

---

---

**Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite —  
Partie 4:  
Détermination de la résistance à l'adhésion  
du revêtement**

*Implants for surgery — Hydroxyapatite —  
Part 4: Determination of coating adhesion strength*  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 13779-4:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 13779-4:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002>

© ISO 2002

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.ch](mailto:copyright@iso.ch)  
Web [www.iso.ch](http://www.iso.ch)

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 13779 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 13779-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 150, *Implants chirurgicaux*, sous-comité SC 1, *Matériaux*.

L'ISO 13779 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite*:

- (standards.iteh.ai)
- <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002>
- *Partie 1: Céramique à base d'hydroxyapatite*
  - *Partie 2: Revêtements à base d'hydroxyapatite*
  - *Partie 3: Analyse chimique et caractérisation de la cristallinité et de la phase de pureté*
  - *Partie 4: Détermination de la résistance à l'adhésion du revêtement.*

Les parties qui suivront traiteront d'autres aspects importants concernant les matériaux pour implants à base d'hydroxyapatite.

## Introduction

Il n'existe pas actuellement de matériau pour implants chirurgicaux complètement exempt de réaction indésirable sur le corps humain. Cependant, une longue expérience clinique de l'utilisation du matériau faisant l'objet de la présente partie de l'ISO 13776 a démontré que, si le matériau est utilisé pour des applications appropriées, la réponse biologique peut être d'un niveau acceptable.

La réponse biologique vis-à-vis de la céramique à base d'hydroxyapatite a été mise en évidence par l'étude à long terme de l'utilisation clinique et par des études en laboratoire. Voir la Bibliographie pour toute information complémentaire.

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13779-4:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002>

# Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite —

## Partie 4:

## Détermination de la résistance à l'adhésion du revêtement

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13776 spécifie des méthodes d'essai pour le mesurage de la résistance à l'adhésion de revêtements à base d'hydroxyapatite pour utilisation sur des composants d'implants chirurgicaux.

### 2 Référence normative

Le document normatif suivant contient des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 13779. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 13779 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 7500-1:1999, *Matériaux métalliques — Vérification des machines pour essais statiques uniaxiaux — Partie 1: Machines d'essai de traction/compression — Vérification et étalonnage du système de mesure de charge*  
[ISO 13779-4:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002)

### 3 Termes et définitions

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002>

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 13779, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### **céramique à base d'hydroxyapatite**

hydroxyapatite agglomérée en une masse cristalline cohérente obtenue par frittage à une température entraînant la fusion des cristaux

[ISO 13779-1]

#### 3.2

##### **revêtement**

couche de matériau déposée sur une surface métallique ou non métallique par un procédé thermique ou par un procédé utilisant la vapeur ou l'eau

#### 3.3

##### **hydroxyapatite**

composé chimique ayant une structure cristallographique caractérisée dans la fiche PDF 9-432 de l'International Committee for Diffraction Data, ICDD, Newton Square, Pennsylvania, États-Unis

NOTE La formule chimique est  $\text{Ca}_5(\text{OH})(\text{PO}_4)_3$ .

[ISO 13779-1]

**3.4  
frittage**

procédé utilisé pour la fabrication de céramiques, consistant en une réduction significative, par chauffage, de la surface totale des particules et de leur volume apparent, afin d'obtenir une densification entraînant une amélioration des propriétés mécaniques

[ISO 13779-1]

**4 Détermination de la résistance à l'adhésion du revêtement d'hydroxyapatite**

**4.1 Principe**

La résistance à l'adhésion du revêtement est déterminée en appliquant une force de traction uniaxiale à un assemblage cylindrique constitué d'une éprouvette revêtue d'hydroxyapatite collée à un élément non revêtu.

**4.2 Appareillage**

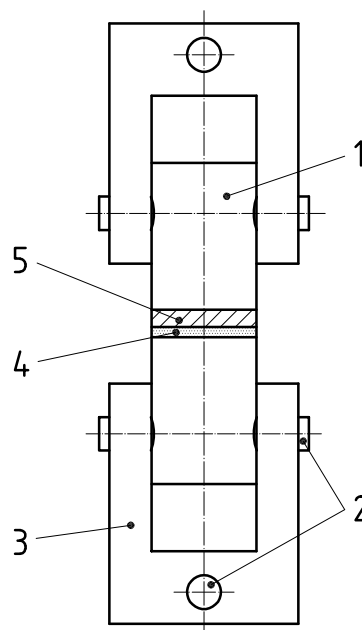
**4.2.1 Machine d'essai mécanique**, de capacité de charge d'au moins 30 kN et d'exactitude  $\pm 2\%$  de la pleine échelle. La force de traction doit être appliquée perpendiculairement au plan du revêtement.

La vérification et l'étalonnage du système à mesurer la force doit être en conformité avec l'ISO 7500-1.

**4.2.2 Montage**, utilisé pour transmettre la charge de la machine d'essai à l'assemblage.

Le montage doit être tel que l'axe de l'assemblage ne dévie pas par rapport à celui de la machine d'essai de plus de  $\pm 1^\circ$  et  $\pm 0,1$  mm, pour que le plan d'essai du revêtement soit perpendiculaire à la charge axiale. Le résultat doit être invalidé si la charge de l'assemblage est décentrée.

Le montage illustré à la Figure 1, constitué d'un bâti et de deux axes de fixation, satisfait à ces exigences. L'éprouvette revêtue et l'élément non revêtu sont tous deux fixés par deux axes de fixation perpendiculaires pour réduire le risque de décentrage de la charge. Les dimensions du montage spécifiées au Tableau 1 conviennent pour les essais sur des revêtements dont le pouvoir adhérent ou la résistance à la cohésion prévu(e) est de 50 Mpa au maximum.



**Légende**

- 1 Assemblage
- 2 Axes de fixation
- 3 Bâti
- 4 Adhésif
- 5 Revêtement soumis à l'essai

**Figure 1 — Illustration d'un montage réduisant le risque de décentrage de la charge**

**Tableau 1 — Dimensions du montage et de l'éprouvette pour les essais de revêtements dont le pouvoir adhérent/la résistance à la cohésion est inférieure à 50 mPa**

Symbole de la Figure 2	Composants de l'essai/jig		Dimensions mm	
			AlliageTi6Al4V	Acier inoxydable 316
<i>ts</i>	Diamètre de la surface d'essai	Élément à étage	25 ± 0,05	25 ± 0,05
		Élément droit	25 <sup>-0,02</sup> <sub>-0,041</sub>	25 <sup>-0,02</sup> <sub>-0,041</sub>
<i>a</i>	Diamètre du support d'échantillon au niveau de la partie étroite		20 <sup>-0,02</sup> <sub>-0,041</sub>	18 <sup>-0,02</sup> <sub>-0,041</sub>
<i>b</i>	Diamètre de l'orifice prévu pour les axes de fixation		9 <sup>+0,015</sup> <sub>0</sub>	8 <sup>+0,015</sup> <sub>0</sub>
<i>c</i>	Profondeur de l'orifice prévu pour l'échantillon		14 ± 0,1	12 ± 0,1
<i>d</i>	Diamètre des axes de fixation		9 <sup>-0,005</sup> <sub>-0,041</sub>	8 <sup>-0,005</sup> <sub>-0,041</sub>
<i>e</i>	Longueur des axes de fixation		55 ± 0,1	50 ± 0,1
<i>f</i>	Largeur intérieure du bâti	Élément à étage	20 <sup>+0,033</sup> <sub>0</sub>	18 <sup>+0,033</sup> <sub>0</sub>
		Élément droit	25 <sup>+0,033</sup> <sub>0</sub>	25 <sup>+0,033</sup> <sub>0</sub>
<i>g</i>	Diamètre extérieur du bâti	Élément à étage	40 ± 0,1	35 ± 0,1
		Élément droit	45 ± 0,1	45 ± 0,1
<i>h</i>	Profondeur de l'orifice prévu pour le bâti		14 ± 0,1	12 ± 0,1
<i>k</i>	Profondeur intérieure du bâti		40 ± 0,1	40 ± 0,1

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a3442c92-7f59-4632-8477-a64d8a808567/iso-13779-4-2002>

#### 4.2.3 Assemblage.

Les pièces de l'assemblage (éprouvette revêtue et élément non revêtu) sont collées ensemble à l'aide d'un adhésif polymère.

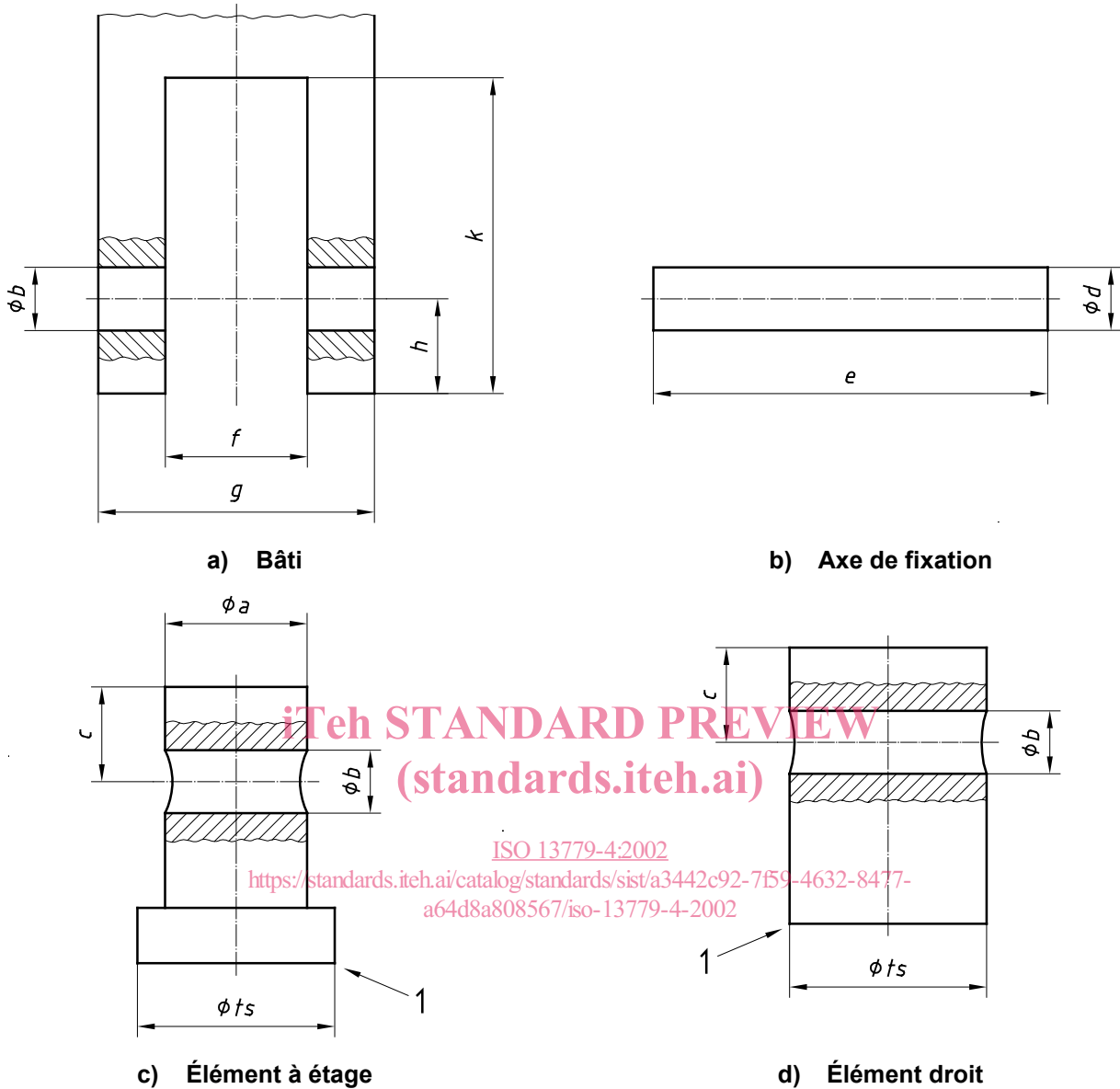
L'élément non revêtu doit être constitué du même matériau que le support de l'éprouvette revêtue. Les matériaux recommandés sont spécifiés au Tableau 1.

Les dimensions de l'élément non revêtu doivent être identiques à celles de l'élément revêtu. Les dimensions et les tolérances sont indiquées au Tableau 1.

Les éléments de charge et les éprouvettes sont illustrés à la Figure 2. Les dimensions spécifiées pour les éléments conviennent pour les essais sur des revêtements dont le pouvoir adhérent ou la résistance à la cohésion prévu(e) est de 50 Mpa au maximum.

NOTE 1 L'exactitude de la présente méthode d'essai dépend largement de la préparation de l'éprouvette revêtue, de l'application de l'adhésif polymère et de l'alignement correct entre l'éprouvette revêtue et l'élément non revêtu. Si l'alignement est incorrect, la charge sera décentrée et le montage subira des contraintes de flexion; le résultat ne sera donc pas significatif.

NOTE 2 La surface à coller de l'élément non revêtu peut être dépolie pour faciliter le collage par l'adhésif polymère.



**Légende**

1 Surface du revêtement d'hydroxyapatite (si nécessaire)

Voir le Tableau 1 pour la signification des symboles et les dimensions.

**Figure 2 — Dimensions des éléments de charge et des éprouvettes**

**4.2.4 Adhésif polymère**, ayant une résistance de la liaison adhésive supérieure d'au moins 5 Mpa au pouvoir adhérent ou à la résistance à la cohésion du revêtement, ou égale à 30 Mpa (on retiendra la valeur la plus élevée). L'adhésif polymère utilisé doit être identifié dans tout rapport d'essai.

Si la porosité s'étend à l'interface revêtement/support, veiller à ce que l'adhésif polymère ne pénètre pas dans le revêtement jusqu'à atteindre le support, en choisissant un adhésif polymère de viscosité suffisante et en l'appliquant soigneusement sur le revêtement. Si l'adhésif pénètre dans le revêtement, le résultat doit être invalidé.

La pénétration de l'adhésif doit être évaluée par prélèvement de sections sur une éprouvette d'essai.



### 4.3 Préparation de l'éprouvette revêtue

La préparation de l'éprouvette doit être effectuée avec soin. Contrôler toutes les éprouvettes avant de les monter et de procéder à l'essai. Rejeter toute éprouvette non représentative du revêtement soumis à l'essai. Les éprouvettes ne doivent pas être usinées après application du revêtement d'hydroxyapatite. La surface de revêtement à soumettre à l'essai doit être circulaire, d'un diamètre de 25 mm (voir tolérances au Tableau 1) ou avoir une section équivalente. Mesurer et enregistrer la section et les dimensions de l'éprouvette revêtue.

Si des éprouvettes d'autres dimensions ou sections sont utilisées, il doit être démontré que les données sont équivalentes à celles obtenues avec une éprouvette circulaire de 25 mm de diamètre.

### 4.4 Application de l'adhésif polymère et alignement de l'assemblage

Appliquer l'adhésif polymère en une fois au centre du revêtement. La quantité d'adhésif appliqué et la force utilisée pour coller les deux parties doivent être dosées de manière à éviter la formation d'un bourrelet autour du joint de l'éprouvette revêtue/de l'élément non revêtu, en raison d'un excès d'adhésif. Une fois le collage réalisé, l'excès d'adhésif doit être éliminé de manière à ne pas compromettre l'intégrité de l'assemblage. L'élément non revêtu doit être placé au contact de l'éprouvette revêtue/adhésive de manière à obtenir une épaisseur d'adhésif plane, parallèle et uniforme sur toute la section à soumettre à l'essai.

Pour assurer l'alignement correct de l'assemblage, un dispositif est nécessaire pour maintenir les parties en place pendant l'opération de collage. Ce dispositif doit permettre d'appliquer au montage une charge axiale constante (en général de 0,2 MPa) pendant l'opération de collage, pour éviter tout retrait de l'adhésif.

### 4.5 Mode opératoire d'essai

Placer l'assemblage dans les dispositifs de fixation de sorte que son axe long soit dans la direction de la charge de traction appliquée. Cette charge doit être appliquée à une vitesse transversale constante de  $(1,0 \pm 0,01)$  mm/min jusqu'à séparation complète des éléments. La charge maximale appliquée doit être enregistrée à  $\pm 100$  N.

On confirmera l'apparition d'une défaillance au niveau du revêtement, plutôt qu'au niveau de l'interface du support adhésif, en utilisant un grossissement optique de  $\times 10$ .

#### 4.5.1 Calcul de la résistance à l'adhésion du revêtement

Le pouvoir adhérent ou la résistance à la cohésion du revêtement,  $\sigma$ , en mégapascals, doit être calculé(e) selon l'équation suivante:

$$\sigma = \frac{F}{A}$$

où

$F$  est la charge maximale, exprimée en newtons;

$A$  est la section (de dimension nominale  $490,87\text{mm}^2$ ), calculée à  $\pm 0,5\text{mm}^2$ .

## 5 Rapport d'essai de traction des revêtements en hydroxyapatite

Les informations suivantes doivent figurer dans le rapport d'essai:

- une référence à la présente partie de l'ISO 13779;
- l'identification des matériaux utilisés dans l'assemblage, y compris le type d'adhésif polymère et d'élément non revêtu. Noter tous détails concernant un éventuel traitement de surface appliqué sur la surface collée de l'élément non revêtu et indiquer la rugosité de surface obtenue;
- le nombre d'éprouvettes soumises à l'essai;