
**Implants chirurgicaux — Polyéthylène
à très haute masse moléculaire —**

**Partie 4:
Méthode de mesure de l'indice
d'oxydation**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Implants for surgery — Ultra-high molecular weight polyethylene —
Part 4: Oxidation index measurement method*
(standards.iteh.ai)

[ISO 5834-4:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-
b0451d01c925/iso-5834-4-2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005)



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 5834-4:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005>

© ISO 2005

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.org
Web www.iso.org

Publié 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 2.

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 du présent document 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 5834-4 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 150, *Implants chirurgicaux*, sous-comité SC 1, *Matériaux*.

L'ISO 5834 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Implants chirurgicaux — Polyéthylène à très haute masse moléculaire*:

- *Partie 1: Produits sous forme de poudre*
- *Partie 2: Produits sous forme moulée*
- *Partie 3: Méthodes de vieillissement accéléré*
- *Partie 4: Méthode de mesurage de l'indice d'oxydation*
- *Partie 5: Méthode d'évaluation de la morphologie*

Introduction

La présente partie de l'ISO 5834 décrit une méthode permettant de mesurer l'étendue relative d'oxydation présente dans le polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW), destiné à être utilisé dans la fabrication des implants chirurgicaux. Le matériau est analysé par spectroscopie infrarouge. L'intensité des absorptions du carbonyle ($>C=O$) centrées au voisinage de $1\,720\text{ cm}^{-1}$ est rapportée à la quantité d'oxygène chimiquement lié présente dans le matériau. Cette méthode ne détecte pas d'autres formes d'oxygène chimiquement lié (R_1OR_2 , R_1OOR_2 , ROH, etc.).

Bien que cette méthode puisse permettre à l'opérateur de comparer l'étendue relative de l'oxydation du carbonyle présente dans divers échantillons de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW), il est reconnu que d'autres formes d'oxygène chimiquement lié peuvent grandement contribuer aux caractéristiques de ces matériaux.

De nombreux rapports ont démontré l'applicabilité de la méthode infrarouge. Cette méthode particulière, qui utilise l'intensité (la surface) de l'absorption C-H centrée au voisinage de $1\,370\text{ cm}^{-1}$ pour normaliser l'épaisseur de l'échantillon, a été validée par un essai interlaboratoires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5834-4:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005>

Implants chirurgicaux — Polyéthylène à très haute masse moléculaire —

Partie 4: Méthode de mesurage de l'indice d'oxydation

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5834 spécifie une méthode permettant de mesurer l'étendue relative de l'oxydation présente dans le polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW).

Elle s'applique au polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) destiné à la fabrication des implants chirurgicaux.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 5834-2, *Implants chirurgicaux — Polyéthylène à très haute masse moléculaire — Partie 2: Produits sous forme moulée*

ISO 11542-1, *Plastiques — Matériaux à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation et base de spécifications*

ISO 11542-2, *Plastiques — Matériaux à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11542-1 et l'ISO 11542-2 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1 dimension d'ouverture

L_o

longueur et largeur d'une ouverture rectangulaire ou diamètre d'une ouverture circulaire, utilisé par un spectromètre infrarouge pour effectuer des mesurages spectrographiques

3.2 indice d'oxydation apparent

$I_{ox,a}$

pour un échantillon, moyenne des indices d'oxydation obtenus sur une distance de 1,5 mm, environ, autour du centre du profil d'indice d'oxydation de l'échantillon

NOTE Il s'agit généralement d'un plateau représentant les indices d'oxydation les plus faibles. Pour les échantillons d'une épaisseur inférieure à environ 8 mm ou 10 mm, cette région centrale peut afficher les indices d'oxydation les plus élevés de l'échantillon, en fonction de son état d'oxydation.

3.3
localisation de profondeur

d_l
mesurage de la distance moyenne entre la surface articulaire, ou la surface utile, et l'endroit dont on a collecté un spectre et calculé un I_{ox} correspondant

3.4
pas

L_P
distance entre deux points adjacents situés sur un film d'essai où des spectres infrarouges séquentiels sont collectés

NOTE Cette distance est généralement une constante pour une éprouvette donnée.

3.5
surface du pic de normalisation

S_{norm}
surface totale du ou des pics de normalisation entre 1 330 cm^{-1} et 1 396 cm^{-1}

NOTE Cette surface est calculée comme la surface entre la ligne de base et le tracé spectral, comme le montre la Figure 1.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.6
oxydation

introduction d'oxygène dans une autre molécule (par exemple PE-UHMW), au moyen d'une liaison chimique covalente

[ISO 5834-4:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005)

3.7
indice d'oxydation

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/48e0fe8a-1d86-4dfa-9311-b0451d01c925/iso-5834-4-2005>

I_{ox}
rapport de la surface du ou des pics d'absorption entre 1 650 cm^{-1} et 1 850 cm^{-1} (S_{ox}) à la surface du ou des pics d'absorption entre 1 330 cm^{-1} et 1 396 cm^{-1} , S_{norm}

Voir Figure 1.

3.8
profil de l'indice d'oxydation

représentation graphique des variations de l'indice d'oxydation de l'échantillon en fonction de la distance à partir de sa surface articulaire ou de la surface utile

NOTE Il s'agit d'une représentation graphique de I_{ox} en fonction de d_l . Le graphique représentera généralement le profil sur l'intégralité de l'épaisseur de l'échantillon.

3.9
surface du pic d'oxydation

S_{ox}
surface totale du ou des pics d'absorption entre 1 650 cm^{-1} et 1 850 cm^{-1}

NOTE Cette surface est calculée comme la surface entre la ligne de base et le tracé spectral, comme le montre la Figure 1.

3.10
indice d'oxydation de surface

$I_{ox,s}$
pour un échantillon, moyenne des indices d'oxydation de la surface articulaire de l'échantillon ou de la surface utile, jusqu'à une profondeur de 3 mm sous la surface

4 Articles d'essai

Les articles d'essai doivent être obtenus à partir de matériaux moulés en polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) et classés respectivement en tant que Type 1, Type 2 ou Type 3, conformément à l'ISO 5834-2.

NOTE Les produits finis en polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW), utilisés pour la présente application, ne sont pas pourvus de stabilisateur de lumière; il convient donc de les protéger de l'influence des rayons UV.

5 Matériaux et appareillage

5.1 Matériaux

Les articles d'essai utilisés pour les mesurages de l'indice d'oxydation doivent être obtenus à partir de pièces moulées en polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) conformes aux exigences de l'ISO 5834-2.

5.2 Appareillage

5.2.1 Spectromètre infrarouge, étalonné, permettant d'enregistrer un spectre d'absorption et de transmission sur une gamme comprise entre environ $1\,200\text{ cm}^{-1}$ à $2\,000\text{ cm}^{-1}$, en utilisant des films d'une épaisseur de 0,15 mm à 0,25 mm, à une résolution de 4 cm^{-1} et une ouverture d'environ $0,2\text{ mm} \times 0,2\text{ mm}$. Un pas de 0,2 mm est recommandé.

D'autres modes de collecte [c'est-à-dire la réflexion partielle, la réflexion totale atténuée (RTA), etc.], d'autres dimensions d'ouvertures et de pas peuvent être utilisés pour générer le spectre d'absorption de l'échantillon, à condition qu'il puisse être démontré qu'ils donnent des résultats équivalents. Une ouverture trop large peut donner un profil moins exact.

ISO 5834-4:2005

Lorsqu'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF) est utilisé, au moins 32 balayages par spectre doivent être effectués. Il convient de purger l'instrument IR-TF et le compartiment à échantillon avec un gaz inerte exempt d'humidité et de dioxyde de carbone (par exemple de l'azote, de l'hélium ou de l'argon) pour réduire le plus possible l'interférence spectrale provenant de ces composants.

5.2.2 Porte-éprovette, dispositif permettant de placer avec exactitude l'échantillon sous l'ouverture.

5.2.3 Microtome, dispositif permettant de produire des coupes (films) d'un échantillon, de 0,15 mm à 0,25 mm d'épaisseur, perpendiculairement à la surface articulaire ou à la surface utile.

6 Signification et utilisation

Les méthodes décrites dans la présente partie de l'ISO 5834 peuvent être utilisées pour mesurer les indices d'oxydation des composants de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) dans des conditions en temps réel comme le vieillissement en conditions de stockage et après implantation et oxydation accélérée.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation des éprouvettes

À l'aide d'un microtome ou de tout autre dispositif approprié, préparer une fine coupe de l'échantillon d'une épaisseur comprise entre 0,15 mm et 0,25 mm. Prélever la coupe généralement près du centre de la surface articulaire de l'échantillon ou de la surface utile. L'orientation de la coupe doit être perpendiculaire à la surface articulaire ou à la surface utile.

7.2 Configuration de l'éprouvette dans le spectromètre

Le film d'essai (la coupe) doit d'abord être configuré dans le spectromètre (après l'obtention d'un spectre de base approprié) de manière à placer l'ouverture au-delà des premiers 0,2 mm du film, à partir de la surface articulaire. Les spectres suivants doivent être obtenus de manière séquentielle à des pas d'environ 0,2 mm de la surface articulaire jusqu'à la surface opposée, en traversant l'épaisseur du film. Des pas plus importants peuvent être utilisés, mais une ouverture trop large peut toutefois donner un profil moins exact.

7.3 Préparation du spectromètre infrarouge

Préparer le spectromètre infrarouge pour obtenir un spectre d'absorption et de transmission à partir d'un film fin de l'échantillon de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW), conformément aux recommandations du fabricant et aux conditions décrites ci-dessus en 7.1. Recueillir la séquence de spectres selon 7.2.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Calculs

8.1 Généralités

ISO 5834-4:2005

Les résultats obtenus à partir des calculs suivants peuvent servir à décrire les caractéristiques d'oxydation d'un échantillon ou à comparer les caractéristiques d'oxydation d'un échantillon avec un autre.

8.2 Surface du pic d'oxydation

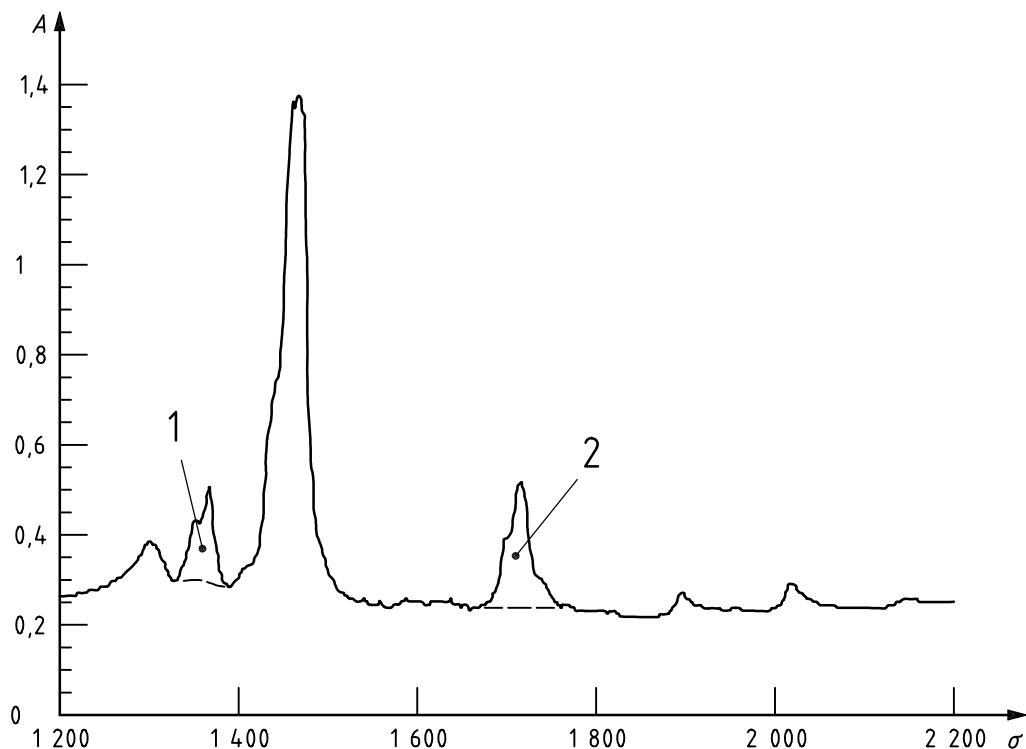
Pour chaque spectre d'absorption, calculer la surface totale des pics d'absorption entre $1\,650\text{ cm}^{-1}$ et $1\,850\text{ cm}^{-1}$ (Figure 1, S_{ox}). Il s'agit de la surface située sous la courbe d'absorption de l'échantillon et au-dessus de la ligne de base, droite tracée entre les mêmes points de départ et d'arrivée, à savoir $1\,650\text{ cm}^{-1}$ et $1\,850\text{ cm}^{-1}$.

8.3 Surface du pic de normalisation

Pour chaque spectre d'absorption, calculer la surface totale des pics d'absorption entre $1\,330\text{ cm}^{-1}$ et $1\,396\text{ cm}^{-1}$ (Figure 1, S_{norm}). Il s'agit de la surface située sous la courbe d'absorption de l'échantillon et au-dessus de la ligne de base, droite tracée entre les mêmes points de départ et d'arrivée, à savoir $1\,330\text{ cm}^{-1}$ et $1\,396\text{ cm}^{-1}$.

8.4 Indice d'oxydation

Pour chaque spectre d'absorption, calculer I_{ox} en divisant la surface du pic d'oxydation (8.1) par la surface du pic de normalisation (8.2), comme l'indique la Figure 1.



Légende

A absorbance

σ nombre d'ondes, cm^{-1}

- 1 surface du pic de normalisation, S_{norm} (1370 cm^{-1})
- 2 surface du pic d'oxydation, S_{ox}

$$I_{\text{ox}} = S_{\text{ox}}/S_{\text{norm}}$$

Figure 1 — Spectre type IR-TF de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) oxydé, indiquant la définition d'un indice d'oxydation en fonction de la surface, fondé sur la normalisation en utilisant un pic à 1370 cm^{-1}

8.5 Localisation de profondeur

Pour chaque spectre, calculer la d_l à la surface articulaire et le I_{ox} correspondant à partir de l'équation suivante:

$$d_l = 0,5 L_o + nL_p$$

où

L_o est la dimension de l'ouverture en micromètres, dans le sens des déplacements pas à pas;

n est le nombre de pas (incrément) dont l'ouverture a été bougée à partir de son emplacement d'origine au niveau de la surface articulaire;

L_p est le pas, en micromètres.

NOTE L'absorbance enregistrée par l'instrument correspond à l'aire de la surface de l'échantillon (ouverture) éclairée par le faisceau IR. Le facteur $0,5 \times (L_o)$ de l'équation permet de calculer la position du centre de l'ouverture par rapport au point de départ ou au bord du film.