
**Implants chirurgicaux — Produits céramiques
à base d'alumine de haute pureté**

Implants for surgery — Ceramic materials based on high purity alumina

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6474:1994

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0812c439-8edc-4607-b223-600026be3930/iso-6474-1994>



Sommaire

	Page
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives.....	1
3 Classification.....	1
4 Propriétés physiques et chimiques.....	1
5 Méthodes d'essai.....	1
5.1 Masse volumique apparente.....	1
5.2 Composition chimique.....	1
5.3 Microstructure.....	1
5.4 Résistance à la flexion biaxale.....	3
5.5 Résistance à l'usure.....	4

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6474:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0812c439-8edc-4607-b223-600026be3930/iso-6474-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0812c439-8edc-4607-b223-600026be3930/iso-6474-1994>

© ISO 1994

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case postale 56 ● CH-1211 Genève 20 ● Suisse

Imprimé en Suisse

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 en général 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. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 6474 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 150, *Implants chirurgicaux*, sous-comité SC 1, *Matériaux*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6474:1981), dont elle constitue une révision technique.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0812c459-8edc-4607-b223-600026be3930/iso-6474-1994>

Introduction

Il n'existe à ce jour aucun produit connu, utilisé dans la fabrication des implants chirurgicaux, qui n'exerce absolument aucun effet défavorable sur le corps humain. Cependant, une expérience clinique à long terme de l'utilisation du produit auquel la présente Norme internationale fait référence a montré que le risque de réaction est faible et que les avantages de son emploi compensent le facteur de risque. Il convient, de ce fait, de considérer que le risque encouru est acceptable.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6474:1994](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0812c439-8edc-4607-b223-600026be3930/iso-6474-1994)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0812c439-8edc-4607-b223-600026be3930/iso-6474-1994>

Implants chirurgicaux — Produits céramiques à base d'alumine de haute pureté

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes pour les produits céramiques à base d'alumine de haute pureté, biocompatibles et biostables, servant de substitut à l'os et utilisés comme éléments intercalaires, prothèses osseuses et éléments de prothèses d'articulation orthopédiques.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 468:1982, *Rugosité de surface — Paramètres, leurs valeurs et les règles générales de la détermination des spécifications.*

ISO 3611:1978, *Micromètres d'extérieur.*

ISO 5017:1988, *Produits réfractaires façonnés denses — Détermination de la masse volumique apparente, de la porosité ouverte et de la porosité totale.*

ISO 5436:1985, *Échantillons d'étalonnage — Instruments à palpeur — Type, étalonnage et emploi des échantillons.*

ASTM C573:1986, *Method for chemical analysis of fireclay and high-alumina refractories.*

ASTM E112:1988, *Methods for determining average grain size.*

3 Classification

Le produit doit être classifié de type A ou de type B.

Les produits céramiques de type A sont destinés aux implants utilisés pour des applications caractérisées par une charge élevée (par exemple, cas des surfaces porteuses des prothèses d'articulation) tandis que les produits de type B sont destinés aux implants utilisés pour des applications caractérisées par une faible charge (par exemple, cas des implants maxillofaciaux et de l'oreille moyenne).

4 Propriétés physiques et chimiques

Les propriétés des produits de type A et de type B doivent être celles indiquées dans le tableau 1.

5 Méthodes d'essai

5.1 Masse volumique apparente

La masse volumique apparente doit être déterminée conformément à l'ISO 5017.

5.2 Composition chimique

La composition chimique doit être déterminée soit conformément à l'ASTM C573, soit par une méthode équivalente. En cas de litige, la méthode décrite dans l'ASTM C573 doit être considérée comme étant la méthode de référence.

5.3 Microstructure

5.3.1 Principe

Pour décrire la microstructure, la taille moyenne des grains est déterminée en mesurant la taille moyenne des segments interceptés.

5.3.2 Appareillage

5.3.2.1 Appareils de meulage et de polissage, pour la préparation de surfaces planes et lisses.

Tableau 1 — Propriétés des produits de type A et de type B

Propriété	Unité	Prescription		Méthode d'essai conforme au paragraphe
		Type A	Type B	
Masse volumique apparente	g/cm ³	≥ 3,94	≥ 3,90	5.1
Composition chimique:				5.2
matière de base, Al ₂ O ₃	%	≥ 99,5		
additif de frittage, MgO	%	≤ 0,3		
teneur limite en impuretés, teneur totale en SiO ₂ + CaO + oxydes de métaux alcalins	%	≤ 0,1		
Microstructure:				5.3
longueur moyenne des segments interceptés	µm	≤ 4,5	≤ 7,0	
écart type	µm	≤ 2,6	≤ 3,5	
Résistance à la flexion biaxiale	MPa	≥ 250	≥ 150	5.4
Résistance à l'usure ¹⁾ : volume d'usure	mm ³	≥ 0,1	non applicable	5.5
1) Cet essai ne s'applique que si l'on prévoit de réaliser une articulation céramique sur céramique.				

5.3.2.2 Four, pouvant fonctionner à une température constante de 1 500 °C.

5.3.2.3 Microscope optique, permettant d'obtenir un grossissement de × 500 à × 1000.

NOTE 1 Si la taille moyenne des grains est supposée inférieure à 2 µm, l'utilisation d'un microscope optique à balayage peut être préférable.

5.3.3 Préparation des éprouvettes

5.3.3.1 Préparer les éprouvettes de céramique à base d'alumine en mettant en œuvre des méthodes représentatives des techniques de transformation qui doivent être utilisées pour produire les composants à usage chirurgical, en employant le même précurseur en poudre, la même technique de compression et les mêmes conditions de pression et de cuisson.

5.3.3.2 Rectifier une surface de façon à la rendre plane et la polir jusqu'à l'obtention d'un pourcentage de surface interprétable, exempte de rayures, d'au moins 90 %.

5.3.3.3 Graver les éprouvettes à l'air, à une température comprise entre 1 400 °C et 1 500 °C, pendant 1 h à 4 h.

Pour augmenter le contraste, la surface polie peut être métallisée avec une fine couche d'or.

5.3.4 Mode opératoire

À l'aide d'un microscope optique, examiner la microstructure sous un grossissement suffisant pour délimiter clairement les limites des grains. En se basant sur les lignes tracées sur des micrographes ou sur le déplacement de la platine du microscope, suivre la procédure générale donnée dans l'ASTM E112 pour mesurer les tailles individuelles des segments interceptés d'au moins 250 grains sur au moins six champs, sur des lignes suffisamment longues pour englober au moins 20 grains, suivant des directions aléatoires de mesurage. Calibrer le grossissement choisi en utilisant une grille ou un repère de visée certifié. À titre de solution de rechange, une platine micrométrique calibrée peut être utilisée.

5.3.5 Calcul des résultats

Calculer la taille moyenne des segments interceptés et l'écart type à partir des tailles individuelles des segments interceptés.

5.3.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit au moins comporter les informations suivantes:

- l'identité du produit céramique, le numéro du lot et les autres codes permettant d'identifier isolément les éprouvettes;
- la méthode de préparation des surfaces des éprouvettes, comportant des informations détaillées relatives à la méthode de meulage et de polissage employée;

- c) la taille moyenne du segment intercepté et son écart type, exprimés en micromètres.

5.4 Résistance à la flexion biaxiale

5.4.1 Principe

Placer un disque de matériau d'essai entre deux anneaux coaxiaux de diamètres inégaux, et appliquer une force de compression. Noter la force appliquée à la rupture du disque et calculer la contrainte de rupture.

5.4.2 Appareillage

5.4.2.1 Machine d'essai mécanique, permettant d'appliquer une charge de compression d'au moins 5 kN à une vitesse nominale de mise en charge de (500 ± 100) N·s⁻¹, équipée d'un dispositif permettant d'enregistrer la force maximale appliquée avec une précision supérieure à 1 %.

Le calibrage de la machine d'essai doit être réalisé conformément à des méthodes agréées, ASTM E4-83 par exemple.

5.4.2.2 Montage d'essai, comportant des anneaux de charge de diamètres inégaux, caractérisé par la géométrie type représentée à la figure 1. L'anneau porteur du montage doit avoir un diamètre de $(30 \pm 0,1)$ mm en contact avec l'éprouvette, et l'anneau de charge doit avoir un diamètre de $(12 \pm 0,1)$ mm en contact avec l'éprouvette. Le rayon de courbure de la surface des anneaux en contact avec l'éprouvette doit être de $(2 \pm 0,2)$ mm. Le montage doit être équipé d'un dispositif permettant d'aligner les anneaux porteur et de charge et l'éprouvette sur un même axe à $\pm 0,2$ mm près.

Les anneaux doivent, de préférence, être en acier durci ($> HV 500$ ou $> HRC 40$) pour réduire au minimum les dommages ou la rugosité engendrés par la rupture des éprouvettes.

Pour compenser les petites différences par rapport à la planéité superficielle des éprouvettes, intercaler une plaque de caoutchouc, ayant une épaisseur de $(0,6 \pm 0,1)$ mm et une dureté Shore de 60 ± 5 , entre l'anneau porteur et l'éprouvette, ainsi qu'un morceau de papier entre l'éprouvette et l'anneau de charge.

5.4.2.3 Micromètre conforme à l'ISO 3611 et ayant une précision de mesure de $\pm 0,01$ mm.

5.4.3 Préparation des éprouvettes

5.4.3.1 Préparer des tranches ou des disques de matériau d'essai en utilisant des méthodes représen-

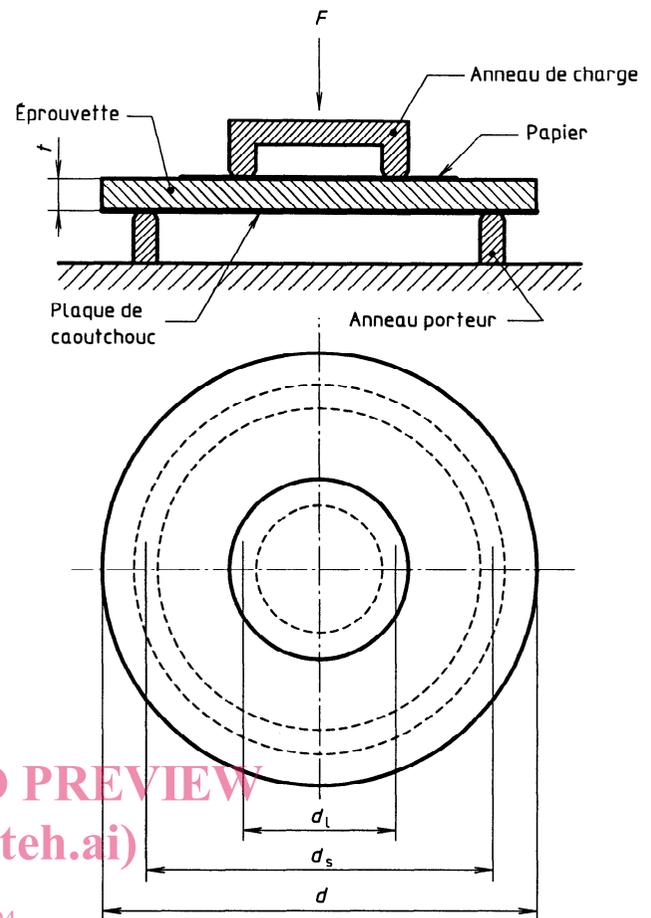


Figure 1 — Schéma du dispositif d'essai de flexion biaxiale utilisant un anneau de charge et un anneau porteur concentriques

tatives des méthodes de production des composants à usage chirurgical, le même précurseur en poudre, la même technique de compression et les mêmes conditions de pression et de cuisson.

5.4.3.2 Les éprouvettes (voir figure 1) doivent être des plaques circulaires de (36 ± 1) mm de diamètre et de $(2 \pm 0,1)$ mm d'épaisseur. La surface à soumettre à l'essai doit être brute de frittage.

5.4.3.3 Préparer au moins 10 éprouvettes pour déterminer la résistance moyenne, ou au moins 30 éprouvettes si une analyse statistique de Weibull est nécessaire.

5.4.4 Mode opératoire

NOTE 2 Ce mode opératoire peut également être appliqué aux éprouvettes ayant été soumises à des traitements de surface non conformes à 5.4.3, par exemple meulées ou polies. Dans tous les cas, consigner la méthode de préparation conformément aux indications de 5.4.6 b).

5.4.4.1 Mesurer le diamètre de l'éprouvette à 0,1 mm près et son épaisseur à 0,05 mm près, dans chaque cas à au moins trois emplacements aléatoires. Calculer le diamètre moyen et l'épaisseur moyenne.

5.4.4.2 Placer la plaque de caoutchouc sur l'anneau porteur du montage. Poser l'éprouvette sur la plaque en positionnant la surface à essayer sur la plaque de caoutchouc et centrer. Placer un disque de papier sur la partie supérieure de l'éprouvette et positionner l'anneau de charge sur le papier, puis centrer par rapport à l'éprouvette et à l'anneau porteur.

5.4.4.3 Placer le montage d'essai dans la machine d'essai et appliquer sur le montage une force de compression en augmentation constante en adoptant une vitesse de mise en charge de $(500 \pm 100) \text{ N}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à ce que l'éprouvette se rompe. Noter la charge à la rupture.

5.4.4.4 Examiner les fragments afin de déterminer l'origine de la rupture. Si la rupture s'est produite à plus de 0,5 mm et vers l'extérieur par rapport à l'espace délimité par le diamètre intérieur de l'anneau de charge, noter cet état de fait dans le rapport d'essai (voir 5.4.6). Pour calculer la contrainte de rupture, supposer que la rupture a eu lieu à l'intérieur de l'espace délimité par le diamètre intérieur de l'anneau de charge. Utiliser ce résultat lors du calcul de la résistance moyenne du lot pour essai.

5.4.4.5 Répéter ce mode opératoire pour chacune des éprouvettes du lot.

5.4.5 Calcul des résultats

Pour chaque éprouvette, calculer la contrainte nominale de rupture σ , exprimée en mégapascals, d'après la formule

$$\sigma = \frac{3F}{2\pi t^2} \left[(1+\nu) \ln \left(\frac{d_s}{d_1} \right) + (1-\nu) \left(\frac{d_s^2 - d_1^2}{2d^2} \right) \right]$$

où

- F est la force appliquée à la rupture, en newtons;
- t est l'épaisseur moyenne de l'éprouvette, en millimètres;
- d_s est le diamètre moyen de l'anneau de charge (surface de contact), en millimètres;
- d_1 est le diamètre moyen de l'anneau porteur (surface de contact), en millimètres;
- d est le diamètre de l'éprouvette, en millimètres;
- ν est le coefficient de Poisson pour l'alumine qui, dans le cadre de cet essai, doit être égal à 0,25.

Calculer la contrainte moyenne de rupture et l'écart type pour le lot d'éprouvettes.

5.4.6 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit au moins comporter les informations suivantes :

- a) l'identité du produit céramique, le numéro du lot ou les autres codes permettant d'identifier isolément les éprouvettes;
- b) la méthode de préparation des éprouvettes, ainsi que des informations détaillées relatives à la méthode d'usinage employée pour préparer les surfaces d'essai (voir 5.4.3.1);
- c) la valeur moyenne, l'écart type des contraintes de rupture, ainsi que les résultats statistiques de l'analyse de Weibull. L'emplacement du point de rupture des éprouvettes doit être noté s'il est situé à plus de 0,5 mm au-delà de l'espace délimité par le diamètre de l'anneau de charge.

5.5 Résistance à l'usure

5.5.1 Principe

Une charge constituée d'un anneau en céramique à base d'alumine est placée sur une plaque d'alumine plane et mise en rotation suivant un arc de $\pm 25^\circ$ à une fréquence de 1 Hz, pendant une période déterminée, en utilisant de l'eau comme milieu environnant. On détermine le volume de la trace d'usure sur le disque et la valeur ainsi obtenue est considérée comme étant une mesure de la résistance à l'usure pour les besoins de la présente spécification.

5.5.2 Appareillage

5.5.2.1 Dispositif d'essai oscillant anneau/disque permettant de positionner l'éprouvette annulaire concentriquement par rapport à l'éprouvette discoïdale (figure 2). L'éprouvette annulaire doit pouvoir subir une rotation oscillatoire autour d'un axe fixe suivant un angle de rotation de $\pm 25^\circ$ à une fréquence 1 Hz en utilisant une accélération sinusoïdale ou quasi sinusoïdale au moment du changement de sens. Le dispositif de maintien du disque doit comporter un joint universel, afin de garantir que le plan de la surface du disque coïncide en permanence avec celui de la surface annulaire.

5.5.2.2 Dispositif d'essai profilométrique, par exemple un palpeur diamanté sans patin, pour déterminer le volume de matériau usé à la surface de l'éprouvette discoïdale. Ce dispositif doit permettre de calculer l'aire de la section transversale de la trace

d'usure, à partir de la valeur de mesure obtenue pour le profil.

5.5.3 Préparation des éprouvettes

5.5.3.1 Préparer des lingots ou des disques de matériau pour essai en utilisant des méthodes représentatives des méthodes de production des composants à usage chirurgical, le même précurseur en poudre, la même technique de compression et les mêmes conditions de pression et de cuisson. Préparer au moins cinq paires d'éprouvettes.

5.5.3.2 Il convient que les éprouvettes (voir figure 3) aient les dimensions suivantes.

Surface de contact de l'éprouvette annulaire:

— diamètre intérieur = $(14_{-0,1}^0)$ mm

— diamètre extérieur = $(20_{-0,1}^0)$ mm

Surface de contact de l'éprouvette discoïdale:

— Diamètre ≥ 25 mm

Les autres dimensions des éprouvettes peuvent cependant être choisies librement en fonction de la conception du dispositif d'essai.

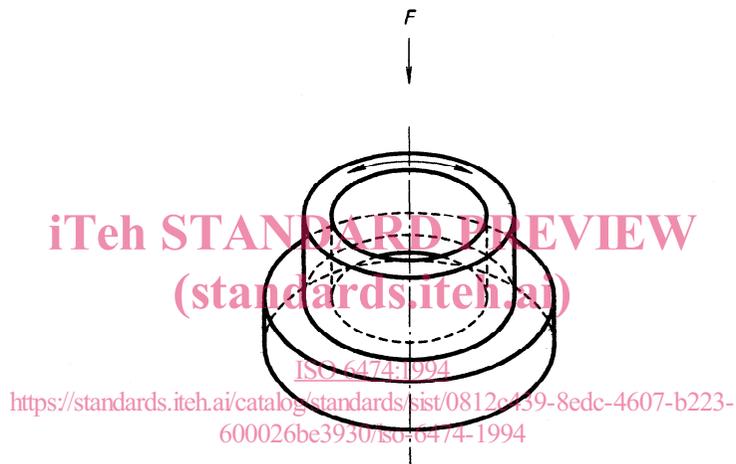


Figure 2 — Schéma représentant le dispositif d'essai d'usure anneau/disque

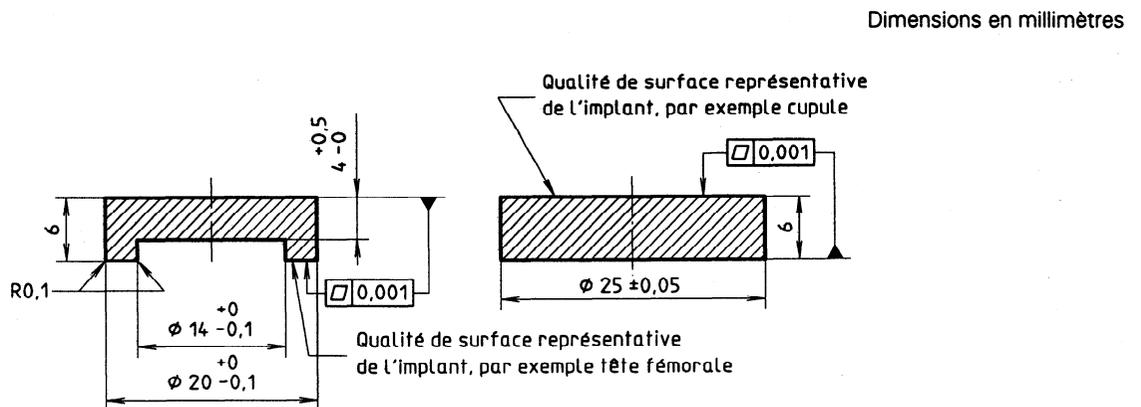


Figure 3 — Géométrie des éprouvettes annulaire et discoïdale et définition des dimensions nécessaires