

---

---

**Implants chirurgicaux — Produits  
céramiques —**

Partie 2:

**Matériaux composites à matrice alumine  
de haute pureté renforcée par des  
grains de zirconie**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

*Implants for surgery — Ceramic materials —*

*Part 2: Composite materials based on a high-purity alumina matrix with  
zirconia reinforcement*

ISO 6474-2:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfl4b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012>



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

[ISO 6474-2:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Classification</b> .....	3
3.1 <b>Types du matériau</b> .....	3
3.2 <b>Catégories d'essai</b> .....	3
3.3 <b>Propriétés du matériau</b> .....	4
4 <b>Préparation des éprouvettes</b> .....	5
5 <b>Méthodes d'essai</b> .....	6
5.1 <b>Masse volumique apparente</b> .....	6
5.2 <b>Composition chimique</b> .....	7
5.3 <b>Microstructure</b> .....	7
5.4 <b>Propriétés de résistance</b> .....	8
5.5 <b>Radioactivité</b> .....	9
5.6 <b>Ténacité</b> .....	9
5.7 <b>Dureté</b> .....	10
5.8 <b>Module de Young</b> .....	10
5.9 <b>Tenue à la fatigue</b> .....	10
5.10 <b>Vieillissement accéléré</b> .....	10
Bibliographie.....	12

ITeC STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

[ISO 6474-2:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012>

## 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 6474-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 150, *Implants chirurgicaux*, sous-comité SC 1, *Matériaux*.

L'ISO 6474 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Implants chirurgicaux — Produits céramiques*:

- *Partie 1: Produits céramiques à base d'alumine de haute pureté*
- *Partie 2: Matériaux composites à matrice alumine de haute pureté renforcée par des grains de zircon*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**  
ISO 6474-2:2012  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012>

## 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 de l'alumine et de la zircone comme biomatériaux (principaux composants du matériau relevant de la présente partie de l'ISO 6474) a démontré que, si le matériau est utilisé pour des applications appropriées, la réponse biologique peut être d'un niveau acceptable.

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

[ISO 6474-2:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012>

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

ISO 6474-2:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-c85bbb84e972/iso-6474-2-2012>

# Implants chirurgicaux — Produits céramiques —

## Partie 2:

# Matériaux composites à matrice alumine de haute pureté renforcée par des grains de zircon

## 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6474 spécifie les caractéristiques et les méthodes d'essai correspondantes des matériaux céramiques biocompatibles et biostables servant de substitut à l'os, à base d'un matériau composite à matrice alumine de haute pureté renforcée par des grains de zircon, ces matériaux étant utilisés comme composants de prothèses articulaires en chirurgie orthopédique.

La présente partie de l'ISO 6474 traite des matériaux composites comprenant une matrice alumine (c'est-à-dire une phase dominante d'alumine dans le matériau composite avec une fraction massique >60 %) similaire au matériau décrit dans l'ISO 6474-1, additionné d'une certaine quantité de zircon et d'autres ingrédients définis.

NOTE Les propriétés requises dans la présente partie de l'ISO 6474 diffèrent de celles décrites dans l'ISO 6474-1 pour ce qui concerne la résistance mécanique et la ténacité. En outre, certaines exigences s'appliquent spécifiquement aux matériaux contenant de la zircon (voir l'ISO 13356).

La composition du matériau définie dans la présente partie de l'ISO 6474 comprend des additifs supplémentaires. Les additifs types pour les céramiques à base d'alumine ou de zircon sont, entre autres, Mg, Y et Ce. Ces additifs peuvent être utiles pour améliorer les propriétés mécaniques et/ou la stabilité chimique des matériaux composites à base d'alumine-zircon. La présente partie de l'ISO 6474 n'aborde pas la biocompatibilité (voir l'ISO 10993-1) de ces additifs inorganiques dans le corps humain. Il est de la responsabilité du fabricant d'évaluer la biocompatibilité du composite céramique produit conformément à la présente partie de l'ISO 6474.

## 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 12677, *Analyse chimique des matériaux réfractaires par fluorescence de rayons X — Méthode de la perle fondue*

ISO 13356, *Implants chirurgicaux — Produits céramiques à base de zircon tétragonal stabilisé à l'oxyde d'yttrium (Y-TZP)*

ISO 14242-1, *Implants chirurgicaux — Usure des prothèses totales de l'articulation de la hanche — Partie 1: Paramètres de charge et de déplacement pour machines d'essai d'usure et conditions environnementales correspondantes d'essai*

ISO 14243-1, *Implants chirurgicaux — Usure des prothèses totales de l'articulation du genou — Partie 1: Paramètres de charge et de déplacement pour machines d'essai d'usure avec contrôle de la charge et conditions environnementales correspondantes d'essai*

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

ISO 14705, *Céramiques techniques — Méthode d'essai de dureté des céramiques monolithiques à température ambiante*

ISO 15732, *Céramiques techniques — Méthode d'essai de ténacité à la rupture des céramiques monolithiques à température ambiante sur éprouvette préfissurée sur une seule face (méthode SEPB)*

ISO 16428, *Implants chirurgicaux — Solutions d'essai et conditions environnementales pour les essais statiques et dynamiques de corrosion sur les matériaux et dispositifs médicaux implantables*

ISO 17561, *Céramiques techniques — Méthode d'essai des modules d'élasticité des céramiques monolithiques, à température ambiante, par résonance acoustique*

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

ISO 18756, *Céramiques techniques — Détermination de la ténacité à la rupture des céramiques monolithiques à température ambiante par fissuration superficielle en flexion*

ISO 20501, *Céramiques techniques — Statistiques Weibull des données de résistance*

ISO 22214, *Céramiques techniques — Méthode d'essai pour la fatigue de courbure cyclique de céramiques monolithiques à température ambiante*

ISO 23146, *Céramiques techniques — Méthodes d'essai pour la détermination de la ténacité à la rupture des céramiques monolithiques — Méthode sur éprouvette à entaille en V sur une seule face (Méthode SEVNB)*

CEN/TS 14425-5, *Céramiques techniques avancées — Méthodes d'essai pour la détermination de la résistance à la fracture des céramiques monolithiques — Partie 5: Méthode du faisceau à entaille en V sur bord simple (SEVNB)*

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

EN 623-3:1993, *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)*

EN 843-1, *Céramiques techniques avancées — Propriétés mécaniques des céramiques monolithiques à température ambiante — Partie 1: Détermination de la résistance à la flexion*

EN 843-2, *Céramiques techniques avancées — Propriétés mécaniques des céramiques monolithiques à température ambiante — Partie 2: Détermination du module de Young, du module de cisaillement et du coefficient de Poisson*

EN 843-4, *Céramiques techniques avancées — Propriétés mécaniques des céramiques monolithiques à température ambiante — Partie 4: Essais de dureté Vickers, Knoop et Rockwell superficiel*

EN 843-5, *Céramiques techniques avancées — Propriétés mécaniques des céramiques monolithiques à température ambiante — Partie 5: Analyse statistique*

ASTM C1161, *Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*

ASTM C1198, *Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for Advanced Ceramics by Sonic Resonance*

ASTM C1239, *Standard Practice for Reporting Uniaxial Strength Data and Estimating Weibull Distribution Parameters for Advanced Ceramics*

ASTM C1259, *Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio for Advanced Ceramics by Impulse Excitation of Vibration*

ASTM C1327, *Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*

ASTM C1331, *Standard Test Method for Measuring Ultrasonic Velocity in Advanced Ceramics with Broadband Pulse-Echo Cross-Correlation Method*

ASTM C1421, *Standard Test Method for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*

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

### 3 Classification

#### 3.1 Types du matériau

Le matériau doit être classifié comme étant de type X ou de type S.

- Type X: très haute résistance;
- Type S: haute résistance standard.

Les matériaux céramiques de type X sont destinés aux applications pour lesquelles une très haute résistance du matériau est requise (par exemple cas des surfaces articulaires pour les prothèses d'articulation de la hanche ou du genou à épaisseur mince).

Les matériaux céramiques de type S sont destinés aux applications pour lesquelles une résistance accrue est recommandée en comparaison avec l'alumine pure (par exemple cas des prothèses courantes d'articulation de la hanche).

La résistance des matériaux céramiques de type X et de type S est, en particulier, supérieure à celle des matériaux de type A, définis dans l'ISO 6474-1.

#### 3.2 Catégories d'essai

Iteh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

##### 3.2.1 Généralités

Les essais requis sont répartis en deux catégories

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cf14b89c-ebb7-48a8-aa9b-101880188018/iso-6474-2:2012>

##### 3.2.2 Catégorie 1: essais requis pour le contrôle périodique de la production

Les essais suivants doivent être réalisés dans le cadre du contrôle périodique de la production:

- a) masse volumique apparente (voir 5.1);
- b) composition chimique (voir 5.2);
- c) microstructure (voir 5.3);
- d) résistance (voir 5.4);
- e) radioactivité (voir 5.5).

##### 3.2.3 Catégorie 2: essais requis pour établir les spécifications générales du matériau

Le fabricant doit définir les spécifications générales du matériau. En plus de tous les essais mentionnés en 3.2.2, les essais suivants doivent être réalisés pour la qualification des spécifications du matériau:

- a) ténacité (voir 5.6);
- b) dureté (voir 5.7);
- c) module de Young (voir 5.8);
- d) tenue à la fatigue (voir 5.9);
- e) vieillissement accéléré, comprenant résistance, tenue à la fatigue et usure (voir 5.10).

### 3.3 Propriétés du matériau

Pour satisfaire aux exigences de la présente partie de l'ISO 6474, le matériau doit entrer dans les limites des propriétés spécifiées dans les Tableaux 1 et 2.

Tableau 1 — Limites des propriétés du matériau, catégorie 1

Propriété	Unité	Catégorie de propriété	Exigence		Paragraphe	Références
			Type X	Type S		
Masse volumique apparente relative moyenne	%	1	≥ 99	≥ 99	5.1	ISO 18754 EN 623-2
Composition chimique:						
Alumine, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	% en poids	1	60 à 90	60 à 90	5.2	ISO 12677
Zircone, ZrO <sub>2</sub> + HfO <sub>2</sub>	% en poids	1	10 à 30	10 à 30		
Teneur en HfO <sub>2</sub> dans ZrO <sub>2</sub>	% en poids	1	≤ 5	≤ 5		
Additifs prévus	% en poids	1	≤ 10	≤ 10		
Quantité totale d'impuretés	% en poids	1	≤ 0,2	≤ 0,2		
Microstructure:						
Longueur des segments interceptés pour les grains d'alumine	µm	1	≤ 1,5	≤ 1,5	5.3	EN 623-3
Longueur des segments interceptés pour les grains de zircone	µm	1	≤ 0,6	≤ 0,6		
Écart-type pour l'alumine	%	1	≤ 25	≤ 25		
Écart-type pour la zircone	%	1	≤ 40	≤ 40		
Résistance du matériau; possibilité 1) ou 2):						
1 a) Résistance moyenne à la flexion biaxiale	MPa	1	≥ 600	≥ 450	5.4.2	ASTM C1499
1 b) Module de Weibull		1	≥ 8	≥ 8	5.4.4	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239
2 a) Résistance moyenne à la flexion quatre points	MPa	1	≥ 1 000	≥ 750	5.4.3	ISO 14704 EN 843-1 ASTM C1161
2 b) Module de Weibull		1	≥ 8	≥ 8	5.4.4	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239
Radioactivité (mesurée sur les matières premières)						
Zircone Autres additifs prévus	Bq/kg	1 Voir 5.5	≤ 200	≤ 200	5.5	ISO 13356

Tableau 2 — Limites des propriétés du matériau, catégorie 2

Propriété	Unité	Catégorie de propriété	Exigence		Paragraphe	Références
			Type X	Type S		
Ténacité, possibilités 1) à 3)					5.6	
1) Méthode SEVNB	MPa $\sqrt{m}$	2	≥ 4,0	≥ 3,5	5.6.2	ISO 23146 CEN/TS 14425-5
2) Méthode SEPB	MPa $\sqrt{m}$	2	≥ 4,0	≥ 3,5	5.6.3	ISO 15732
3) Méthode SCF	MPa $\sqrt{m}$	2	≥ 4,0	≥ 3,5	5.6.4	ISO 18756 ASTM C1421
Dureté, Vickers HV1	GPa	2	≥ 16,0	≥ 15,5	5.7	ISO 14705 EN 843-4 ASTM C1327
Module de Young	GPa	2	≥ 320	≥ 320	5.8	ISO 17561 EN 843-2 ASTM C1331 ASTM C1198 ASTM C1259
Tenue à la fatigue: Mise en charge cyclique en flexion quatre points, 107 cycles		2	Pas de rupture à 400 MPa	Pas de rupture à 300 MPa	5.9	ISO 22214
Vieillessement accéléré: 10 h en autoclave (0,2 MPa, 134 °C) Après autoclavage:					5.10	
Résistance		2	Dégradation ≤ 20 % en comparaison avec la valeur obtenue avant autoclavage et conformité avec les valeurs données dans le Tableau 1		5.10.2	Voir 5.4
Mise en charge cyclique en flexion quatre points, 107 cycles		2	Pas de rupture à 320 MPa	Pas de rupture à 240 MPa	5.10.3	Voir 5.9
Usure		2	Augmentation ≤ 20 % en comparaison avec la valeur obtenue avant autoclavage		5.10.4	ISO 14242-1 ISO 14243-1 ou autres essais

#### 4 Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes doivent être produites de manière équivalente à la production normale des implants, en utilisant la même matière première et une technologie de mise en forme de l'ébauche, un procédé de chauffe à haute température et un procédé de rectification comparables. La mise en forme et la finition de surface des éprouvettes doivent être réalisées conformément aux exigences de l'essai.

Le fabricant doit déclarer et démontrer que la production des éprouvettes est équivalente à la production normale.

Les produits finis ou des parties de ces produits peuvent être utilisés pour l'évaluation des propriétés du matériau. Cependant, du fait des restrictions géométriques et du risque d'endommagement au cours de la préparation des éprouvettes, il est déconseillé de produire des éprouvettes sous forme de parties de produits finis, pour l'évaluation des propriétés suivantes des matériaux:

- résistance (5.4);
- ténacité (5.6);