

---

Norme internationale



5834/1

---

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

---

**Implants chirurgicaux — Polyéthylène à très haute masse moléculaire —  
Partie 1 : Produits sous forme de poudre**

*Implants for surgery — Ultra-high molecular weight polyethylene — Part 1 : Powder form*

**Première édition — 1985-07-01**

---

**CDU 678.742.23-492 : 615.46**

**Réf. n° : ISO 5834/1-1985 (F)**

**Descripteurs :** matériel médical, implant chirurgical, polyéthylène, matière à mouler, produit en poudre, spécification, essai, étiquetage, matériel d'essai.

Prix basé sur 10 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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 5834/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 150, *Implants pour la chirurgie*.

---

# Implants chirurgicaux — Polyéthylène à très haute masse moléculaire —

## Partie 1 : Produits sous forme de poudre

### 1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5834 spécifie les exigences et les méthodes d'essais correspondantes pour les produits à mouler sous forme de poudre de polyéthylène à très haute masse moléculaire (UHMWPE), utilisés dans la fabrication d'implants chirurgicaux.

Elle ne s'applique pas aux produits finis.

### 2 Références

ISO 3856/5, *Peintures et vernis — Détermination de la teneur en métaux «solubles» — Partie 5 : Détermination du chrome hexavalent contenu dans la partie de pigment et de matière de charge de la peinture — Méthode spectrophotométrique à la diphénylcarbazine.*

ISO 3451/1, *Plastiques — Détermination du taux de cendres — Partie 1 : Méthodes générales.*

ASTM D 1601, *Standard method for dilute solution viscosity of ethylene polymers.*<sup>1)</sup>

ASTM F 648, *Standard specification for ultra-high-molecular-weight polyethylene powder and fabricated form for surgical implants.*<sup>1)</sup>

### 3 Définitions

Dans le cadre de la présente partie de l'ISO 5834, les définitions suivantes sont applicables.

**3.1 valeur d'écoulement (150/10) :** Contrainte de traction, en newtons par millimètre carré, nécessaire pour allonger de 600 % en 10 min la longueur entre repères de l'éprouvette dans un milieu approprié (par exemple de la glycérine) à la température de 150 °C, quand l'essai est exécuté conformément à

l'annexe A. La valeur d'écoulement ainsi obtenue est désignée «F (150/10)».

**3.2 contrainte de traction ( $\sigma$ ) :** Quotient de la force<sup>2)</sup> appliquée par le poids supplémentaire, diminuée de la poussée du liquide, par la section transversale d'origine de la partie entre repères de l'éprouvette.

NOTE — La très faible masse de la mâchoire inférieure peut être négligée.

### 4 Classification

Le matériau doit être classé en type A ou type B conformément aux limites d'impuretés indiquées en 7.1.

### 5 Fabrication

Le matériau doit être un homopolymère élaboré par polymérisation d'éthylène pur en recourant soit au procédé Ziegler, soit au procédé Philips.

Le produit en poudre livré au titre de chaque commande doit être identifié par le numéro de lot.

NOTE — Un «lot» correspond au produit sur lequel les essais ont été effectués et pour lequel des relevés discrets sont maintenus.

### 6 Propriétés d'écoulement

Pour les matériaux de type A et de type B, la valeur d'écoulement F (150/10), déterminée conformément à 8.1 et à l'annexe A, ne doit pas être inférieure à 0,2 N/mm<sup>2</sup>, ou la viscosité relative en solution du matériau, déterminée conformément à 8.2 et à l'annexe B, ne doit pas être inférieure à 1,95.

NOTE — La conformité à l'une des spécifications ci-dessus indique une masse moléculaire satisfaisante du polymère.

1) Ces références seront remplacées par des références aux Normes internationales appropriées lorsque celles-ci seront disponibles.

2) Calculé en multipliant la masse par l'accélération due à la pesanteur égale à 9,81 m/s<sup>2</sup>.

## 7 Limites d'impuretés

### 7.1 Cendres et éléments-trace

Le taux de cendres et les teneurs en titane, en aluminium, en calcium, en chlore, en chrome et en zirconium ne doivent pas être supérieurs aux valeurs maximales correspondantes données dans le tableau.

**Tableau — Taux maximal de cendres et teneurs maximales en éléments-trace admissibles dans les poudres à mouler en UHMWPE pour implants chirurgicaux**

Impuretés	Quantité maximale admissible mg/kg (ppm)		Méthode d'essai selon le paragraphe
	Type A	Type B	
Cendres	150	300	8.3
Titane	20	150	8.4
Aluminium	40	50	8.4
Calcium	50	100	8.4
Chlore	20	90	8.4
Chrome	<1	<1	8.4
Zirconium	<1	<1	8.4

### 7.2 Propreté particulière

Lorsque le matériau est contrôlé conformément à 8.5, on ne doit pas trouver plus de 10 particules d'impuretés pour 300 g de poudre à mouler.

## 8 Méthodes d'essais

### 8.1 Valeur d'écoulement

La valeur d'écoulement F (150/10) doit être déterminée conformément à l'annexe A.

### 8.2 Viscosité relative du matériau en solution

La viscosité relative du matériau en solution doit être déterminée conformément à l'annexe B, en utilisant une solution à 0,05 % de matériau dans de la décaline à 135 °C.

### 8.3 Taux de cendres

Le taux de cendres doit être déterminé conformément à l'ISO 3451/1, en soumettant chacun des deux échantillons à deux essais.

### 8.4 Éléments-trace

La teneur en chrome doit être déterminée conformément à l'ISO 3856/5. Les teneurs en autres éléments-trace énumérés dans le tableau doivent être déterminées conformément à l'ASTM F 648.

### 8.5 Propreté particulière

Mélanger quatre prises d'essai de 75 g de la poudre à mouler, chacune avec 400 ml de propanol-2, dans quatre fioles coniques de 1 000 ml. Agiter chaque fiole jusqu'à ce que la poudre soit bien dispersée. Cinq minutes après avoir cessé l'agitation, examiner les fioles à l'œil nu ou corrigé et compter le nombre de particules qui se sont déposées au fond de chaque fiole.

## 9 Certificat d'essai

Le fournisseur doit accompagner chaque livraison d'un certificat signé par le représentant dûment autorisé du fournisseur, attestant la conformité aux spécifications de la présente Norme internationale. Ce certificat doit énoncer les résultats des essais et doit contenir les indications suivantes :

- numéro de la commande;
- numéro de la présente Norme internationale (ISO 5834/1);
- numéro de lot;
- résultats des essais effectués selon les chapitres appropriés de la présente Norme internationale;
- indication du type de poudre, à savoir : Type A ou Type B;
- date(s) des essais.

## 10 Étiquetage

Chaque emballage de poudre à mouler doit porter, de façon claire, les indications suivantes :

- nom du fabricant ou marque commerciale;
- description du contenu, à savoir : poudre à mouler de polyéthylène à très haute masse moléculaire (UHMWPE);
- numéro de lot;
- masse du contenu;
- numéro de la commande;
- numéro de la présente Norme internationale (ISO 5834/1);

## Annexe A

### Méthode de détermination de la valeur d'écoulement d'un matériau à mouler en polyéthylène à très haute masse moléculaire (UHMWPE)

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

#### A.1 Objet et domaine d'application

La présente annexe spécifie une méthode de détermination de la valeur d'écoulement d'un matériau à mouler en UHMWPE sous forme de poudre.

NOTE — L'indice de fusion ne peut être déterminé pour ce matériau en raison de sa très haute masse moléculaire.

#### A.2 Principe

Six éprouvettes sont préparées à partir d'une plaque moulée par compression. Le temps nécessaire pour allonger la partie entre repères de l'éprouvette de 600 % à 150 °C est déterminé pour des charges croissantes de 110 à 300 gf échelonnées du premier au sixième essai.

#### A.3 Appareillage et matériaux

**A.3.1 Bêcher en verre de 3 000 ml** (1) <sup>1)</sup> d'un diamètre d'environ 150 mm et d'une hauteur d'environ 200 mm.

**A.3.2 Fluide chauffant** (2) (la glycérine peut convenir) pour remplir le bêcher (A.3.1).

**A.3.3 Plaque chauffante externe** (2) et élément chauffant (3) (serpentin ou résistance annulaire immergée).

**A.3.4 Thermomètre** (4).

**A.3.5 Plaque perforée** (5) posée près du fond du bêcher (A.3.1).

**A.3.6 Thermomètre en verre et à mercure** (6), gradué en échelons de 0,5 °C et étalonné pour mesurer les températures entre 148 °C et 152 °C.

**A.3.7 Potence** (7) et pinces pour tenir le porte-éprouvette (A.3.8).

**A.3.8 Porte-éprouvette** (8), conforme à la figure 3, avec dispositif d'arrêt (11).

**A.3.9 Jeu de poids** (10) de masses 110, 130, 160, 200, 250 et 300 g (respectivement  $m_1$ ,  $m_2$ ,  $m_3$ ,  $m_4$ ,  $m_5$  et  $m_6$ ), munis de crochets permettant de les suspendre au porte-éprouvette (A.3.8), tels que la hauteur des poids avec le crochet de suspension soit uniformément égale à 41,5 mm.

**A.3.10 Chronomètre**, précis à 0,1 s.

**A.3.11 Instruments de mesure**, de précision 0,02 mm, pour mesurer la largeur et l'épaisseur des éprouvettes (9), sur la partie entre repères.

#### A.4 Échantillon pour essai

Un échantillon représentatif, en quantité suffisante pour les essais à exécuter, doit être prélevé dans la poudre à mouler soumise aux essais.

#### A.5 Préparation des éprouvettes

##### A.5.1 Introduction

Les éprouvettes doivent être découpées à l'emporte-pièce dans des plaques moulées par compression, fabriquées comme indiqué en A.5.2.

##### A.5.2 Moulage par compression des plaques

###### A.5.2.1 Équipement et matériaux

**A.5.2.1.1 Presse hydraulique de laboratoire**, pouvant être chauffée et refroidie pour répondre aux conditions de moulage spécifiées en A.5.2.2.2.

**A.5.2.1.2 Moule de moulage par compression**, d'un diamètre intérieur de 140 mm environ.

**A.5.2.1.3 Feuille d'aluminium**, d'épaisseur 0,2 mm environ.

**A.5.2.1.4 Stabilisant** : mercapto-2 benzimidazole [ $C_6H_4NHC(SH)$ ], solution à 1 mol/l.

###### A.5.2.2 Mode opératoire

**A.5.2.2.1** Mélanger soigneusement l'échantillon pour essai de poudre à mouler avec 0,2 % ( $m/m$ ) de stabilisant.

NOTE — Cette addition devrait prévenir la formation de liaisons réticulaires.

**A.5.2.2.2** Tapisser le moule (A.5.2.1.2) en utilisant la feuille d'aluminium (A.5.2.1.3), puis remplir le moule d'une quantité

1) Les chiffres encadrés du chapitre A.3 se réfèrent au schéma de montage du dispositif d'essai représenté à la figure 2.

suffisante de poudre de manière à obtenir une plaque moulée par compression d'une épaisseur inférieure ou égale à 1,5 mm.

**A.5.2.2.3** À l'aide de la presse de laboratoire (A.5.2.1.1), confectionner une plaque en soumettant le moule rempli aux conditions suivantes :

- pression (au cours du chauffage et du refroidissement) 10 N/mm<sup>2</sup>;
- température (au cours du frittage) 200 °C;
- temps de frittage 30 min;
- temps de refroidissement 10 à 20 min.

### A.5.3 Découpage des éprouvettes à l'emporte-pièce

Dans la plaque moulée, découper au moins six éprouvettes aux dimensions conformes à celles indiquées à la figure 1.

## A.6 Mode opératoire

### A.6.1 Mesure de la section droite entre repères

Dans la partie entre repères, la largeur et l'épaisseur de chacune des six éprouvettes doivent être mesurées et notées à 0,02 mm près.

### A.6.2 Détermination

**A.6.2.1** Remplir le bécber (A.3.1) de glycérine et chauffer à 150 ± 2 °C.

**A.6.2.2** Fixer une éprouvette dans le porte-éprovette (A.3.8) comme indiqué à la figure 3, accrocher le poids  $m_1$  (voir A.3.9) au porte-éprovette et suspendre l'éprouvette et le poids dans le fluide chauffé, comme indiqué à la figure 2, le porte-éprovette étant maintenu par le dispositif d'arrêt de telle sorte que l'éprouvette ne supporte pas le poids accroché. Vérifier que la base du poids se trouve à 90 mm au-dessus de la plaque perforée (A.3.5).

**A.6.2.3** Cinq minutes après avoir plongé l'éprouvette dans le fluide chauffant, libérer le porte-éprovette du dispositif d'arrêt et, simultanément, mettre en marche le chronomètre (A.3.10).

**A.6.2.4** Au moment où le poids entraîné vers le bas touche la plaque perforée (A.3.5), arrêter le chronomètre et noter le temps nécessaire pour un allongement de 600 % de la longueur entre repères de l'éprouvette.

**A.6.2.5** Répéter la détermination décrite en A.6.2.1 à A.6.2.4 inclus, en utilisant tour à tour les poids  $m_2$ ,  $m_3$ ,  $m_4$ ,  $m_5$  et  $m_6$ .

NOTE — L'allongement des éprouvettes ne se produit pas à vitesse constante. Ce phénomène est représenté graphiquement à la figure 4. La courbe montre que l'allongement s'accélère lorsqu'il approche de 600 %.

### A.6.3 Nombre d'essais

Six essais doivent être effectués sur six éprouvettes provenant de la même plaque.

## A.7 Expression des résultats

Pour chacune des six déterminations séparées, la contrainte de traction  $\sigma_i$ , exprimée en newtons par millimètre carré, est donnée par l'équation

$$\sigma_i = \frac{m_i \times 9,81}{b_i \times S_i}$$

où

$m_i$  correspond à la masse  $m_1, m_2, \dots, m_6$ , en grammes;

$b_i$  correspond à la largeur  $b_1, b_2, \dots, b_6$ , en millimètres, de la partie entre repères de l'éprouvette;

$S_i$  correspond à l'épaisseur  $S_1, S_2, \dots, S_6$ , en millimètres, de la partie entre repères de l'éprouvette.

Sur une échelle log/log, porter la courbe donnant les efforts de traction, pour les six éprouvettes, en fonction de leurs temps respectifs d'allongement à 600 % notés en A.6.2.4 et A.6.2.5.

NOTE — Les six points tracés doivent s'aligner sur une même droite. Une dispersion excessive des points est indicative de la formation de liaisons réticulaires dans les éprouvettes soumises à l'essai. Dans ce cas, il convient de préparer d'autres éprouvettes en augmentant la quantité de stabilisant dans la poudre (voir A.5.2.2.1) et de répéter toute la série d'essais.

Tracer la droite de régression et lire sur cette courbe la contrainte de traction correspondant à une durée d'allongement de 10 min [F (150/10)].

## A.8 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) identification de la poudre à mouler en polyéthylène à très haute masse moléculaire soumise à l'essai, avec indication du type;
- b) valeur d'écoulement F (150/10), en newtons par millimètre carré;
- c) détails concernant toute dérogation à la méthode normalisée spécifiée dans la présente annexe;
- d) date de l'essai.

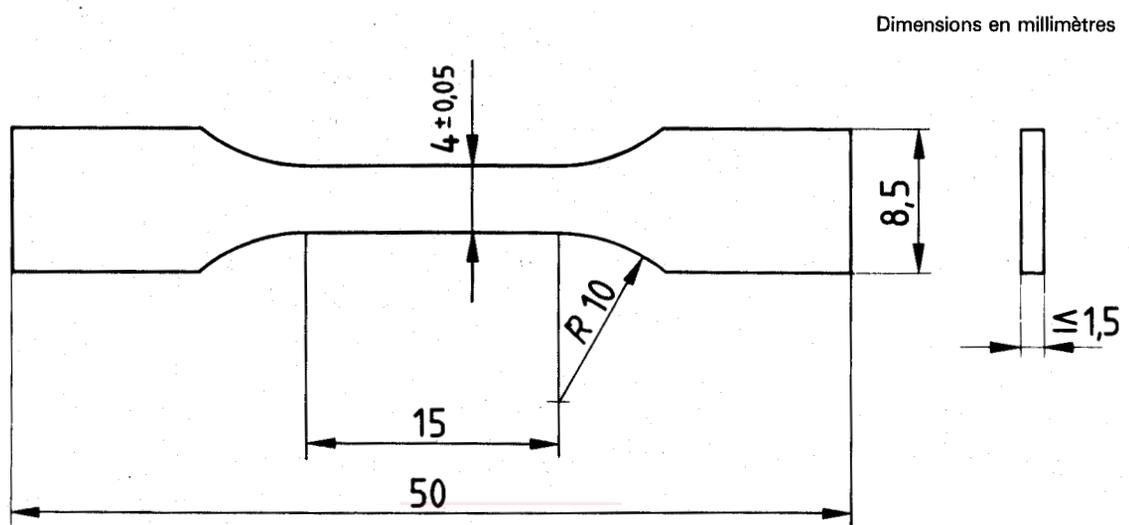


Figure 1 — Éprouvette

Dimension en millimètres

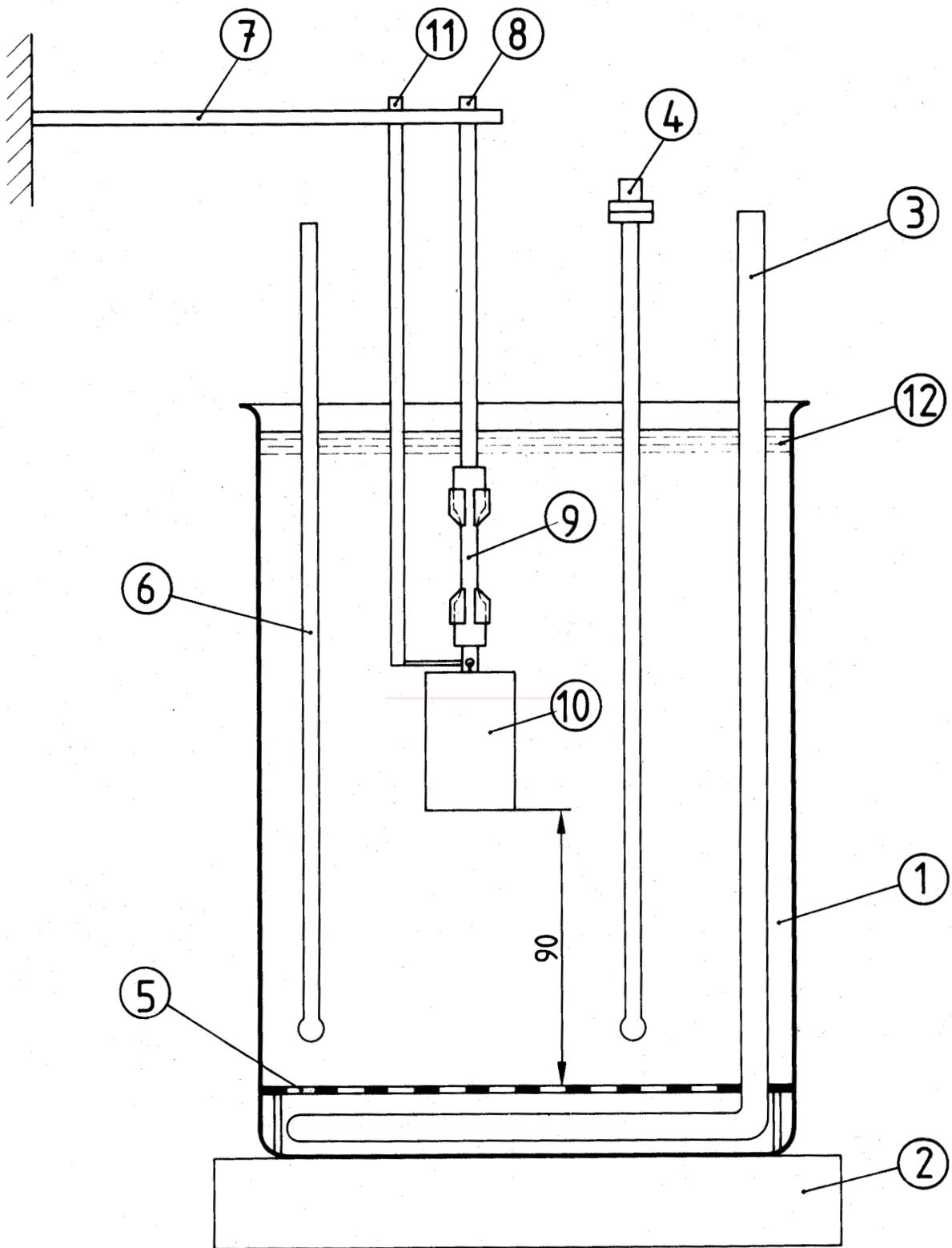


Figure 2 — Schéma de montage de l'appareillage en vue de la détermination de la valeur d'écoulement

Dimensions en millimètres

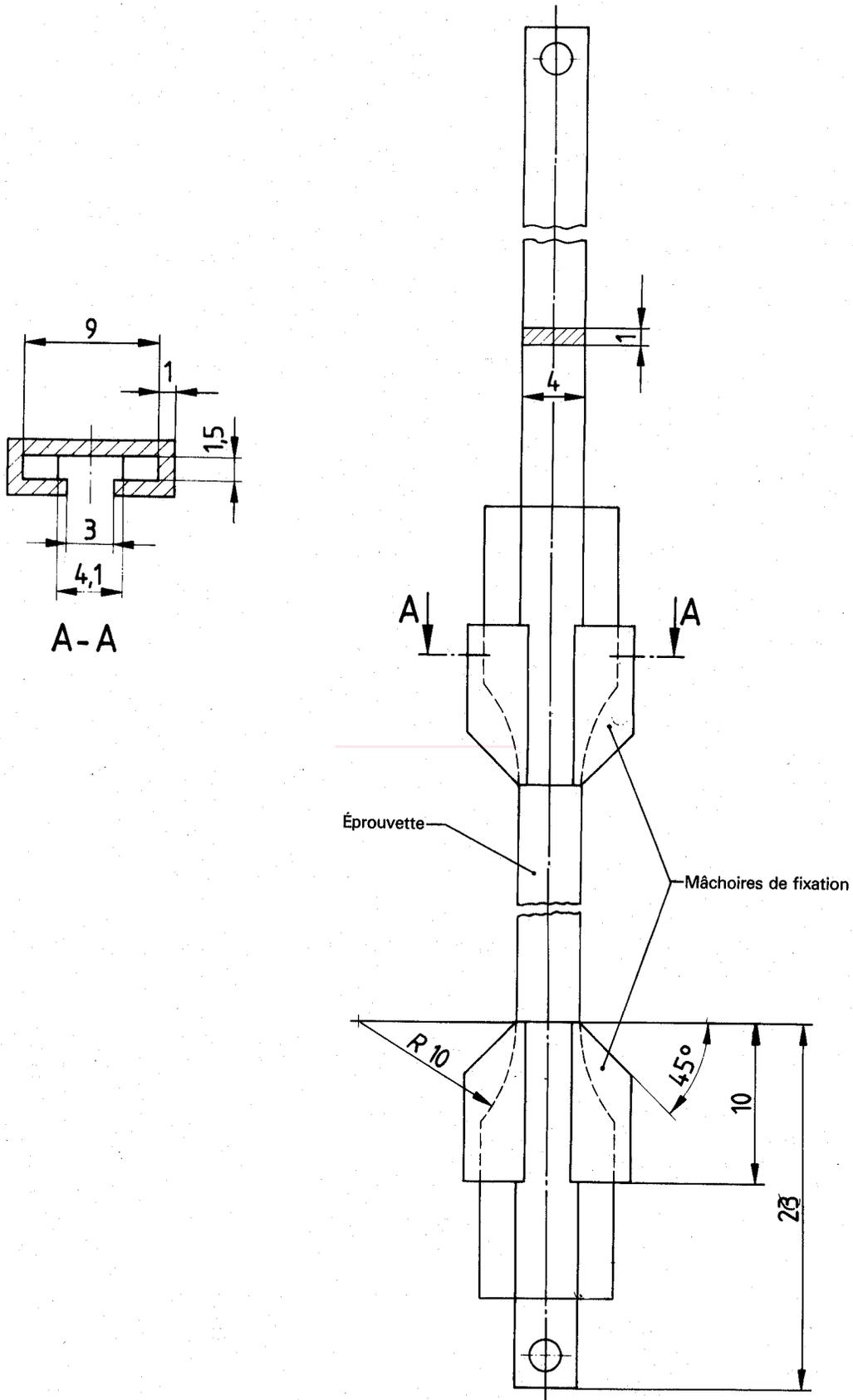


Figure 3 — Porte-échantillon

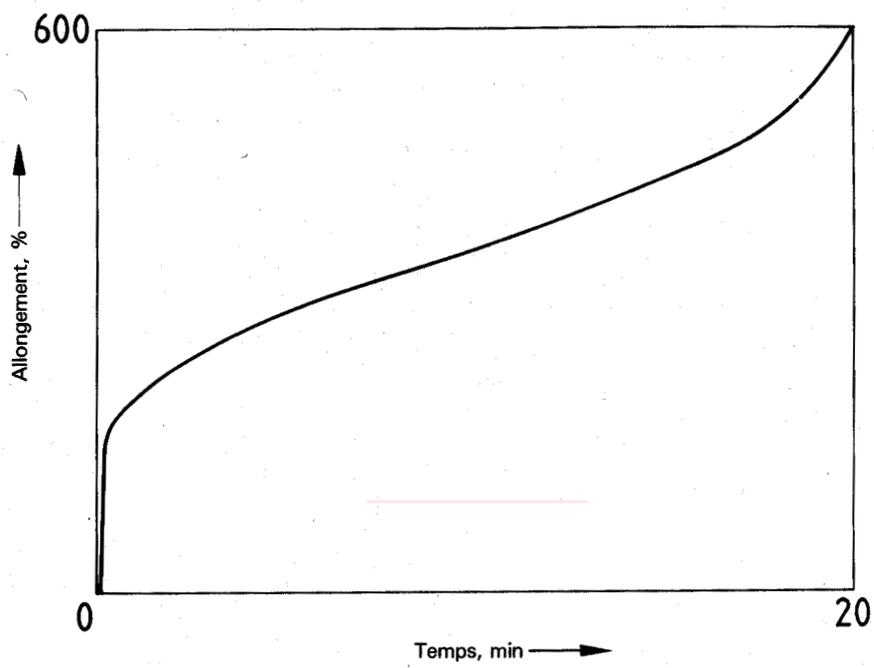


Figure 4 — Courbe type d'allongement en fonction du temps (représentation schématique)