
**Implants chirurgicaux — Calorimétrie
par balayage différentiel des
polyéthercétones, polymères et
composés pour l'utilisation dans les
dispositifs médicaux implantables**

*Implants for surgery — Differential scanning calorimetry of poly
ether ether ketone (PEEK) polymers and compounds for use in
implantable medical devices*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15309:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e4f44f98-fb6d-41c5-a7d9-4ad1ab531c3c/iso-15309-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 15309:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e4f44f98-fb6d-41c5-a7d9-4ad1ab531c3c/iso-15309-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Appareillage et matériaux	2
4.1 Calorimètre à balayage différentiel (CBD).....	2
4.2 Coupelles pour échantillons.....	3
4.3 Balance.....	3
4.4 Matériaux de référence.....	3
4.5 Alimentation en gaz.....	3
5 Éprouvettes	3
6 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes	3
6.1 Conditions d'essai.....	3
6.2 Conditionnement des éprouvettes.....	3
7 Étalonnage de l'appareil	3
7.1 Étalonnage de la température.....	3
7.2 Étalonnage de l'énergie.....	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Détermination de la ligne de base.....	4
8.2 Préparation de l'échantillon.....	4
8.3 Introduction des coupelles pour échantillons.....	4
8.4 Programme de températures.....	4
8.5 Examen de l'éprouvette.....	5
8.6 Analyse des données.....	5
9 Rapport d'essai et propriétés types	5
10 Fidélité	5

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 procédures suivies lors de l'élaboration du présent document et celles destinées à être utilisées pour sa mise à jour sont décrites dans la Partie 1 des Directives ISO/CEI. Il convient en particulier de prendre connaissance des différents critères d'approbation nécessaires pour les différents types de documents ISO. Ce document a été rédigé conformément aux règles rédactionnelles spécifiées dans la Partie 2 des Directives ISO/CEI. www.iso.org/directives

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. Les détails de tout droit de propriété intellectuelle identifié au cours de l'élaboration du présent document seront donnés dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets soumises à l'ISO. www.iso.org/patents

Toutes les marques commerciales mentionnées dans le présent document sont indiquées par souci de commodité à l'intention de l'utilisateur et ne sauraient constituer un quelconque engagement.

Le comité responsable de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 150/SC 1, *Implants chirurgicaux*, sous-comité 1, *Matériaux*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e4f44f98-fb6d-41c5-a7d9-4ad1ab531c3c/iso-15309-2013>

Introduction

La présente Norme internationale décrit des méthodes d'essai par calorimétrie à balayage différentiel (CBD) thermoanalytique des polyétheréthercétone (PEEK) qui peuvent être utilisées pour l'assurance qualité, les contrôles de routine des matériaux bruts en PEEK et des produits finis en PEEK ou pour la détermination de données comparables nécessaires aux fiches techniques ou aux bases de données.

Les définitions suivantes permettent de comprendre la manière dont les normes internationales et les autres documents normatifs ISO (Spécification technique, Spécification publiquement disponible ou accord international d'atelier) doivent être appliqués:

- le verbe “devoir” indique une exigence;
- l'expression “il convient de” une recommandation;
- en anglais, l'auxiliaire “may” (“pouvoir” en français) est utilisé pour indiquer que quelque chose est autorisé et
- l'auxiliaire “can” (également “pouvoir” en français) est employé pour indiquer que quelque chose est possible, par exemple, qu'une organisation ou un individu est susceptible de faire quelque chose.

Un exigence est définie comme étant une “expression dans le contenu d'un document formulant les critères à respecter afin de prétendre à la conformité avec le document, et avec lesquels aucun écart n'est permis.”

Une recommandation est définie comme étant une “expression dans le contenu d'un document formulant qu'entre plusieurs possibilités, une est particulièrement appropriée, sans pour autant mentionner ou exclure les autres, ou qu'une certaine manière de faire est préférée sans être nécessairement exigée, ou encore (à la forme négative) qu'une certaine possibilité ou manière de faire est déconseillée mais non interdite.”

[ISO 15309:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e4f44f98-fb6d-41c5-a7d9-4ad1ab531c3c/iso-15309-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e4f44f98-fb6d-41c5-a7d9-4ad1ab531c3c/iso-15309-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15309:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e4f44f98-fb6d-41c5-a7d9-4ad1ab531c3c/iso-15309-2013>

Implants chirurgicaux — Calorimétrie par balayage différentiel des polyéthercétone, polymères et composés pour l'utilisation dans les dispositifs médicaux implantables

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'analyse thermique des polyétheréthercétone (PEEK) utilisables pour fabriquer des dispositifs médicaux implantables, en utilisant la calorimétrie à balayage différentiel (CBD).

Les températures de transition à déterminer sont la température de transition vitreuse, T_g , la température de fusion, T_m , et la température de cristallisation par refroidissement, T_c .

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 11357-1:2009, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 1: Principes généraux*

ISO 11357-2, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 2: Détermination de la température de transition vitreuse et de la hauteur de palier de transition vitreuse*

ISO 11357-3, *Plastiques — Analyse calorimétrique différentielle (DSC) — Partie 3: Détermination de la température et de l'enthalpie de fusion et de cristallisation*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11357-1 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

transition vitreuse

changement réversible d'un polymère amorphe solide ou des régions amorphes d'un polymère semi-cristallin à partir de (ou en) un état caoutchouteux visqueux en (ou à partir de) un état dur et relativement cassant, indiqué par un changement d'étape dans le flux thermique pendant le chauffage

3.2

température initiale de transition vitreuse extrapolée

T_{ieg}

température correspondant à l'intersection entre la ligne de base initiale extrapolée, sur le côté des basses températures de la courbe, et la tangente de la courbe au niveau du point d'inflexion

3.3

température moyenne de transition vitreuse

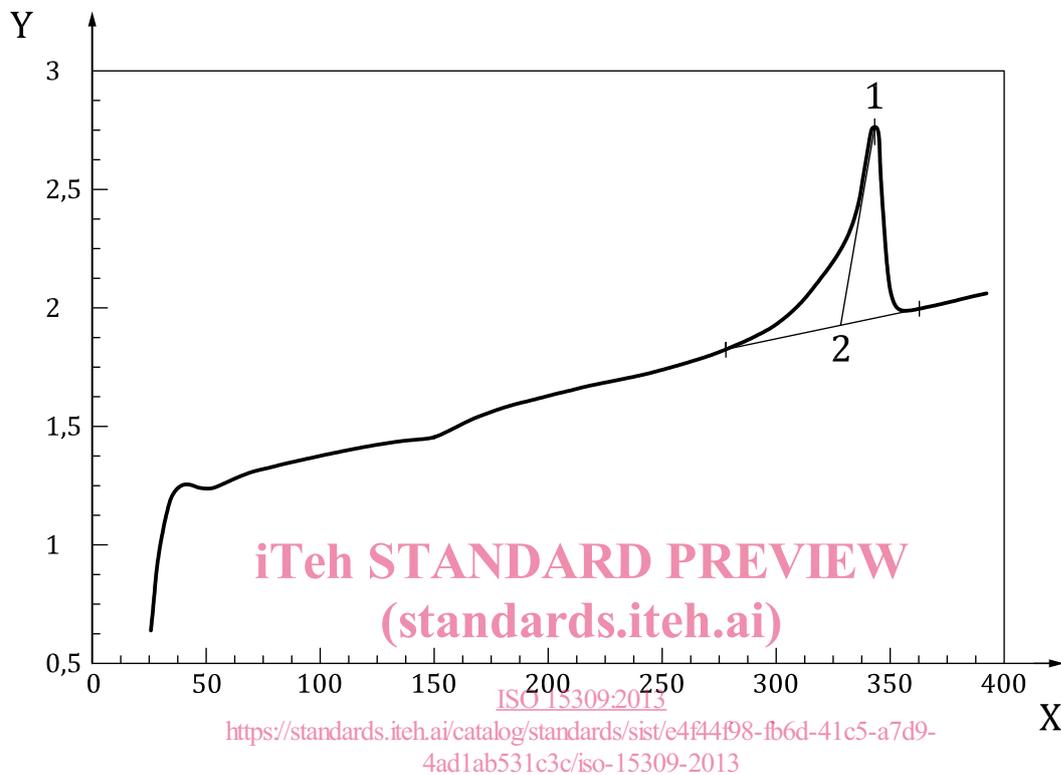
T_{mg}

température correspondant à l'intersection entre la courbe et une ligne équidistante des deux lignes de base extrapolées

3.4 température de fusion

T_m
température correspondant au passage de l'état solide entièrement ou partiellement cristallin à l'état liquide de viscosité variable, indiquée par un pic endothermique sur la courbe de CBD

Note 1 à l'article: à l'Article Voir [Figure 1](#).



Légende

- X température, °C
- Y flux thermique, W/g
- 1 pic endothermique 343,84 °C
- 2 328,58 °C/49,13 J/g

Figure 1 — Courbe de CBD type pour les PEEK (courbe de chauffage)

Note 2 à l'article: Il convient que la courbe de CBD ne présente aucune transition autre que celles indiquées dans le [Tableau 1](#).

3.5 cristallisation

passage de l'état liquide amorphe à l'état solide entièrement ou partiellement cristallin, indiqué par un pic exothermique sur la courbe de calorimétrie à balayage différentiel (CBD)

4 Appareillage et matériaux

4.1 Calorimètre à balayage différentiel (CBD)

Les principales caractéristiques de l'appareil doivent être telles que définies dans l'ISO 11357-1:2009, 5.1.

4.2 Coupelles pour échantillons

Les coupelles d'essai et les coupelles de référence doivent avoir les mêmes dimensions et la même masse, et elles doivent être fabriquées à partir du même matériau. Le matériau de construction doit être physiquement et chimiquement inerte aux PEEK jusqu'à une température de 500 °C.

EXEMPLE Aluminium.

4.3 Balance

La balance doit permettre de mesurer la masse de l'éprouvette, de la coupelle pour échantillons et de la coupelle de référence à $\pm 0,01$ mg près.

4.4 Matériaux de référence

Il est nécessaire d'utiliser au moins deux matériaux de référence certifiés résistant à la plage de températures mesurée.

4.5 Alimentation en gaz

Des gaz de qualité analytique doivent être utilisés.

5 Éprouvettes

ATTENTION — Le PEEK est un polymère semi-cristallin dur. Il convient d'être vigilant lors du découpage pour éviter toute blessure.

Les éprouvettes de polymère de PEEK peuvent se présenter sous forme de poudre, de granulés ou de boulettes. Elles peuvent aussi être découpées dans des échantillons de polymère moulé ou extrudé. Lors du découpage des éprouvettes, veiller à éviter tout chauffage et toute réorientation du polymère susceptibles d'avoir une incidence sur ses propriétés. Idéalement, il convient d'utiliser un scalpel aiguisé, une cisaille ou un microtome.

6 Conditions d'essai et conditionnement des éprouvettes

6.1 Conditions d'essai

L'essai doit être réalisé dans des conditions ambiantes de laboratoire. Le calorimètre à balayage différentiel doit être mis en marche au moins une heure avant l'essai pour équilibrer l'électronique et la température.

6.2 Conditionnement des éprouvettes

L'échantillon pour essai doit être conditionné pendant au moins quatre heures à une température constante comprise entre 18 °C et 28 °C.

7 Étalonnage de l'appareil

7.1 Étalonnage de la température

Déterminer les températures de transition des deux matériaux étalons et mesurer la température initiale extrapolée conformément à l'ISO 11357-1. Comparer les valeurs nominales avec les valeurs consignées. La répétabilité de l'étalonnage de la température doit être supérieure à 2 %.