
**Implants chirurgicaux — Produits
céramiques à base de zircon
tétraogonal stabilisée à l'yttrium (Y-TZP)**

*Implants for surgery — Ceramic materials based on yttria-stabilized
tetragonal zirconia (Y-TZP)*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 13356:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff1-fb02-4366-8ac6-c4fb359c39cf/iso-13356-2015)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff1-fb02-4366-8ac6-
c4fb359c39cf/iso-13356-2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff1-fb02-4366-8ac6-c4fb359c39cf/iso-13356-2015)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13356:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff-fb02-4366-8ac6-c4fb359c39cf/iso-13356-2015>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2015, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Propriétés physiques et chimiques	2
3.1 Catégorie d'essai.....	2
3.1.1 Généralités.....	2
3.1.2 Catégorie 1.....	2
3.1.3 Catégorie 2.....	2
4 Méthodes d'essai	4
4.1 Généralités.....	4
4.2 Masse volumique apparente.....	4
4.3 Composition chimique.....	4
4.4 Microstructure.....	4
4.4.1 Principe.....	4
4.4.2 Rapport d'essai.....	5
4.4.3 Quantité de phase monoclinique.....	5
4.5 Résistance à la flexion biaxiale.....	6
4.5.1 Principe.....	6
4.5.2 Appareillage.....	6
4.5.3 Préparation des éprouvettes.....	6
4.5.4 Mode opératoire.....	7
4.5.5 Calcul des résultats.....	8
4.5.6 Rapport d'essai.....	8
4.6 Résistance à la flexion quatre points.....	9
4.7 Module de Weibull.....	9
4.8 Module de Young.....	9
4.9 Dureté.....	9
4.10 Fatigue cyclique.....	9
4.10.1 Principe.....	9
4.10.2 Appareillage.....	9
4.10.3 Taille de l'échantillon et préparation des éprouvettes.....	10
4.10.4 Mode opératoire et exigence relative à l'éprouvette.....	10
4.10.5 Rapport d'essai.....	10
4.11 Radioactivité.....	10
4.11.1 Principe.....	10
4.11.2 Appareillage.....	10
4.11.3 Préparation de l'échantillon.....	11
4.11.4 Identification de l'isotope – Étalonnage énergétique.....	11
4.11.5 Analyse quantitative.....	12
4.11.6 Expression des résultats.....	12
4.11.7 Rapport d'essai.....	12
4.12 Essai de vieillissement accéléré.....	12
4.12.1 Généralités.....	12
4.12.2 Mode opératoire.....	13
4.12.3 Évaluation du résultat du vieillissement accéléré.....	13
Bibliographie	14

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir 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 concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [Avant-propos — Informations supplémentaires](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b01f-1b02-4366-8acc-c4fb359c39cf/iso-13356-2015).

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 13356:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Introduction

On ne connaît pas de matériaux constitutifs d'implants chirurgicaux qui n'entraînent absolument aucune réaction défavorable sur l'organisme humain. Cependant, le recul clinique à long terme concernant le matériau cité dans la présente Norme internationale a 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 13356:2015](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff-fb02-4366-8ac6-c4fb359c39cf/iso-13356-2015)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff-fb02-4366-8ac6-c4fb359c39cf/iso-13356-2015>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13356:2015

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff-fb02-4366-8ac6-c4fb359c39cf/iso-13356-2015>

Implants chirurgicaux — Produits céramiques à base de zircono tétragonal stabilisée à l'yttrium (Y-TZP)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie les exigences et les méthodes d'essai correspondantes applicables aux matériaux de substitution osseuse, biocompatibles et biostables, à base de zircono tétragonal stabilisée à l'oxyde d'yttrium (polycristaux de zircono tétragonal stabilisée à l'yttrium, Y-TZP), utilisés en tant que matériaux constitutifs d'implants chirurgicaux.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

ISO 3611, *Spécification géométrique des produits (GPS) — Équipement de mesurage dimensionnel: Micromètres d'extérieur — Caractéristiques de conception et caractéristiques métrologiques*

ISO 7500-1, *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 13383-1, *Céramiques techniques — Caractérisation microstructurale — Partie 1: Détermination de la grosseur du grain et de la distribution granulométrique*

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 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 20501, *Céramiques technique — 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*

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

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 E112, *Standard Test Method for Determining Average Grain Size*

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](#).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

3.1 Catégorie d'essai

3.1.1 Généralités

Les essais requis sont divisés en deux catégories. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/930b6ff-fb02-4366-8ac6-c4fb359c39cf/iso-13356-2015>

3.1.2 Catégorie 1

Les essais suivants doivent être effectués pour le contrôle régulier de la production:

- masse volumique apparente;
- composition chimique;
- microstructure;
- résistance (y compris module de Weibull);
- vieillissement accéléré (fraction monoclinique).

3.1.3 Catégorie 2

Le fabricant doit définir les spécifications générales relatives aux matériaux. En plus de tous les essais indiqués en [3.1.2](#), les essais suivants doivent être effectués pour démontrer la conformité aux spécifications relatives aux matériaux;

- dureté;
- module de Young;
- résistance à la fatigue;
- vieillissement accéléré (résistance);
- quantité de phase monoclinique;

f) radioactivité.

Tableau 1 — Limites relatives aux propriétés des matériaux

Propriété	Unité	Catégorie d'essai	Exigence	Référence	Paragraphe
Masse volumique apparente	g/cm ³	1	≥ 6,00	ISO 18754 EN 623-2	4.2
Composition chimique					4.3
ZrO ₂ +HfO ₂ +Y ₂ O ₃ ^a	fraction massique en pourcentage	1	≥ 99,0		
Y ₂ O ₃			> 4,5 à ≤ 6,0		
HfO ₂			≤ 5		
Al ₂ O ₃			≤ 0,5		
Autres oxydes			≤ 0,5		
Microstructure					4.4
Granularité	µm	1	Distance d'interception ≤ 0,4 Écart-type < 0,2	ISO 13383-1 ASTM E112	
Quantité de phase monoclinique	fraction molaire en pourcentage	2	≤ 20	Voir en 4.4.3	
Résistance: choix 1) ou 2)					
1a) Flexion biaxiale ^a	MPa	1	≥ 500	ASTM C1499	4.5
1b) Module de Weibull		1	≥ 8	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239	4.7
2a) Flexion en quatre points ^a		1	≥ 800	ISO 14704 EN 843-1 ASTM C1161	4.6
2b) Module de Weibull		1	≥ 8	ISO 20501 EN 843-5 ASTM C1239	4.7
Module de Young		GPa	2	≥ 200	ISO 17561 EN 843-2 ASTM C1198 ASTM C1259 ASTM C1331
Dureté	GPa	2	≥ 11,8	ISO 14705 EN 843-4 ASTM C1327	4.9
Charge limite de fatigue cyclique à 10⁶ cycles	MPa	2	≥ 320	ISO 22214	4.10
Radioactivité^b	Bq/kg	2	≤ 200	—	4.11
Vieillessement accéléré					4.12

NOTE Le nombre de décimales donné pour chaque valeur limite de ce tableau indique le nombre approprié de décimales qu'il convient de donner respectivement aux valeurs mesurées.

^a Mesurée sur 10 éprouvettes au minimum.

^b Il convient que la radioactivité, définie comme étant la somme de l'activité massique de U²³⁸, Ra²²⁶ et Th²³², et déterminée par spectroscopie gamma sur de la poudre prête à l'emploi, soit inférieure ou égale à 200 Bq/kg. Cette valeur sera 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. Tous les émetteurs gamma naturels doivent être analysés.

Tableau 1 (suite)

Propriété	Unité	Catégorie d'essai	Exigence	Référence	Paragraphe
Quantité maximale de phase monoclinique après vieillissement accéléré	fraction molaire en pourcentage	1	≤ 25	Voir en 4.4.3	
Résistance résiduelle à la flexion biaxiale après vieillissement accéléré	MPa	2	≥ 500 MPa et une diminution d'au plus 20 %	Voir en 4.5	
Résistance résiduelle à la flexion en quatre points après vieillissement accéléré		2	≥ 800 MPa et une diminution d'au plus 20 %	Voir en 4.6	
NOTE Le nombre de décimales donné pour chaque valeur limite de ce tableau indique le nombre approprié de décimales qu'il convient de donner respectivement aux valeurs mesurées.					
a Mesurée sur 10 éprouvettes au minimum.					
b Il convient que la radioactivité, définie comme étant la somme de l'activité massique de U^{238} , Ra^{226} et Th^{232} , et déterminée par spectroscopie gamma sur de la poudre prête à l'emploi, soit inférieure ou égale à 200 Bq/kg. Cette valeur sera 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. Tous les émetteurs gamma naturels doivent être analysés.					

4 Méthodes d'essai

4.1 Généralités

Toutes les éprouvettes doivent être préparées en utilisant les mêmes méthodes de production que pour les composants d'implants courants, y compris, entre autres: la poudre précurseur; la technique de compactage; les conditions de pression et de cuisson, sauf justification contraire du fabricant.

Si les exigences applicables au rapport d'essai ne sont pas explicitement indiquées dans la présente norme, le rapport d'essai relatif à une propriété donnée doit être rédigé conformément à la norme de référence décrite dans le paragraphe de cette propriété et doit inclure une référence à la présente Norme internationale, à savoir ISO 13356:2015.

4.2 Masse volumique apparente

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

4.3 Composition chimique

La composition chimique doit être 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^[1] ou d'analyse du spectre d'absorption atomique.

4.4 Microstructure

4.4.1 Principe

Pour décrire la microstructure, la taille moyenne des grains est déterminée en mesurant la longueur de l'interception linéaire, conformément à l'ISO 13383-1 ou à l'ASTM E112.

Cinq éprouvettes doivent être utilisées pour déterminer la microstructure.

NOTE La méthode de l'interception linéaire donne une taille nominale moyenne des grains pour la position sélectionnée de la micrographie et non la répartition de la taille de chaque grain.

Pour la sélection, la préparation et l'évaluation des éprouvettes, les lignes directrices suivantes doivent être respectées:

- a) il est recommandé d'utiliser des composants de dispositifs finaux en tant qu'éprouvettes pour évaluer la microstructure;
- b) l'épaisseur des parois des éprouvettes doit représenter le maximum et le minimum des composants de dispositifs du fabricant;
- c) quatre micrographies doivent être prises sur chaque surface, dont les positions doivent représenter les régions au centre et à la surface de l'éprouvette;
- d) la sélection des éprouvettes doit refléter les possibilités de variation de la température dans le four;
- e) l'exigence relative à la longueur moyenne d'interception linéaire des grains donnée dans le [Tableau 1](#) doit être satisfaite à chaque position sélectionnée des micrographies;
- f) l'écart-type de la longueur moyenne d'interception linéaire des grains doit être déterminé à partir des données de toutes les micrographies sélectionnées; l'écart-type doit satisfaire aux exigences données dans le [Tableau 1](#).

La détermination de la longueur moyenne d'interception linéaire des grains doit être organisée de façon à ce que l'homogénéité de la production régulière puisse être évaluée avec une pertinence statistique suffisante. Le fabricant doit justifier le mode opératoire utilisé pour la détermination de la taille de grains en fonction de son processus de fabrication spécifique. Il est recommandé au fabricant d'analyser la fiabilité, la répétabilité et le déroulement du processus de fabrication en ce qui concerne la microstructure (par exemple, validation) et d'utiliser ces informations pour mettre en œuvre le contrôle périodique de la production de routine. Si cette analyse détaillée se déroule avec succès, le contrôle périodique de la microstructure peut être effectué avec un nombre réduit d'éprouvettes et de micrographies.

ISO 13356:2015

Pour améliorer le contraste et la détection des joints de grains, il est recommandé d'utiliser un microscope électronique à balayage (MEB) à une tension d'accélération élevée en combinaison avec des fonctions de détection des électrons secondaires.

4.4.2 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit être préparé conformément à l'ISO 13383-1 ou à l'ASTM E112, selon le cas.

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) l'identification du matériau céramique et des précisions relatives au numéro du lot ou à tout autre code permettant d'identifier sans équivoque les éprouvettes;
- b) le mode de préparation des éprouvettes, y compris des précisions concernant la méthode d'usinage (meulage et polissage) utilisée pour préparer les surfaces d'essai, ainsi que la méthode de décapage;
- c) la longueur moyenne d'interception linéaire et son écart-type, exprimés en micromètres;
- d) au moins une micrographie de l'éprouvette prise pour montrer la microstructure après la gravure thermique. La zone d'échantillon dans laquelle la micrographie a été réalisée n'a pas nécessairement besoin d'être identifiée;
- e) une référence à la présente Norme internationale, c'est-à-dire l'ISO 13356.

4.4.3 Quantité de phase monoclinique

Le mesurage aux rayons X doit être conduit sur l'éprouvette préparée de la manière décrite en [4.5.3](#) et la surface soumise à essai doit être polie.