
**Implants chirurgicaux —
Hydroxyapatite —**

Partie 3:

**Analyse chimique et caractérisation
de la cristallinité et de la pureté de phase**

iTeh STANDARD PREVIEW
Implants for surgery — Hydroxyapatite —

(standards.iteh.ai)
*Part 3: Chemical analysis and characterization of crystallinity and phase
purity*

ISO 13779-3:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ae-759fafddb7e5/iso-13779-3-2008>



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 13779-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ae-759fafddb7e5/iso-13779-3-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ae-759fafddb7e5/iso-13779-3-2008>



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
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
Introduction	vi
1 Domaine d'application.....	1
2 Références normatives	1
3 Termes, définitions et symboles	1
3.1 Termes et définitions.....	1
3.2 Symboles	2
4 Méthodes analytiques	2
5 Appareillage, réactifs et éprouvettes d'étalonnage.....	3
5.1 Appareillage utilisé pour l'analyse chimique.....	3
5.2 Réactifs utilisés pour l'analyse chimique	3
5.3 Appareillage et éprouvettes d'étalonnage utilisés pour l'analyse par diffraction X.....	3
5.4 Appareillage à infrarouge	4
6 Réalisation du diagramme de diffraction X.....	4
6.1 Généralités	4
6.2 Identification des phases cristallisées	5
7 Préparation de l'échantillon pour essai.....	5
7.1 Revêtements.....	5
7.2 Échantillon en vrac	6
7.3 Analyse aux rayons X.....	6
8 Construction des abaques.....	6
8.1 Généralités	6
8.2 Construction des abaques pour les phases étrangères.....	6
8.3 Construction des abaques pour le calcul du rapport calcium:phosphore (Ca:P)	7
9 Analyse chimique	8
9.1 Généralités	8
9.2 Expression des résultats	8
10 Rapport Ca:P	9
10.1 Généralités	9
10.2 Mode opératoire	9
10.3 Mesures sur l'échantillon	9
10.4 Choix des raies de diffraction	10
10.5 Expression des résultats	10
11 Détermination qualitative et quantitative des phases étrangères	10
11.1 Mode opératoire	10
11.2 Expression des résultats	10
12 Détermination du rapport de cristallinité	10
12.1 Généralités	10
12.2 Préparation de l'échantillon.....	11
12.3 Mode opératoire	11
12.4 Expression des résultats	11
13 Dégradation des céramiques.....	11
14 Rapport d'essai	11
Annexe A (informative) Pollution du phosphate de calcium	12

Annexe B (normative) Essais relatifs à la pureté des phases utilisées dans la réalisation des abaques	13
Annexe C (informative) Exemple de diagrammes de diffraction X réalisés à partir de divers mélanges utilisés pour construire les abaques	15
Annexe D (normative) Positions des raies utilisées pour mesurer le rapport de cristallinité	17
Annexe E (informative) Exemples de méthodes pour la préparation des matériaux de référence	18
Bibliographie	20

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13779-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ae-759fafddb7e5/iso-13779-3-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ae-759fafddb7e5/iso-13779-3-2008>

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 13779-3 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*:

- *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 pureté de phase*
- *Partie 4: Détermination de la résistance à l'adhésion du revêtement*

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 13779 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.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13779-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ae-759fafddb7e5/iso-13779-3-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ae-759fafddb7e5/iso-13779-3-2008>

Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite —

Partie 3:

Analyse chimique et caractérisation de la cristallinité et de la pureté de phase

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13779 spécifie des méthodes d'essai pour l'analyse chimique et la quantification de la cristallinité et des phases étrangères des matériaux à base d'hydroxyapatite comme les revêtements et les produits frittés.

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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 565, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures*

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 10993-14, *Évaluation biologique des dispositifs médicaux — Partie 14: Identification et quantification des produits de dégradation des céramiques*

ISO 13779-2, *Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite — Partie 2: Revêtements à base d'hydroxyapatite*

ISO/CEI 17025, *Exigences générales concernant la compétence des laboratoires d'étalonnages et d'essais*

Fiches JCPDS 09-0169; JCPDS 9-348; JCPDS 9-432; JCPDS 72-1243; JCPDS 25-1137; JCPDS 70-1379; JCPDS 4-0777; JCPDS 82-1690 *Elements of X-ray Diffraction*, B. D. CULLINITY, 2^{ème} Édition, Addison-Wesley, Reading, MA, 1978 (JCPDS = Joint Committee on Powder Diffraction Standards)

3 Termes, définitions et symboles

3.1 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1.1

abaque

courbe de calcul convertissant l'intensité intégrée mesurée sur le diagramme de diffraction X en teneur ou dans le rapport calcium:phosphore (Ca:P) des phases étrangères

3.1.2

limite de détection

dix fois l'écart-type d'un essai à blanc

3.1.3

hauteur

distance entre le sommet du pic et la ligne de base du diagramme de diffraction X, duquel on a soustrait le fond continu

3.1.4

intensité intégrée

aire comprise entre le tracé de la raie et la ligne de base du diagramme de diffraction X, duquel le fond continu a été retiré

3.1.5

grattage

retrait de revêtement d'un matériau de base sans retrait de partie de ce matériau

3.1.6

rapport signal/bruit

hauteur d'une raie du diagramme de diffraction X divisée par l'écart maximal de l'oscillation de la ligne de base

3.2 Symboles

p densité

d distance inter-réticulaire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13779-3:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/2482838f-4a6a-43da-a7ac-759fa1db7e5/iso-13779-3-2008)

4 Méthodes analytiques

Les méthodes énumérées ci-après ont été éprouvées et soumises à essai. La liste n'est pas limitative:

- a) spectroscopie d'absorption atomique, méthode des hydrures avec correction du «bruit de fond»;
- b) spectroscopie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique à l'aide de modificateurs de matrice;

EXEMPLE Palladium-nitrate de magnésium.

- c) spectroscopie d'absorption atomique de flamme après complexion et extraction;
- d) plasma à couplage inductif (ICP) production d'hydrure;
- e) spectrographie de masse-plasma à couplage inductif (ICP – MS).

Les méthodes spectroscopiques suivantes sont généralement utilisées pour l'analyse des oligoéléments:

- f) spectroscopie d'absorption atomique (SAA);
- g) plasma à couplage inductif/spectroscopie de masse (ICP/MS).

5 Appareillage, réactifs et éprouvettes d'étalonnage

5.1 Appareillage utilisé pour l'analyse chimique

L'échantillon pour essai doit être conservé dans des récipients ayant au moins les caractéristiques suivantes:

a) verrerie de classe A nettoyée soigneusement à l'acide, puis rincée avec de l'eau de qualité 2 conformément à la norme ISO 3696:1987;

ou

b) bombe en polytétrafluoroéthylène (PTFE) (ou équivalent).

Un appareil d'analyse quantitative approprié, ayant une limite de détection qui est, tout au plus, égale à la valeur limite requise, est indiqué dans l'ISO 13779-2.

5.2 Réactifs utilisés pour l'analyse chimique

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique:

a) **eau de qualité 2**, conformément à l'ISO 3696:1987;

b) **acide nitrique, 52,5 % minimum**, $p = 1,33$;

c) **30 % de peroxyde d'hydrogène** (fraction massique), $p = 1,11$;

d) **solutions étalons des éléments à doser**, préparées soit par pesage, soit à partir de solutions étalons disponibles dans le commerce.

5.3 Appareillage et éprouvettes d'étalonnage utilisés pour l'analyse par diffraction X

5.3.1 Généralités

Le diffractomètre aux rayons X doit avoir une résolution et une reproductibilité au moins égales à $0,02^\circ$ sur une échelle d'angle de 2θ et permettre l'enregistrement des positions et des intensités des raies de diffraction. Une alimentation stabilisée est nécessaire en cas d'enregistrement goniométrique. Les réglages du diffractomètre devront permettre de minimiser la contribution de l'appareil à la largeur d'une raie à mi-hauteur; ces conditions doivent être identiques pour l'échantillon d'essai et pour le mélange utilisé pour la construction des abaques.

5.3.2 Appareillage

L'appareil doit comprendre les éléments suivants:

5.3.2.1 mortier, en alumine, en agate ou autres matériaux adéquates;

5.3.2.2 tamis, conforme aux exigences de l'ISO 565;

5.3.2.3 four, ayant la capacité de maintenir une température de $1\ 000\ ^\circ\text{C} \pm 25\ ^\circ\text{C}$;

5.3.2.4 dessiccateur, avec un capteur de CO_2 .

5.3.3 Éprouvettes d'étalonnage

Les éprouvettes d'étalonnage suivantes doivent être utilisées.

a) Phosphate tricalcique β pur présentant un diagramme de diffraction X comme décrit dans la fiche JCPDS 09-0169. Il doit être conforme aux exigences décrites à l'Annexe B.

NOTE 1 Le phosphate tricalcique β pur peut être soit préparé comme décrit à l'Annexe E, soit acheté dans le commerce sous la forme d'une poudre étalon.

b) Phosphate tricalcique α pur présentant un diagramme de diffraction X comme décrit dans la fiche JCPDS 9-348.

NOTE 2 Le phosphate tricalcique α pur peut être soit préparé comme décrit à l'Annexe E, soit acheté dans le commerce sous la forme d'une poudre étalon.

c) Apatite pure présentant un diagramme de diffraction X comme décrit dans la fiche JCPDS 9-432 ou dans la fiche JCPDS 72-1243. Elle doit être conforme aux exigences décrites à l'Annexe B.

NOTE 3 L'apatite pure peut être soit préparée comme décrit à l'Annexe E, soit achetée dans le commerce sous la forme d'une poudre étalon.

d) Phosphate tétracalcique pur présentant un diagramme de diffraction X comme décrit dans les fiches JCPDS 25-1137 et JCPDS 70-1379.

NOTE 4 Le phosphate tétracalcique peut être soit préparé comme décrit à l'Annexe E, soit acheté dans le commerce sous la forme d'une poudre étalon.

e) Oxyde de calcium pur présentant un diagramme de diffraction X comme décrit dans les fiches JCPDS 4-0777 et JCPDS 82-1690. Il doit être conforme aux exigences décrites à l'Annexe B.

NOTE 5 L'oxyde de calcium pur est disponible dans le commerce.

5.4 Appareillage à infrarouge

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) permet d'identifier les substances chimiques qu'elles soient organiques ou minérales. La longueur d'onde de la lumière absorbée est caractéristique de la liaison chimique. En interprétant le spectre d'absorption infrarouge, il est possible de déterminer les liaisons chimiques à l'intérieur d'une molécule.

Si l'on utilise un appareil FTIR, il convient de permettre une résolution au moins égale à 4 cm^{-1} et d'analyser une région comprise entre 400 cm^{-1} et $4\,000 \text{ cm}^{-1}$.

6 Réalisation du diagramme de diffraction X

6.1 Généralités

Les réglages du diffractomètre doivent être effectués de façon à permettre une résolution de $0,02^\circ$ sur une échelle d'angle de 2θ et un rapport signal/bruit supérieur à 20 pour la raie 211 de l'apatite (dans la majorité des cas, un rapport signal/bruit supérieur à 50 est recommandé).

Les intensités intégrées des raies considérées devront pouvoir être mesurées sans avoir recours à des logiciels de déconvolution et de décomposition de raies.

Les intensités intégrées des raies de toutes les phases doivent être déterminées avec une précision supérieure à 5 % soit à l'aide d'un planimètre, soit à l'aide de logiciels adaptés, dans le cas d'installations informatisées. L'intensité intégrée correspond à l'aire comprise entre la ligne de base de l'enregistrement, duquel le fond continu a été retiré, et le tracé de la raie.

Le temps d'intégration permettra la quantification d'au moins 5 % d'une phase étrangère, quelle qu'elle soit.

6.2 Identification des phases cristallisées

Les phases cristallisées isolées doivent être identifiables grâce à leurs raies caractéristiques:

- le phosphate tricalcique β sera identifiable grâce à ses raies, données dans la fiche JCPDS 09-0169;
- le phosphate tricalcique α sera identifiable grâce à ses raies, données dans la fiche JCPDS 9-348;
- l'apatite sera identifiable grâce à ses raies, données dans les fiches JCPDS 9-432 et JCPDS 72-1243;
- le phosphate tétracalcique sera identifiable grâce à ses raies, données dans les fiches JCPDS 25-1137 et JCPDS 70-1379;
- l'oxyde de calcium sera identifiable grâce à ses raies, données dans les fiches JCPDS 4-0777 et JCPDS 82-1690.

Les raies choisies pourront être:

- la raie 0.2.10 ($d = 2,88 \times 10^{-10}$ m) du phosphate tricalcique β ;
- la raie 441,170 ($d = 2,905 \times 10^{-10}$ m) du phosphate tricalcique α ;
- la raie 040 ($d = 2,995 \times 10^{-10}$ m) du phosphate tétracalcique;
- la raie 200 ($d = 2,405 \times 10^{-10}$ m) de l'oxyde de calcium;
- la raie 210 ou 211 ($d = 3,08 \times 10^{-10}$ m ou $d = 2,81 \times 10^{-10}$ m) de l'apatite.

D'autres raies peuvent être choisies à condition de ne pas affecter la sensibilité de la détermination. Lorsque les teneurs en phases étrangères sont plus importantes et notamment si les cinq phases cristallisées sont présentes (apatite, tétracalcique, tricalcique α et β , oxyde de calcium), des corrections d'intensité devront être apportées, à l'aide d'un logiciel informatique adapté, pour tenir compte des superpositions de raies.

NOTE La quantification des phases étrangères sera souvent délicate à effectuer en raison d'une part de la superposition et de l'élargissement des raies dues aux phases étrangères et, d'autre part, des modifications de l'intensité des raies de l'apatite projetée due à l'existence d'oxyhydroxyapatite. Les faibles teneurs en phosphate tétracalcique, en phosphate tricalcique α , en phosphate tricalcique β et en oxyde de calcium, pourront être déterminées par rapport à la raie de référence de la phase apatitique qui n'est pas superposée à des raies intenses de ces phases.

Des informations supplémentaires sont données à l'Annexe C.

7 Préparation de l'échantillon pour essai

7.1 Revêtements

En présence d'un revêtement, celui-ci doit être préalablement séparé du support par toute méthode (grattage, arrachement, etc.) entraînant une contamination négligeable de l'échantillon. Pour les revêtements de faible épaisseur, il est important de détacher le revêtement de son support.

NOTE Sur un support de faible épaisseur, une solution peut être appliquée sur un support avant de procéder à une abrasion légère; le support peut ensuite être courbé afin de recueillir le revêtement.

Pour les revêtements obtenus par projection thermique, il est courant que les couches à proximité de l'interface revêtement/support contiennent une phase plus amorphe que les zones éloignées de l'interface. En conséquence, l'échantillon doit être prélevé dans un mélange de couche de revêtement complète afin d'obtenir un échantillon représentatif du revêtement.