
**Implants chirurgicaux — Produits
céramiques à base de zirconie tétraogonale
stabilisée à l'oxyde d'yttrium (Y-TZP)**

*Implants for surgery — Ceramic materials based on yttria-stabilized
tetragonal zirconia (Y-TZP)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13356:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997>



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 13356 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 150, *Implants chirurgicaux*, sous-comité SC 1, *Matériaux*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13356:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997>

© ISO 1997

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

Internet central@iso.ch

X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

Introduction

On ne connaît pas de matériaux constitutifs d'implants chirurgicaux qui n'entraînent absolument aucune réaction défavorable sur l'organisme humain. Cependant, les expériences d'utilisations cliniques de longue durée du matériau cité dans la présente Norme internationale, ont montré qu'il est possible d'obtenir un niveau acceptable de réponse biologique si le matériau en question est utilisé pour des applications appropriées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13356:1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13356:1997

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997>

Implants chirurgicaux – Produits céramiques à base de zircone tétragonale stabilisée à l'oxyde d'yttrium

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit d'une part les caractéristiques d'une céramique à base de zircone tétragonale stabilisée à l'oxyde d'yttrium, biocompatible et biostable, servant de substitut à l'os et utilisée comme matériau constitutif des implants chirurgicaux, et d'autre part la méthode d'essai correspondante.

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.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997>

ISO 3611:1978, *Micromètres d'extérieur*. [9c449ac5c9c0/iso-13356-1997](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cd390ccf-50ed-4f74-b9ce-9c449ac5c9c0/iso-13356-1997)

ISO 5017:—¹⁾, *Produits réfractaires façonnés denses — Détermination de la masse volumique apparente, de la porosité ouverte et de la porosité totale*.

EN 843-1:1995, *Céramiques techniques avancées — Céramiques monolithiques — Propriétés mécaniques à température ambiante — Partie 1: Détermination de la résistance à la flexion*.

ASTM E 112:1995, *Estimating the average grain size*.

ASTM C 323:1956(1995), *Test methods for chemical analysis of ceramic witheware clays*.

ASTM C 373:1988, *Test method for water absorption, bulk density, apparent porosity and apparent specific gravity of fired witheware products*.

ASTM C 573:1981(1990), *Chemical analysis of fireclay and high-alumina refractories*.

ASTM C 1161:1994, *Test method for strength of advanced ceramics at ambient temperature*.

NOTE — Les références ASTM seront remplacées par des références aux Normes internationales appropriées dès que celles-ci seront disponibles.

3 Propriétés physiques et chimiques

Lorsque les propriétés physiques et chimiques font l'objet des essais prescrits dans l'article 4, elles doivent être conformes aux valeurs indiquées dans le tableau 1.

1) À publier. (Révision de l'ISO 5017:1988)

Tableau 1 — Propriétés physiques et chimiques

Propriété	Unité	Exigence	Méthode d'essai selon
Masse volumique apparente	g/cm ³	≥ 6,00	4.1
Composition chimique: ZrO ₂ + HfO ₂ + Y ₂ O ₃ Y ₂ O ₃ Hf ₂ O ₃ Al ₂ O ₃ autres oxydes	fraction massique en pour cent	> 99,0 4,5 à 5,4 ≤ 5 < 0,5 < 0,5	4.2
Microstructure: longueur moyenne du segment intercepté	µm	≤ 0,6	4.3
Résistance 1) flexion biaxiale ou flexion en 4 points	MPa	≥ 500 ≥ 800	4.4 4.5
1) Mesurée sur 10 échantillons minimum.			
NOTE — Il convient que la radioactivité, définie comme étant la somme de l'activité massique de ²³⁸ U, ²²⁶ Ra, ²³² Th et déterminée par spectroscopie gamma sur de la poudre prête à l'emploi, soit inférieure à 200 Bq/kg. Cette valeur sera à nouveau discutée lors de la prochaine révision de la présente Norme internationale basée sur les données de radioactivité d'une usine d'implant céramique.			

4 Méthodes d'essai

4.1 Masse volumique apparente

La masse volumique apparente doit être déterminée conformément à l'ISO 5017, à l'ASTM C 373 ou à l'ASTM E 112.

4.2 Composition chimique

La composition chimique doit être déterminée conformément à l'ASTM C 323 ou à l'ASTM C 573 ou par toute autre méthode équivalente.

4.3 Microstructure

4.3.1 Principe

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

4.3.2 Appareillage

4.3.2.1 **Dispositifs de meulage et de polissage**, pour préparer des surfaces planes et lisses.

4.3.2.2 **Four**, capable de maintenir une température de 1 400 °C.

4.3.2.3 Microscope électronique à balayage.

4.3.3 Préparation de l'éprouvette

Préparer des éprouvettes en céramique à base de zircon en utilisant des méthodes représentatives de la méthode de fabrication des composants chirurgicaux et en utilisant les mêmes poudre, technique de compactage et conditions de pression et de cuisson.

Meuler l'une des surfaces de façon à la rendre plane et la polir jusqu'à obtention d'une surface analysable d'au moins 90 %; la graver thermiquement à une température type d'environ 1 300 °C à 1 400 °C, pendant 30 min à 60 min.

Recouvrir la surface polie d'une fine couche métallique.

NOTE — Une couche en or ou en alliage or/platine peut être utilisée.

4.3.4 Mode opératoire

Observer la microstructure au microscope électronique à balayage avec un grossissement suffisant pour identifier clairement les limites des grains. En se servant de traits tracés sur les micrographies ou en déplaçant la platine, se conformer à la méthode générale de l'ASTM E 112 pour mesurer la longueur de chaque segment intercepté pour au moins 250 grains au total, sur au moins six champs de vision, le long de droites suffisamment longues pour couvrir au moins 20 grains, suivant des orientations aléatoires de mesurage. Étalonner le grossissement retenu en utilisant un réseau quadrillé ou un repère de visée certifié. Une autre solution consiste à utiliser un micromètre étalonné.

4.3.5 Calcul des résultats

Calculer la longueur moyenne des segments interceptés et l'écart-type à partir des longueurs individuelles des segments interceptés.

4.3.6 Rapport d'essai

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

- l'identité du matériau céramique et des précisions relatives au numéro de lot ou à tout autre code permettant, sans équivoque, d'identifier les éprouvettes;
- le mode de préparation des éprouvettes, y compris des précisions concernant la méthode d'usinage utilisée pour préparer les surfaces d'essai, et la méthode de gravage;
- la longueur moyenne des segments interceptés et son écart-type, exprimés en micromètres.

4.4 Résistance à la flexion biaxiale

4.4.1 Principe

Un disque de matériau à soumettre à l'essai est placé entre deux anneaux coaxiaux de diamètres différents et un effort en compression est appliqué. La force appliquée à la rupture du disque est enregistrée et la contrainte de rupture est calculée.

4.4.2 Appareillage

4.4.2.1 Machine d'essai mécanique, permettant d'appliquer une charge en compression d'au moins 5 kN à une vitesse nominale de mise en charge de (500 ± 100) N/s, et équipée d'un dispositif d'enregistrement de la force maximale appliquée, caractérisé par une précision supérieure à 1 %. L'étalonnage du dispositif de mesurage de la force doit être effectué conformément à des méthodes reconnues (par exemple celle de l'ISO 7500-1).

4.4.2.2 Montage d'essai, comprenant des anneaux de charge de différents diamètres, dont une forme type est représentée à la figure 1. Le diamètre de l'anneau porteur en contact avec l'éprouvette doit être de $(30 \pm 0,1)$ mm et le diamètre moyen de l'anneau de charge, également en contact avec l'éprouvette, doit être de $(12 \pm 0,1)$ mm. Le rayon de courbure de la surface des anneaux en contact avec l'éprouvette doit être de $(2,0 \pm 0,2)$ mm. Le montage doit comporter un dispositif de centrage permettant d'aligner les anneaux porteurs et de charge ainsi que l'éprouvette sur un axe commun, avec une précision de $\pm 0,2$ mm. Il est recommandé d'utiliser, de préférence, des anneaux en acier trempé (de dureté supérieure à HV 500 ou à HRC 40) en vue de réduire au minimum tout dommage ou toute rugosité engendré(e) par la rupture de l'éprouvette.

Pour s'affranchir des petites irrégularités de surface des éprouvettes, une plaque de caoutchouc de $(0,6 \pm 0,1)$ mm d'épaisseur, ayant une dureté Shore de 60 ± 5 , doit être intercalée entre l'anneau porteur et l'éprouvette, et une feuille de papier doit être placée entre l'éprouvette et l'anneau de charge.

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

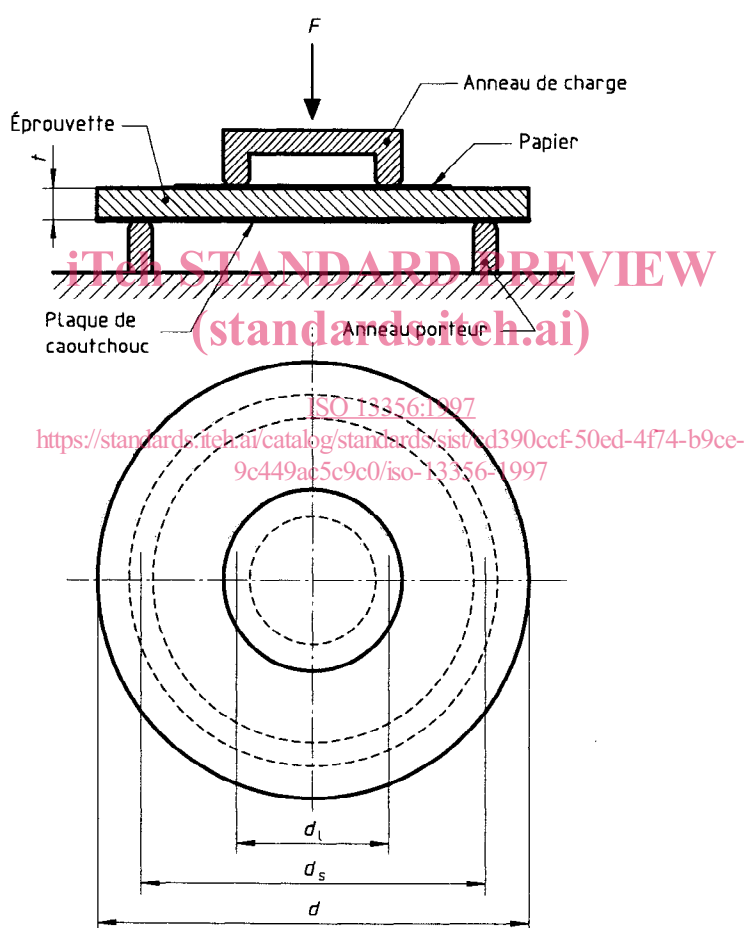


Figure 1 — Schéma représentant le dispositif d'essai de flexion biaxiale utilisant un anneau de charge et un anneau porteur concentriques

4.4.3 Préparation de l'éprouvette

Préparer des lingots ou disques de céramique à base de zircon en utilisant des méthodes représentatives de la méthode de fabrication des composants chirurgicaux et en utilisant les mêmes poudre, technique de compactage et conditions de pression et de cuisson.

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

Au moins 10 éprouvettes doivent être préparées pour la détermination de la résistance moyenne ou au moins 30 éprouvettes si une analyse statistique de Weibull est requise.

4.4.4 Mode opératoire

Mesurer le diamètre de l'éprouvette à 0,1 mm près et son épaisseur à 0,01 mm près, chacun à au moins trois emplacements différents choisis aléatoirement. Calculer le diamètre et l'épaisseur moyens.

Placer la plaque de caoutchouc sur l'anneau support du montage d'essai et y poser l'éprouvette en veillant à mettre la surface à soumettre à l'essai en contact avec le caoutchouc, puis centrer l'éprouvette. Couvrir le sommet de l'éprouvette d'un disque de papier, puis poser l'anneau de charge sur le papier en le centrant par rapport à l'éprouvette et à l'anneau support.

Appliquer au montage une force de compression en augmentation constante, à une vitesse de mise en charge de (500 ± 100) N/s jusqu'à rupture de l'éprouvette. Enregistrer la charge à la rupture.

Examiner les morceaux ainsi obtenus afin de déterminer l'origine de la rupture. Si celle-ci coïncide avec un point situé à plus de 0,5 mm hors de la zone délimitée par l'anneau de charge, consigner cet état de fait dans le rapport d'essai (4.4.6). Pour les besoins du calcul de la contrainte de rupture, supposer que la rupture se produit dans l'espace délimité par le bord intérieur de l'anneau de charge. Ne pas rejeter le résultat lors du calcul de la résistance moyenne du lot soumis à l'essai.

Répéter ce mode opératoire avec chaque éprouvette du lot.

4.4.5 Calcul des résultats

Pour chaque éprouvette, calculer la contrainte nominale de rupture, σ , exprimée en MPa, à l'aide de la formule suivante:

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

où

- F est la force appliquée au moment de la rupture, en newtons;
- t est l'épaisseur moyenne de l'éprouvette, en millimètres;
- d_s est le diamètre moyen de l'anneau porteur (en contact avec l'éprouvette), en millimètres;
- d_1 est le diamètre moyen de l'anneau de charge (en contact avec l'éprouvette), en millimètres;
- d est le diamètre de l'éprouvette, en millimètres;
- ν est le nombre de Poisson de la zircone (valeur supposée de 0,3).

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

4.4.6 Rapport d'essai

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

- a) l'identité du matériau céramique et des précisions relatives au numéro du lot ou à tout autre code permettant, sans équivoque, d'identifier les éprouvettes;