisième paquet unitaire. Si la troisième valeur diffère de plus de 30 s de l'une des deux précédentes, le produit doit être indiqué comme n'ayant pas répondu aux spécifications sur l'attente après mélange.

**7.4.3** L'attente après mélange doit être prise comme la moyenne des valeurs arrondie aux 15 s les plus proches (voir 5.3.1 et 10.2).

**7.5 Température due à la réaction exothermique**

Moins de 1 min après la fin de l'attente après le mélange, 25 g environ de pâte (décrite en 7.4) doivent être doucement introduits dans la cavité du piston du moule décrit à la figure 1. Ce moule doit être en polytétrafluoréthylène (PTFE) ou en tout autre matériau adéquat, et il doit être muni d'un thermocouple (en fil d'environ 0,5 mm de diamètre) ou d'un dispositif similaire placé de telle façon que ses jonctions soient au centre du moule à une hauteur de 3,0 mm dans la cavité interne. Le piston doit être immédiatement mis en place et maintenu avec un serre-joint en forme de C ou toute autre bride convenable, de façon à assurer une hauteur de  $6,0 \pm 0,1$  mm à l'éprouvette.

Une fois le piston enfoncé, le produit en excédent et le serre-joint en C ou la bride doivent être retirés pour toute la suite de l'essai. La température doit être enregistrée d'une façon continue.

On doit continuer à mesurer le temps depuis le début du mélange de la poudre avec le liquide. Les températures doivent être enregistrées jusqu'à ce qu'un refroidissement soit observé. La température maximale enregistrée doit être arrondie au degré Celsius le plus proche.

**7.5.1** La température maximale doit être la moyenne de deux déterminations distinctes, arrondie au degré Celsius le plus proche.

**7.5.2** Si les maximums de deux déterminations diffèrent de plus de 5 °C, l'essai doit être répété sur un troisième paquet unitaire. Si la troisième détermination diffère de plus de 5 °C de l'une des autres, le produit doit être indiqué comme n'ayant pas répondu aux spécifications sur la détermination de la température due à la réaction exothermique.

**7.5.3** La température maximale doit être prise comme la moyenne de toutes les déterminations, arrondie au degré Celsius le plus proche, et doit être notée comme la température due à la réaction exothermique (voir 5.3.1).

## 7.6 Temps de prise

À partir du tableau des températures notées en fonction du temps en 7.2, le temps de prise doit être défini comme étant le temps au bout duquel (à partir du début du mélange) la température de la masse en cours de polymérisation est égale à

$$\frac{T_{\max} + T_{\text{ambient}}}{2}$$

où

$T_{\max}$  est la température maximale;

$T_{\text{ambient}}$  est la température ambiante (voir figure 2).

Le temps de prise doit être arrondi aux 15 s les plus proches.

**7.6.1** Deux déterminations distinctes doivent être effectuées.

**7.6.2** Les deux valeurs ne doivent pas différer de plus de 1 min, sinon l'essai doit être recommencé avec un troisième paquet unitaire. Si la troisième valeur diffère de plus de 1 min de l'une des deux précédentes, le produit doit être indiqué comme n'ayant pas répondu aux spécifications sur le temps de prise.

**7.6.3** Le temps de prise doit être considéré comme étant la moyenne des valeurs arrondie aux 15 s les plus proches [voir 5.3.1 et 10.2 a)].

## 7.7 Intrusion

Le moule nécessaire à cet essai doit être en polytétrafluoréthylène (PTFE) ou en tout autre matériau adéquat et il est schématisé à la figure 3. Un paquet unitaire complet doit être mélangé selon les instructions du fabricant [voir 10.2 b)]. Quand le mélange est prêt, celui-ci doit être doucement introduit dans le moule et aplani et le piston doit être inséré. Une minute après la fin de l'attente après mélange, une force de 49 N doit être appliquée sur le sommet du piston durant 1 min. La force doit ensuite être supprimée et le mélange peut prendre.

Une fois le ciment pris, l'éprouvette doit être retirée et la longueur de l'intrusion dans les quatre trous de 1,0 mm de diamètre doit être mesurée en arrondissant au 0,5 mm le plus proche.

Cet essai doit être effectué une fois. Si le produit ne répond pas aux exigences de 5.3 au premier essai, un deuxième essai doit être effectué et la conformité déterminée à partir des résultats du deuxième essai.

## 7.8 Résistance à la compression

Les éprouvettes d'essai doivent être des cylindres de 12 mm de haut et de 6 mm de diamètre. Les extrémités des éprouvettes doivent être plates et lisses, parallèles l'une à l'autre, et perpendiculaires au grand axe du cylindre. La figure 4 montre un appareil apte à produire ces cylindres d'essai.

La plaque perforée en acier inoxydable, illustrée par la figure 4, possédant des cavités pour cinq éprouvettes, doit être placée sur la plaque inférieure. Les cinq cavités doivent être remplies avec une spatule jusqu'à déborder légèrement, en employant le ciment malaxé dans les proportions normalisées, au commencement de l'attente après mélange. La plaque supérieure doit être mise en place et appliquée fortement à l'aide d'un serre-joint en C ou d'une presse convenable. Le serre-joint ou la presse doit être retiré 1 h plus tard. À ce moment, les extrémités des éprouvettes peuvent être rectifiées en les rendant planes, perpendiculairement au grand axe, en utilisant une petite quantité de poudre de carbure de silicium (de grain 240 mesh) et d'eau. Les moules contenant les éprouvettes doivent être frottés par un mouvement de va-et-vient sur une plaque plane de verre enduite d'abrasif et d'eau. À la suite de ce traitement de surface, les éprouvettes peuvent être sorties du moule en utilisant la baguette d'extraction.

Après un laps de temps de  $24 \pm 2$  h, l'échantillon doit subir l'essai de résistance à la compression.

Toutes les éprouvettes doivent être essayées sur toute machine d'essai universelle équipée pour enregistrer la charge en fonction de déformation. Une vitesse de piston pour la déformation et une vitesse de déroulement du papier enregistreur de 20 ou 25,4 mm/min doivent être employées. Les éprouvettes doivent être soumises aux essais sans utiliser de produit de rembourrage entre celles-ci et les platines de l'appareil. La charge de rupture doit être la charge à la limite supérieure d'élasticité à 2,0 % (limite conventionnelle d'élasticité à 2,0 %) ou celle de rupture, selon ce qui se produit d'abord.

**7.8.1** La résistance à la compression doit être en effectuant le quotient de la charge de rupture par la surface de la section droite (28 mm<sup>2</sup> environ).

**7.8.2** La résistance à la compression retenue doit être la moyenne des résultats pour cinq éprouvettes d'un groupe donné et arrondie au mégapascal le plus proche (voir 5.4.1).

### 7.9 Empreinte et recouvrance

La profondeur d'empreinte doit être déterminée à l'aide d'une machine d'essai pour dureté superficielle Rockwell 24 ± 2 h après le début du mélange. Le disque décrit en 7.5 doit être utilisé. Tout défaut de fonderie ou autre irrégularité empêchant le disque d'adhérer fermement sur la machine d'essai de dureté doit être enlevé. 24 ± 2 h après le début du mélange, les éprouvettes doivent être soumises, en trois points séparés, à une petite charge statique de 3 kg exercée par une bille d'acier de 12,7 mm de diamètre, et le comparateur doit être mis à zéro. Ensuite, une plus forte charge statique de 30 kg (comprenant la petite charge de 3 kg) doit être appliquée durant 10 min, au bout desquelles la profondeur de l'empreinte doit être lue sur le cadran de mesure et notée comme valeur *A* en arrondissant au 0,001 mm le plus proche. Retirer la plus forte charge excédentaire en laissant la petite de 3 kg sur l'éprouvette. Lire 10 min plus tard la valeur notée *B* sur le cadran. Les moyennes des valeurs *A* et *B* pour les trois points doivent être arrondies au 0,01 mm le plus proche.

**7.9.1** La profondeur d'empreinte ou indentation doit être notée comme *A* (moy) et doit être en accord avec la valeur de 5.4.1.

**7.9.2** La recouvrance, exprimée en pourcentage, doit être calculée à l'aide de la formule

$$\frac{A \text{ (moy)} - B \text{ (moy)}}{A \text{ (moy)}} \times 100$$

### 8 VARIATIONS ADMISSIBLES DES QUANTITÉS EMPAQUETÉES (CONTENUS)

La masse et/ou le volume des composants en poudre et liquide ne doivent pas s'écarter de plus de 5 % de la valeur indiquée sur l'étiquette du paquet en conformité avec 10.1 b).

**8.1** Les mesurages de la masse et du volume doivent être effectués à partir des composants en poudre et liquide de cinq paquets unitaires. Ces paquets unitaires peuvent ensuite être utilisés pour les essais non stériles de la présente Norme internationale.

**8.2** Le composant en poudre de tout paquet unitaire donné ne doit pas s'écarter de plus de 2 % de la moyenne des masses des cinq paquets unitaires ci-dessus.

**8.3** Le composant liquide de tout paquet unitaire donné ne doit pas s'écarter de plus de 5 % de la moyenne des masses ou volumes des cinq paquets unitaires ci-dessus.

**8.4** Quand un produit radio-opaque est fourni en additif à la poudre pour être utilisé à la convenance du chirurgien, la mesure de ce produit radio-opaque ne doit pas différer de plus de 15 % de la valeur indiquée sur l'étiquette du paquet, en conformité avec 10.1 b).

## 9 EMBALLAGE

**9.1** Le produit doit être livré dans des récipients convenablement fermés et constitués de matières premières qui ne doivent ni contaminer ni permettre la contamination de leur contenu. Les récipients doivent être emballés de telle sorte qu'il n'y ait ni dommage ni perte pendant l'expédition et le stockage. Le produit doit être emballé de façon à permettre un transfert stérile vers une enceinte stérile.

**9.2** Le contenu doit être facilement accessible (emballages à ouverture pratique) et commode à mélanger dans la salle d'opérations. La totalité des différentes parties du contenu (à la fois le liquide et la poudre) devra être mélangée pour obtenir les proportions recommandées.

## 10 ÉTIQUETAGE

### 10.1 Sur l'étiquette

Sur chaque paquet unitaire doivent apparaître au moins les indications suivantes :

- a) Identification du fabricant ou du distributeur.
- b) Masse et/ou volume du liquide et de la poudre, et masse de l'éventuel produit radio-opaque fourni séparément.
- c) Constituants de la poudre et du liquide avec l'indication du pourcentage en masse ou en volume. Cela doit inclure les noms scientifiques des copolymères, les activateurs chimiques, les plastifiants, les monomères, les promoteurs chimiques, les stabilisateurs, les agents de ratification et tout autre produit comme radio-opacifiants, gels, charges ou antibiotiques.
- d) Déclaration que le contenu est stérile et que cette stérilité n'est garantie qu'à condition que les différentes enveloppes du paquet restent intactes.
- e) Mises en garde suivantes, ou :
  - 1) Le stockage du composant liquide à une température supérieure à 30 °C ou en exposition directe au soleil devrait être évité pour qu'il n'y ait pas de polymérisation prématurée.
  - 2) Le liquide est inflammable.
- f) Termes : «Seul le fabricant stérilisera le produit. Quelles que soient les circonstances, aucun composant ne sera stérilisé».
- g) Indication sans ambiguïté du numéro de lot de chaque composant sur chaque paquet unitaire.

## 10.2 Sur la notice d'identification du produit

Les informations suivantes doivent apparaître sur la notice :

a) Temps approximatifs d'attente après mélange et de prise à 23 °C, avec un ajout indiquant que les temps seront diminués si la température est supérieure à 23 °C et augmentés pour une température inférieure à 23 °C.

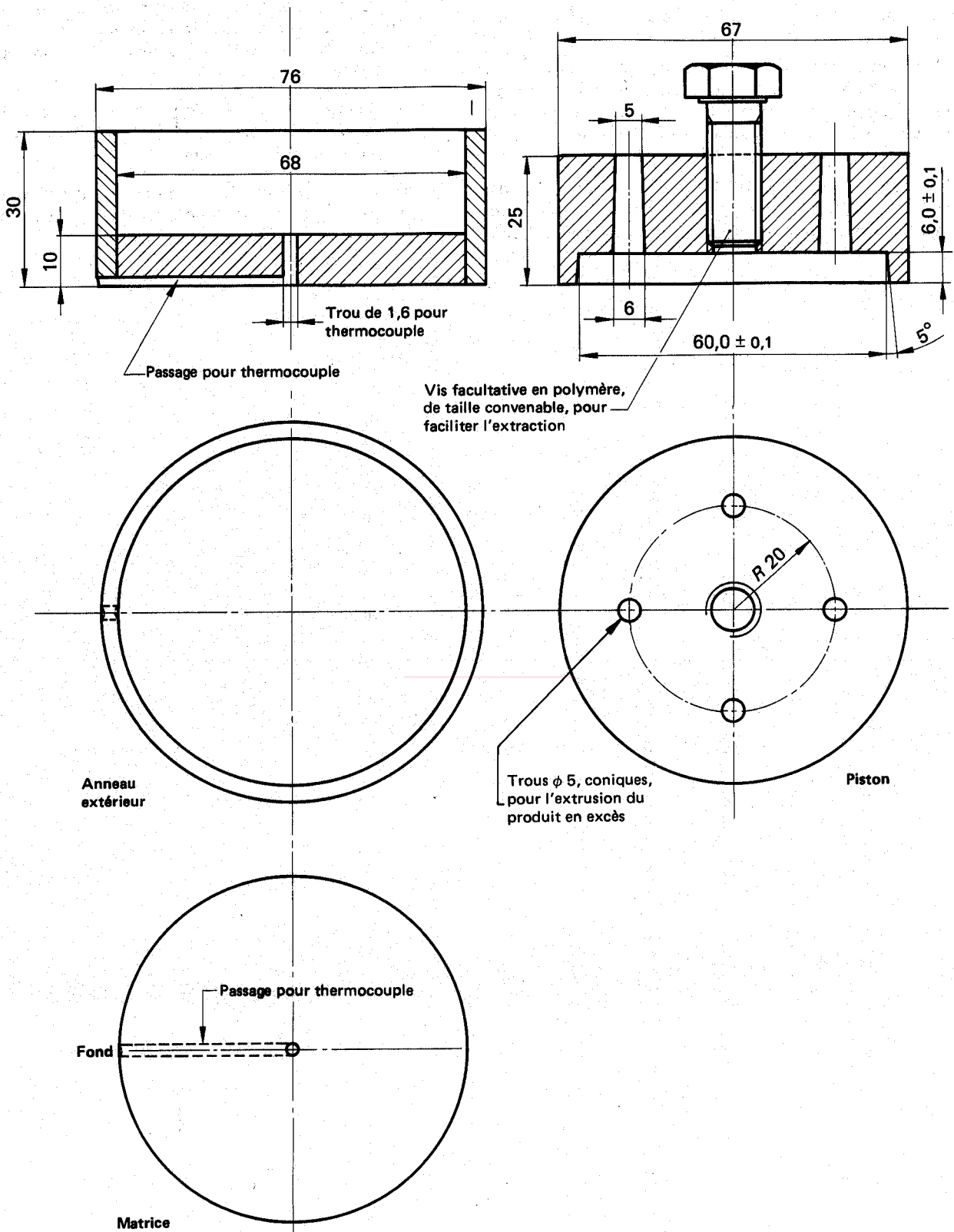
b) Instructions adéquates pour le stockage : Ces instructions doivent insister sur le fait de mélanger toute la poudre avec tout le liquide d'un seul paquet unitaire.

Il faut également donner les températures et la façon d'opérer, requises pour mélanger le produit ainsi que les instruments recommandés pour effectuer le mélange. Le fabricant devrait indiquer les temps de travail approximatifs pour le produit.

c) Description des techniques appropriées pour utiliser et mettre en place le produit en incluant toutes les précautions spéciales à respecter.

d) Référence à tout effet toxique, dangereux ou irritant associé à la manipulation des composants d'un mélange non réticulé.

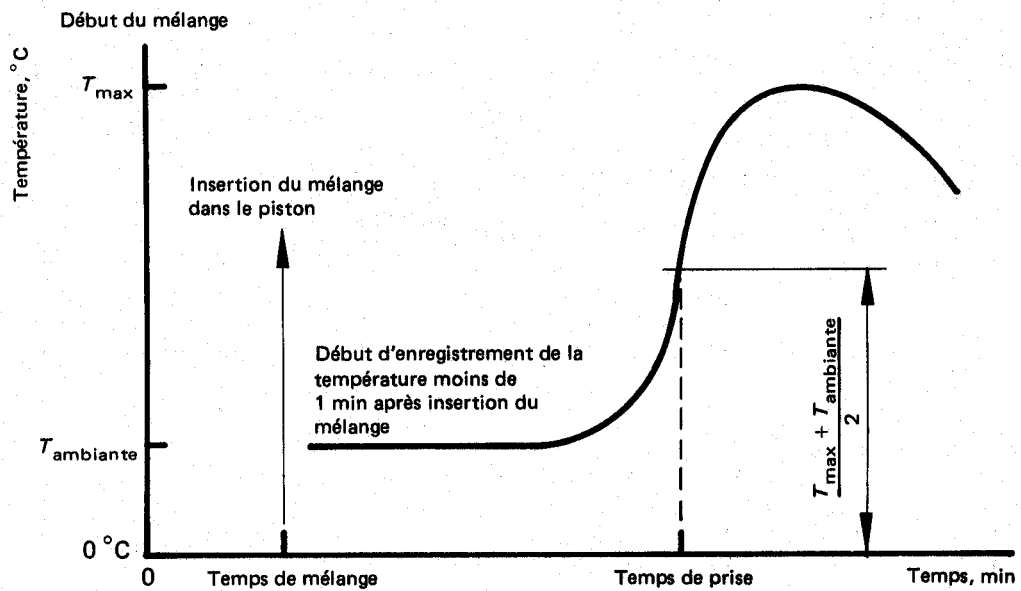
Dimensions en millimètres



Toutes les parties sont en polytétrafluoréthylène, poly(éthylène téréphtalate), polyoxyméthylène à haute densité.  
Toutes les dimensions sont données à ± 0,2, à moins d'indications contraires.

FIGURE 1 — Moule pour mesurage de l'accroissement exothermique de température

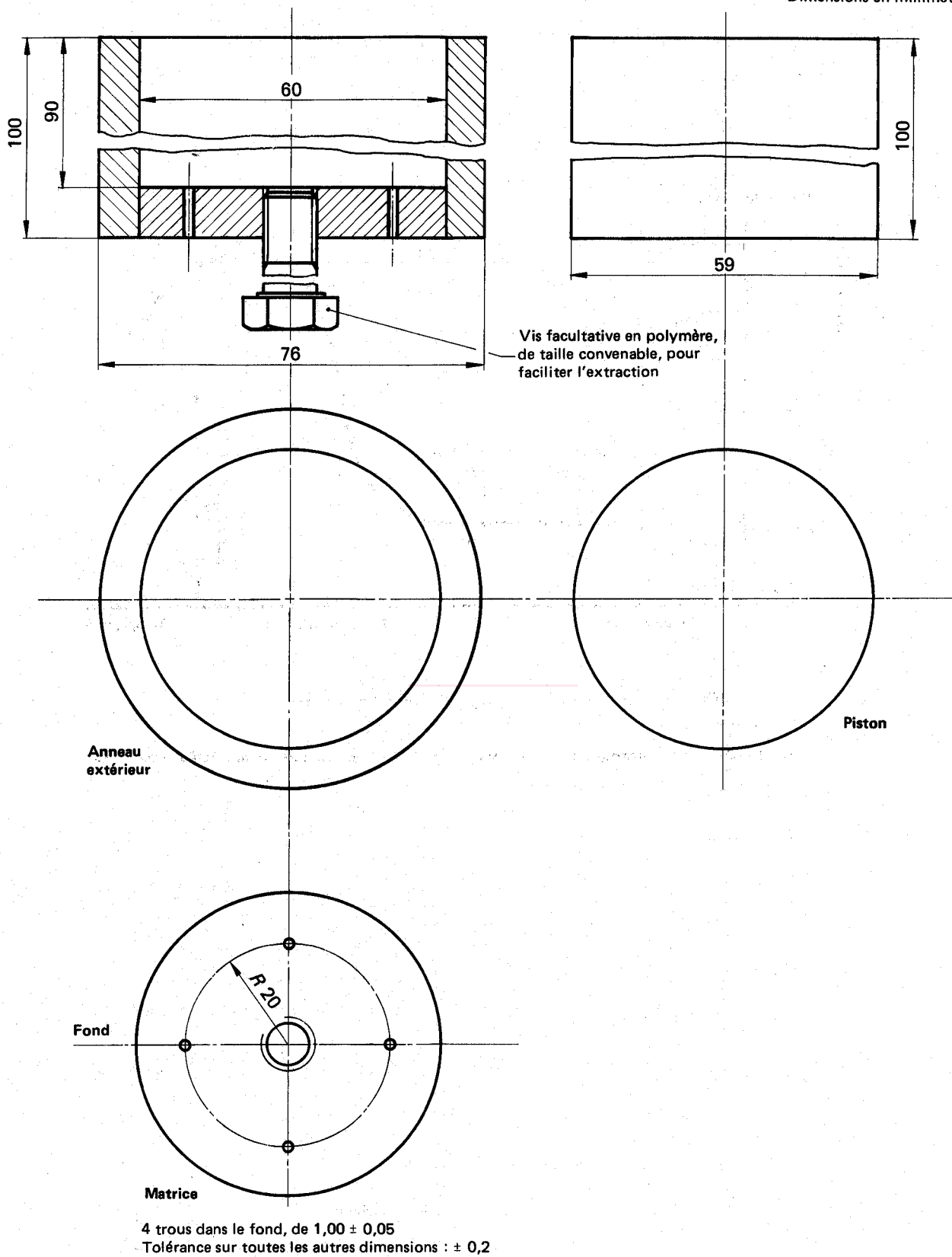




NOTE :  $\frac{T_{\max} + T_{\text{ambiante}}}{2} = T_{\text{ambiante}} + \frac{T_{\max} - T_{\text{ambiante}}}{2}$

FIGURE 2 – Diagramme théorique de la détermination de la température due à la réaction exothermique

Dimensions en millimètres



Toutes les parties sont en polytétrafluoréthylène, poly(éthylène téréphthalate), polyoxyméthylène, ou polyéthylène à haute densité.

FIGURE 3 – Moule pour mesurage d'intrusion