
**Implants chirurgicaux —
Hydroxyapatite —**

**Partie 2:
Revêtements à base d'hydroxyapatite**

Implants for surgery — Hydroxyapatite —

Part 2: Coatings of hydroxyapatite

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

ISO 13779-2:2008

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30b72144-010a-459e-95a7-4ef3e5b9d3dd/iso-13779-2-2008>



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 13779-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30b72144-010a-459e-95a7-4ef3e5b9d3dd/iso-13779-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30b72144-010a-459e-95a7-4ef3e5b9d3dd/iso-13779-2-2008>



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

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 13779-2 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 13779-2:2000), qui a fait l'objet d'une révision technique.

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 réactions indésirables sur le corps humain. Cependant, une longue expérience clinique de l'utilisation du matériau faisant l'objet 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 des revêtements de céramique à base d'hydroxyapatite a été mise en évidence par l'étude à long terme de l'utilisation clinique et par des études de laboratoires. Voir la Bibliographie.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 13779-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30b72144-010a-459e-95a7-4ef3e5b9d3dd/iso-13779-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30b72144-010a-459e-95a7-4ef3e5b9d3dd/iso-13779-2-2008>

Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite —

Partie 2: Revêtements à base d'hydroxyapatite

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 13779 spécifie les exigences relatives aux revêtements en céramique à base d'hydroxyapatite appliqués sur les implants chirurgicaux métalliques ou non métalliques.

La présente partie de l'ISO 13779 n'est applicable ni aux revêtements appartenant à la famille des verres, des céramiques vitreuses à base d'orthophosphate de calcium alpha et bêta ou de toute autre forme de phosphate de calcium, ni aux revêtements contenant de l'hydroxyapatite sous forme de poudre.

La présente partie de l'ISO 13779 n'est pas applicable aux matériaux à structure nanoparticulaire.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 10993-17, *Évaluation biologique des dispositifs médicaux — Partie 17: Établissement des limites admissibles des substances relargables*

ISO 13779-1, *Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite — Partie 1: Céramique à base d'hydroxyapatite*

ISO 13779-3, *Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite — Partie 3: Analyse chimique et caractérisation de la cristallinité et de la pureté de phase*

ISO 13779-4, *Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite — Partie 4: Détermination de la résistance à l'adhésion du revêtement*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 13779-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

revêtement

hydroxyapatite déposée sur la surface d'un substrat métallique ou non métallique soit par un procédé de projection thermique produisant un revêtement de type céramique, soit par une mise en solution permettant d'appliquer l'hydroxyapatite directement ou après un traitement thermique ou autre qui lui confère une structure cristalline

4 Préparation du revêtement

Le revêtement soumis à essai doit être représentatif du produit final c'est-à-dire produit de manière identique au revêtement de l'implant et soumis à l'un des processus finaux comme le nettoyage et la stérilisation.

5 Exigences

5.1 Analyse chimique

La teneur en calcium et en phosphore du revêtement en céramique à base d'hydroxyapatite doit être déterminée conformément à l'ISO 13779-3. Le rapport atomique calcium/phosphore, Ca:P, doit être compris dans la plage allant de 1,67 à 1,76. Il doit être déterminé tel que spécifié dans l'ISO 13779-3.

5.2 Éléments traces

Les limites de la teneur en éléments traces spécifiques de la céramique à base d'hydroxyapatite sont données dans le Tableau 1.

La limite maximale admissible pour les métaux entraînant des réactions biologiques indésirables doit représenter un total de 50 mg/kg. Les taux d'éléments traces doivent être déterminés comme spécifié dans l'ISO 13779-3.

L'évaluation du risque induit par d'autres impuretés chimiques doit être effectuée conformément à l'ISO 10993-17.

Tableau 1 — Limites de la teneur en éléments traces spécifiques

Élément trace	Limite maximale mg/kg
Arsenic	3
Cadmium	5
Mercure	5
Plomb	30

5.3 Composition en phase cristalline

Fraction massique autorisée en % de phases cristallines:

- L'hydroxyapatite doit être d'une fraction massique d'au moins 50 % ou plus;
- Le phosphate tricalcique- α (α -TCP), le phosphate tricalcique- β (β -TCP), le phosphate tétracalcique (TTCP) et l'oxyde de calcium (CaO) doivent être chacun inférieur ou égal à une fraction massique de 5 %.

5.4 Valeur de la cristallinité

La phase d'hydroxyapatite (d'une fraction massique de 50 % ou plus) doit avoir une valeur de cristallinité supérieure à 45 % de la valeur standard 100 % d'hydroxyapatite cristalline telle que déterminée dans l'ISO 13779-3.

5.5 Adhésion au substrat

L'adhésion au substrat doit être déterminée conformément à la méthode décrite dans l'ISO 13779-4.

Au moins six échantillons doivent être soumis à essai.

La résistance moyenne d'adhésion au revêtement doit être ≥ 15 Mpa à moins qu'une valeur inférieure puisse être justifiée basée sur l'application prévue.

NOTE Dans certaines applications, une valeur plus élevée peut être recommandée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13779-2:2008](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30b72144-010a-459e-95a7-4ef3e5b9d3dd/iso-13779-2-2008)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/30b72144-010a-459e-95a7-4ef3e5b9d3dd/iso-13779-2-2008>

Bibliographie

- [1] ISO 5961:1994, *Qualité de l'eau — Dosage du cadmium par spectrométrie d'absorption atomique*
- [2] ISO 8288:1986, *Qualité de l'eau — Dosage du cobalt, nickel, cuivre, zinc, cadmium et plomb — Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme*
- [3] ASTM F 1147-05, *Standard Test Method for Tension Testing of Calcium Phosphate and Metal Coatings*
- [4] ASTM F 1609-03, *Standard Specification for Calcium Phosphate Coatings for Implantable Materials*
- [5] ASTM F 1185-03, *Standard Specification for Composition of Hydroxyapatite for Surgical Implants*
- [6] ASTM C 633-79, 2001, *Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings*
- [7] NF S 94-065, *Materials for surgical implants — Determination of arsenic, mercury, cadmium and lead on coatings based on phosphate of calcium*
- [8] NF S 94-066, *Materials for surgical implants — Quantitative determination of the Ca/P ratio of calcium phosphate*
- [9] NF S 94-067, *Matériaux pour implants chirurgicaux — Détermination qualitative et quantitative des phases étrangères présentes dans les poudres, dépôts et céramiques à base de phosphate de calcium*
- [10] NF S 94-068, *Matériaux pour implants chirurgicaux — Détermination de la cristallinité et de la dimension apparente des cristallites d'apatite de poudres, dépôts et céramiques à base d'hydroxyapatite*
- [11] NF S 94-071, *Matériaux pour implants chirurgicaux — Détermination de l'état de surface des revêtements pour applications biomédicales*
- [12] NF S 94-072, *Matériaux pour implants chirurgicaux — Détermination de l'adhérence en traction des revêtements phosphocalciques pour applications biomédicales*
- [13] BS 5350 part C15:1990, *Methods of test for adhesives. Adhesively bonded joints: mechanical tests. Determination of bond strength in compressive shear*
- [14] JIS H 8666, *Test methods for Ceramic Sprayed Coatings*
- [15] ICDD cards 9-432, 9-348, 9-169, 25-1137, 37-1497, 9-80, 9-77, 14-1475, 5-586 X-ray diffraction standards for hydroxyapatite, α -tri-calciumorthophosphate, β -tri-calciumorthophosphate, tetra-calciumphosphate, calcium oxide, monetite, brushite, aragonite, calcite
- [16] *Hydroxyapatite Ceramic — A Decade of Experience in Hip Arthroplasty*, Symposium at Royal College of Surgeons, London, November 1995
- [17] DE GROOT, K. et al., *J. Biomed. Mater. Res.*, **21**, 1375 ff, 1987
- [18] MORONI, A., et al., *Bone Ingrowth Analysis and Interface Evaluation of Hydroxyapatite Coated Versus Uncoated Titanium Porous Bone Implants in Bioceramics*, Yamamuro, T Kokubo, T Nakamura Editors., *Bioceramics* **5**, Kobunshi Kankokai, Kyoto, pp. 299-305, 1992

- [19] KLEIN, C.P.A.T. et al., *Stability of calcium phosphate ceramics and plasma sprayed coating* in Larry Hench & June Wilson (Eds), *An Introduction to Bioceramics*, World Scientific, pp. 199-221, 1993
- [20] COOK, S.D. et al., *Hydroxylapatite Coated Titanium for Orthopaedic Implant Applications*, Clin. Orthop. Rel. Res., **232**, pp. 225-243, 1988
- [21] HASTINGS, G.W. et al., *Hydroxyapatite coatings for biomaterials — A report of a multi-centre investigation* in Ö H Andersson, R-P Happonen, A Yli-Urpo, (Eds), *Bioceramics 7*, Butterworth-Heinemann, Oxford, pp. 207-213, 1994
- [22] TUDOR, A.M. et al., *The analysis of biomedical hydroxyapatite powders and hydroxyapatite coatings on metallic implants by near IR Fourier Transform Raman Spectroscopy*, Spectrochim. Acta, **49A**, 4/6, pp. 675-680, 1993
- [23] MEROLLI, A. TRANQUILLI, P., *Crystallinity of the coating directs the in vivo response to hydroxyapatite in the rabbit* in Ö H Andersson, R-P Happonen, A Yli-Urpo, (Eds), *Bioceramics 7*, Butterworth-Heinemann, Oxford, pp. 223-228, 1994
- [24] *Hydroxylapatite coatings in orthopaedic surgery*, R.G.T. Geesink and M.T. Manley (Eds), Raven Press, New York, 1993
- [25] Hideki Aoki, *Medical Applications of Hydroxyapatite*. Ishiyaku EuroAmerica, Tokyo, 1994
- [26] BERNDT, C.C., *Tensile Adhesion testing methodology for thermally sprayed coatings*, J. Mater Eng. **12**, pp. 151-158, 1990
- [27] BERNDT, C.C. and LIN, C.K., *Measurement of adhesion for thermally sprayed materials*, Adhesion Sci Technol, **7**, No. 12, pp. 1235-1264, 1993
- [28] BERNDT, C.C. *Instrumented tensile adhesion tests on plasma sprayed thermal barrier coating*, J. Mater Eng, **11**, pp. 275-282, 1989
- [29] BERNDT, C.C. and MCPHERSON, R., *The adhesion of flame and plasma sprayed coatings — A literature review*, Australian Welding Research, January 1979
- [30] *Determining the adhesive/cohesive strength of thin thermal spray coatings*, AWS Welding Journal, 1978