

---

---

**Implants chirurgicaux — Produits  
céramiques à base de zircone tétragonal  
stabilisé 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 13356:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008>



**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 13356:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2008

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

**Sommaire**

Page

<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Propriétés physiques et chimiques</b> .....	<b>2</b>
<b>4</b> <b>Méthodes d'essai</b> .....	<b>2</b>
<b>4.1</b> <b>Masse volumique apparente</b> .....	<b>2</b>
<b>4.2</b> <b>Composition chimique</b> .....	<b>3</b>
<b>4.3</b> <b>Microstructure</b> .....	<b>3</b>
<b>4.4</b> <b>Résistance à la flexion biaxiale</b> .....	<b>6</b>
<b>4.5</b> <b>Résistance à la flexion en quatre points</b> .....	<b>10</b>
<b>4.6</b> <b>Fatigue cyclique</b> .....	<b>10</b>
<b>4.7</b> <b>Radioactivité</b> .....	<b>11</b>
<b>4.8</b> <b>Essai de vieillissement accéléré</b> .....	<b>13</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>14</b>

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

[ISO 13356:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008>

## 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 13356 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 13356:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008>

## 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 dans des applications appropriées.

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

[ISO 13356:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008>

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

ISO 13356:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eba06af0-60b1-477c-8ade-7b5f7c33c143/iso-13356-2008>

# Implants chirurgicaux — Produits céramiques à base de zircone tétragonal stabilisé à l'oxyde d'yttrium (Y-TZP)

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes des matériaux de biosubstitution osseuse, biocompatibles et biostables, à base de zirconium tétragonal stabilisé à l'oxyde d'yttrium (polycristaux de zirconium tétragonal stabilisés à l'yttrium, Y-TZP), utilisés dans les matériaux constitutifs 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 3611, *Micromètres d'extérieur*

ISO 7500-1:2004, *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 force*

ISO 14704, *Céramiques techniques — Méthode d'essai de résistance en flexion des céramiques monolithiques à température ambiante*

ISO 18754, *Céramiques techniques — Détermination de la masse volumique et de la porosité apparente*

EN 623-2, *Céramiques techniques avancées — Céramiques monolithiques — Propriétés générales et structurales — Partie 2: Détermination de la masse volumique et de la porosité*

EN 623-3, *Céramiques techniques avancées — Céramiques monolithiques — Propriétés générales et texturales — Partie 3: Détermination de la taille des grains et de la distribution granulométrique (selon la méthode de l'intersection linéaire)*

ASTM C1499, *Standard Test Method for Monotonic Equibiaxial Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*

ASTM E112-96, *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*

ASTM G136-03, *Standard Practice for Determination of Soluble Residual Contaminants in Materials by Ultrasonic Extraction*

ASTM F1873-98<sup>1)</sup>, *Standard Specification for High-Purity Dense Ytria Tetragonal Zirconium Oxide Polycrystal (Y-TZP) for Surgical Implant Applications*

1) Norme annulée.

### 3 Propriétés physiques et chimiques

Les propriétés physiques et chimiques qui font l'objet des essais spécifiés dans l'Article 4 doivent être conformes aux valeurs indiquées dans le Tableau 1.

Tableau 1 — Limites des propriétés des matériaux

Propriété	Unité	Exigence	Méthode d'essai selon
Masse volumique apparente:	g/cm <sup>3</sup>	≥ 6,00	4.1
Composition chimique: ZrO <sub>2</sub> + HfO <sub>2</sub> + Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> HfO <sub>2</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Autres oxydes	fraction massique en pourcentage	> 99,0 > 4,5 à ≤ 6,0 ≤ 5 ≤ 0,5 ≤ 0,5	4.2
Microstructure: granularité	µm	Distance d'intersection ≤ 0,4	4.3
Microstructure: quantité de phase monoclinique		Écart type < 0,18 ≤ 20 %	4.3.7
Résistance <sup>a</sup> : flexion biaxiale ou flexion en quatre points	MPa	≥ 500 ≥ 800	4.4 4.5
Charge limite de fatigue cyclique à 10 <sup>6</sup> cycles	MPa	≥ 320	4.6
Radioactivité <sup>b</sup>	Bq/kg	≤ 200	4.7
Vieillessement accéléré: augmentation en phase monoclinique résistance résiduelle à la flexion biaxiale résistance résiduelle à la flexion en quatre points		≤ 25 % ≥ 500 MPa et décroissance d'au plus 20 % ≥ 800 MPa et décroissance d'au plus 20 %	4.8

<sup>a</sup> Mesurée sur 10 échantillons au minimum.

<sup>b</sup> Il convient que la radioactivité, définie comme étant la somme de l'activité massique de <sup>238</sup>U, de <sup>226</sup>Ra, de <sup>232</sup>Th et déterminée par spectroscopie gamma sur de la poudre prête à l'emploi, soit égale ou inférieure à 200 Bq/kg. Cette valeur sera de nouveau discutée lors de la prochaine révision de la présente Norme internationale en fonction des données de radioactivité fournies par des fabricants d'implants en céramique.

### 4 Méthodes d'essai

#### 4.1 Masse volumique apparente

La masse volumique apparente doit être déterminée conformément à l'ISO 18754 ou à l'EN 623-2.



## 4.2 Composition chimique

Il convient que la composition chimique soit déterminée par les méthodes de spectrométrie d'émission avec plasma à couplage induit par haute fréquence et détecteur optique (ICP-OES, de fluorescence de rayons X ou d'analyse du spectre d'absorption atomique).

NOTE L'ISO 12677<sup>[1]</sup> peut être utilisée.

## 4.3 Microstructure

### 4.3.1 Principe

Pour décrire la microstructure, la taille moyenne des grains est déterminée en mesurant la taille de l'intersection linéaire, conformément à l'EN 623-3 ou à l'ASTM E112.

### 4.3.2 Appareillage

L'appareillage doit être composé des éléments suivants:

**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 des éprouvettes

Les éprouvettes doivent être préparées conformément à l'EN 623-3 et en respectant les instructions suivantes.

- a) Préparer les éprouvettes en céramique à base de zircon en utilisant des méthodes représentatives de la méthode de fabrication des composants chirurgicaux et en utilisant la même poudre, la même technique de compactage et les mêmes conditions de pression et de cuisson.
- b) Meuler une surface plane, la polir jusqu'à ce que le pourcentage interprétable de la surface soit au moins de 90 % et graver thermiquement à l'air à faible température, sans descendre au-dessous de 200° C de la température de frittage. Les conditions de gravage doivent être déterminées spécifiquement pour chaque matériau à base de zircon.
- c) Recouvrir la surface polie en la pulvérisant d'une fine couche conductrice, par exemple d'or ou de carbone.

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

- d) Préparer cinq éprouvettes supplémentaires à partir de l'échantillon d'essai en flexion sélectionné. Ces éprouvettes doivent être préparées comme décrit pour chacune selon 4.4.3 pour l'essai biaxial et selon 4.4.5 pour l'essai de flexion en quatre points. Les échantillons pour analyse microstructurale doivent être choisis au hasard parmi les échantillons d'essai en flexion.
- e) Couper chaque échantillon d'essai microstructural à moitié. S'il s'agit d'un disque, le couper dans le sens du diamètre, s'il s'agit d'une barre, la couper dans le sens de la longueur par son milieu comme indiqué à la Figure 1. L'élément peut être sectionné une nouvelle fois pour lui permettre de tenir sous le microscope (4.3.2.3), les positions des micrographies étant celles déterminées pour la section entière.
- f) La surface doit ensuite être gravée thermiquement pour produire un relief de grain adéquat, à des températures typiquement comprises entre 1 300 °C et 1 400 °C pendant 30 min à 60 min.

g) Utiliser

- un microscope électronique à balayage avec vide primaire dont l'optique permet de discerner la microstructure à une échelle suffisamment fine, ou
- pulvériser un fin revêtement conducteur de Au, de Au-Pd ou de C suffisant pour assurer une bonne conductivité du rayon depuis le site,

tout en conservant une résolution adéquate par rapport à l'échantillon pour permettre l'analyse.

**4.3.4 Mode opératoire**

Le mode opératoire doit être conforme à l'EN 623-3 ou à l'ASTM E112 et respecter les instructions suivantes.

- a) Observer la microstructure au microscope électronique à balayage (4.3.2.3) avec un grossissement suffisant pour identifier clairement les limites des grains. En utilisant soit les lignes tracées sur les micrographies, soit le déplacement de la platine, suivre le mode opératoire général décrit dans l'EN 623-3 ou dans l'ASTM E112 pour mesurer les dimensions d'intersection linéaire d'au moins 250 grains au total, sur trois champs de vision au minimum, avec des lignes suffisamment longues pour inclure au moins 20 grains et des orientations aléatoires de mesurage. Étalonner le grossissement retenu en utilisant une grille ou un réticule certifiés. Il convient que le grossissement des micrographes soit suffisant, approximativement 10 000×.

NOTE Une autre solution consiste à utiliser un micromètre étalonné.

- b) Aligner la section transversale ou la fraction découpée de celle-ci de façon que la partie latérale inférieure de la pièce se trouve au moment du déclenchement en bas de la micrographie.
- c) Réaliser des micrographies en chacune des cinq positions présentées sur la section transversale applicable ci-dessous. Il convient que le grossissement des micrographies soit suffisant, approximativement 10 000×.
- d) Les positions des micrographies sur la section transversale du disque sur la gauche de la Figure 1 (en utilisant l'angle inférieur gauche comme origine du système de coordonnées  $x-y$ ) sont conformes au Tableau 2 (tolérance  $\pm 0,05$  mm).

**Tableau 2**

Point	1	2	3	4	5
$x$	6	12	18	24	30
$y$	0,33	0,66	1,00	1,33	1,66

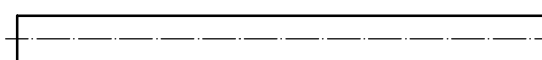
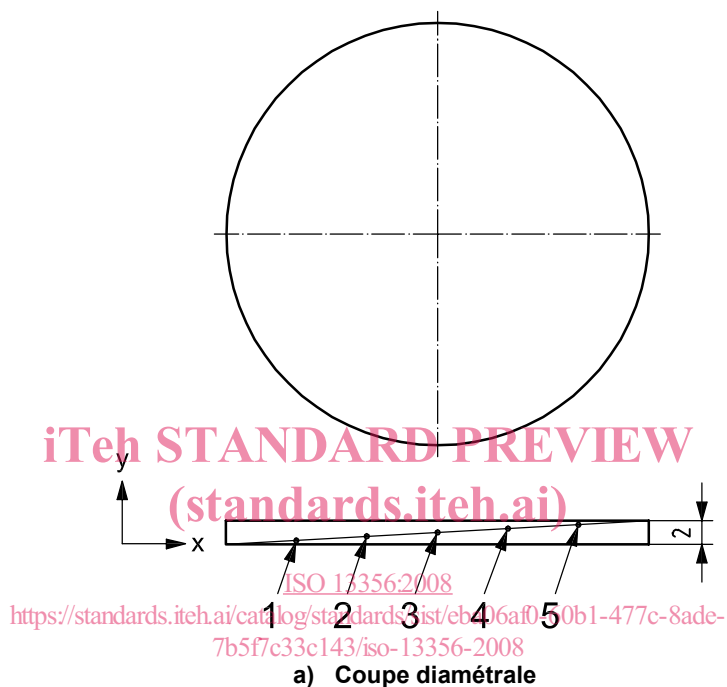
Les positions des micrographies sur la section transversale en flexion en quatre points sur la droite de la Figure 1 (en utilisant l'angle inférieur gauche comme origine du système de coordonnées  $x-y$ ) sont conformes au Tableau 3 (tolérance  $\pm 0,05$  mm).

**Tableau 3**

Point	1	2	3	4	5
$x$	7,5	15	22,5	30	37,5
$y$	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5

- e) Pour chaque micrographie, tracer au minimum 12 lignes, quatre horizontales par rapport au diamètre (ligne du bas), quatre à  $+(60 \pm 5)^\circ$  par rapport à l'horizontale et quatre à  $-(60 \pm 5)^\circ$  par rapport à l'horizontale (voir Figure 1). Il convient que ces lignes soient réparties uniformément sur toute la micrographie, de sorte que cette dernière soit représentée autant que possible sans diagonale coupée par les limites de la micrographie perpendiculaires à la dimension diamétrale.
- f) Déterminer l'intersection linéaire de chacune de ces lignes conformément à l'ASTM E112 et noter les résultats correspondants.

Dimensions en millimètres



b) Coupe longitudinale de la surface 45 mm x 4 mm

NOTE Le schéma du bas représente les positions des micrographies à prendre.

**Figure 1 — Coupes des sections transversales du disque biaxial (gauche) et de la barre en flexion en quatre points (droite)**