
**Implants chirurgicaux —
Hydroxyapatite —**

**Partie 3:
Analyse chimique et caractérisation
du rapport de cristallinité et de la
pureté de phase**

Implants for surgery — Hydroxyapatite —

*Part 3: Chemical analysis and characterization of crystallinity ratio
and phase purity*

ISO 13779-3:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 13779-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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 et définitions	1
4 Analyse chimique	4
4.1 Généralités.....	4
4.2 Méthodes d'analyse.....	4
4.3 Appareillage utilisé pour l'analyse chimique.....	5
4.4 Réactifs utilisés pour l'analyse chimique.....	5
4.5 Mode opératoire.....	5
4.6 Expression des résultats.....	6
5 Analyse par diffraction de rayons X	6
5.1 Généralités.....	6
5.2 Appareillage.....	6
5.3 Préparation des échantillons pour essai.....	7
5.3.1 Généralités.....	7
5.3.2 Revêtements.....	7
5.3.3 Échantillon massif.....	7
5.4 Matériaux de référence.....	7
5.5 Réalisation du diffractogramme de rayons X.....	8
5.5.1 Généralités.....	8
5.5.2 Identification des phases cristallisées.....	8
5.6 Abaques, limites et incertitude.....	8
5.6.1 Généralités.....	8
5.6.2 Construction des abaques pour les phases étrangères.....	9
5.6.3 Limite de détection (LD) et limite de quantification (LQ) des phases étrangères.....	10
5.6.4 Incertitude de détermination de la teneur en phases étrangères.....	11
5.7 Détermination qualitative et quantitative des phases étrangères.....	11
5.7.1 Mode opératoire.....	11
5.7.2 Expression des résultats.....	11
5.8 Détermination du rapport calcium par phosphore (Ca:P).....	12
5.8.1 Généralités.....	12
5.8.2 Mesurages sur l'échantillon.....	12
5.8.3 Incertitude de mesure de Ca:P.....	13
5.8.4 Expression des résultats.....	13
5.9 Détermination du rapport de cristallinité.....	13
5.9.1 Justification relative aux différentes méthodes de détermination du rapport de cristallinité.....	13
5.9.2 Généralités.....	14
5.9.3 Mode opératoire A.....	14
5.9.4 Mode opératoire B.....	14
5.9.5 Incertitude du rapport de cristallinité.....	15
5.9.6 Expression des résultats.....	15
6 Rapport d'essai	15
Annexe A (normative) Contamination du phosphate de calcium	17
Annexe B (normative) Essais relatifs à la pureté des phases utilisées dans la réalisation des abaques	18
Annexe C (informative) Exemples de diffractogrammes de rayons X réalisés à partir de divers mélanges utilisés pour construire les abaques	20

Annexe D (normative) Positions des raies de l'hydroxyapatite utilisées pour mesurer le rapport de cristallinité	25
Annexe E (normative) Méthodes de préparation des matériaux de référence	26
Annexe F (informative) Calcul de l'incertitude du rapport Ca:P	29
Annexe G (informative) Analyse quantitative de phases (AQP) par affinement de Rietveld des données de diffraction X	32
Annexe H (informative) Méthode alternative: Détermination du rapport de cristallinité	34
Bibliographie	35

iTeh Standards
(<https://standards.itih.ai>)
Document Preview

[ISO 13779-3:2018](https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018)

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018>

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 attirée 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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 150, *Implants chirurgicaux*, sous-comité SC 1, *Matériaux*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 13779-3:2008), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 13779 peut être consultée sur le site Web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

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'hydroxyapatite a démontré que, si le matériau est utilisé pour des applications appropriées, la réponse biologique peut être d'un niveau acceptable.

La biocompatibilité et la vitesse de résorption de l'hydroxyapatite pour applications chirurgicales peuvent dépendre de la présence des éléments traces, des phases cristallines étrangères et du rapport de cristallinité. Le phosphate de calcium amorphe, le phosphate tétracalcique, le phosphate tricalcique α et le phosphate tricalcique β se sont révélés présenter une solubilité supérieure et peuvent résorber plus rapidement que l'hydroxyapatite dans l'organisme. Le CaO et les métaux lourds peuvent compromettre la biocompatibilité du matériau. Par conséquent, il est important d'évaluer la composition du matériau.

Dans ce domaine, l'évaluation des différents composants des phases cristalline et amorphe a connu des développements continus (du matériel et du logiciel de traitement). Dans le présent document, une nouvelle méthode de mesure du rapport de cristallinité de l'hydroxyapatite est introduite et la méthode de Rietveld est ajoutée comme méthode alternative pour mesurer la teneur en phase étrangère.

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

[ISO 13779-3:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018>

Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite —

Partie 3:

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

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie des méthodes d'essai pour l'analyse chimique, l'évaluation du rapport de cristallinité et de la composition des phases des matériaux à base d'hydroxyapatite comme les poudres, les revêtements ou les produits massifs.

NOTE Ces essais visent à décrire les propriétés du matériau et à les communiquer entre différents organismes. Ces essais ne sont pas rédigés en vue de remplacer les essais de fonctionnement et d'évaluation internes d'une entreprise, bien qu'ils puissent être utilisés comme tels.

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

abaque

courbe de calcul convertissant le rapport de l'intensité intégrée des phases étrangères, mesurée sur le diffractogramme de rayons X, par rapport à l'hydroxyapatite cristalline, en fraction massique de phases étrangères

3.2

limite de détection

LD

quantité minimale de phase étrangère ou d'élément trace qui peut être distinguée de l'absence de cette phase étrangère ou de cet élément trace

Note 1 à l'article: Les exigences et le mode opératoire applicables à l'estimation de la limite de détection des phases étrangères sont établis en [5.6.3](#).

3.3
limite de quantification

LQ

quantité minimale de phase étrangère ou d'élément trace qui peut être quantifiée

Note 1 à l'article: Les exigences et le mode opératoire applicables à l'estimation de la limite de quantification des phases étrangères sont établis en [5.6.3](#).

3.4
hauteur

distance entre le sommet de la raie et la ligne de base du diffractogramme de rayons X, dont on a soustrait le fond continu

3.5
intensité intégrée

aire comprise entre le tracé d'une raie de diffraction et la ligne de base du diffractogramme de rayons X, dont on a soustrait le fond continu

3.6
grattage

retrait du revêtement de son substrat en réduisant au maximum la contamination par ce même substrat

3.7
rapport signal/bruit

hauteur d'une raie du diffractogramme de rayons X divisée par l'amplitude maximale de l'oscillation de la ligne de base

Note 1 à l'article: La hauteur de chaque raie du diffractogramme de rayons X divisée par l'écart maximal de l'oscillation de la ligne de base à proximité de l'emplacement de la raie, dans une zone qui n'est pas susceptible de présenter une raie de phase cristalline.

3.8
phosphate tricalcique α
 α -TCP

composé chimique ayant une structure cristallographique décrite dans la fiche PDF 09-0348 de l'ICDD

Note 1 à l'article: La formule chimique est $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

3.9
phosphate tricalcique β
 β -TCP

composé chimique ayant une structure cristallographique décrite dans la fiche PDF 09-0169 de l'ICDD

Note 1 à l'article: La formule chimique est $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$.

3.10
hydroxyapatite
HA

composé chimique ayant une structure cristallographique décrite dans la fiche PDF 09-0432 ou 72-1243 de l'ICDD

Note 1 à l'article: La formule chimique est $\text{Ca}_5(\text{OH})(\text{PO}_4)_3$.

3.11
phosphate tétracalcique
TTCP

composé chimique ayant une structure cristallographique décrite dans la fiche PDF 25-1137 ou 70-1379 de l'ICDD

Note 1 à l'article: La formule chimique est $\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$.

3.12
oxyde de calcium
CaO

composé chimique ayant une structure cristallographique décrite dans la fiche PDF 4-0777 ou 82-1690 de l'ICDD

3.13
incertitude

intervalle de confiance à 95 % de la mesure, tenant compte de la reproductibilité de mesure

3.14
rapport de cristallinité

rapport entre la somme des intensités intégrées d'une sélection de raies de l'HA de l'échantillon et la somme des intensités intégrées des mêmes raies de l'HA après calcination de l'échantillon à 1 000 °C pendant 15 h

Note 1 à l'article: La cristallinité est parfois définie comme étant le rapport entre la fraction massique d'HA cristalline et la fraction massique d'HA totale (cristalline et amorphe). Cependant, la présente norme ne donne aucune méthode de mesure de la fraction massique totale d'HA. Pour cette raison, le terme «rapport de cristallinité», tel qu'il est défini ci-dessus, est utilisé à la place de «cristallinité».

3.15
fond continu

signal produit par le faisceau de rayons X non diffracté

Note 1 à l'article: Ceci est illustré à la [Figure 1](#).

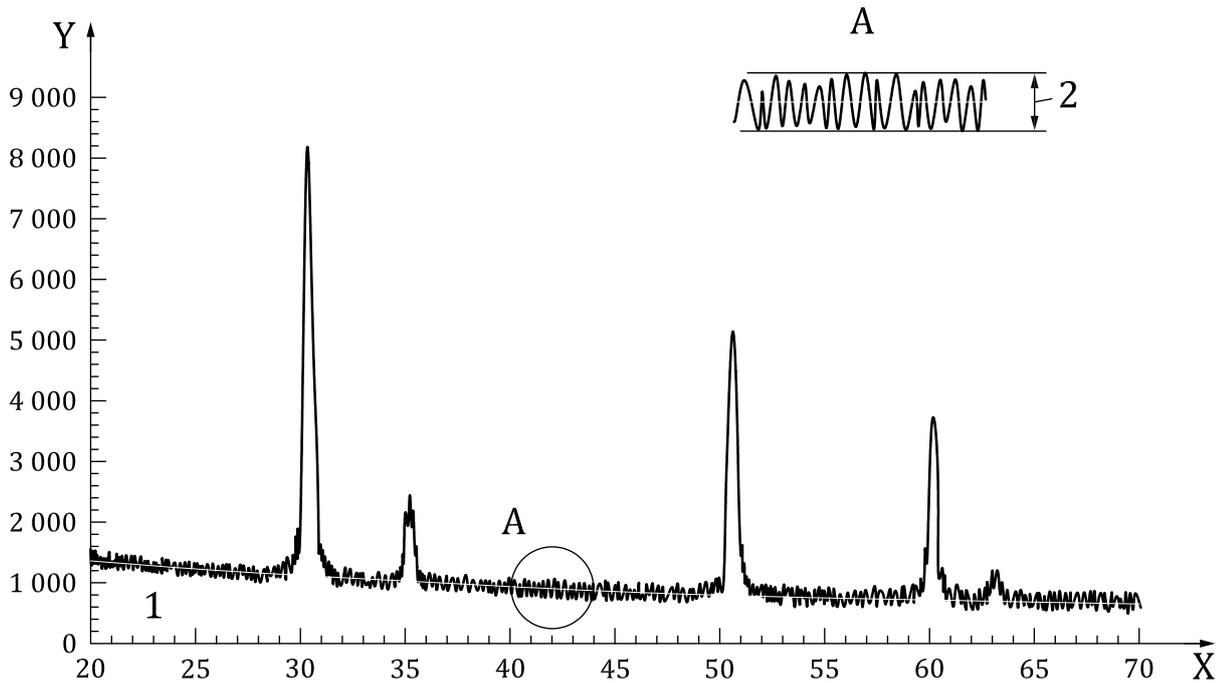
3.16
bruit

variation de l'intensité du signal produit par le diffractomètre de rayons X

Note 1 à l'article: Ceci est illustré à la [Figure 1](#).

3.17
phases cristallines étrangères

phases cristallines différentes de l'hydroxyapatite, détectables par analyse par diffraction des rayons X et constituées de phosphate tétracalcique, de phosphate tricalcique α , de phosphate tricalcique β et d'oxyde de calcium (CaO)



Légende

- 1 fond continu
- 2 bruit
- $X = 2\theta$
- $Y = \text{coups}$

Figure 1 — Illustration du fond continu et du bruit

4 Analyse chimique

4.1 Généralités

Le présent paragraphe spécifie les méthodes de détermination de la teneur en arsenic, cadmium, plomb, mercure et métaux lourds dans les matériaux à base d'hydroxyapatite pour implants chirurgicaux.

La teneur en métaux lourds est considérée comme étant la somme du plomb, du mercure, du bismuth, de l'arsenic, de l'antimoine, de l'étain, du cadmium, de l'argent, du cuivre, et du molybdène.

NOTE Cette liste des éléments figure dans l'ISO 13779-6. La comparaison des éléments trace dans un revêtement à base d'hydroxyapatite (HA) avec les mêmes éléments trace dans une poudre HA indique tout préjudice subi par le HA au cours du processus de revêtement.

Cette méthode peut être utilisée afin de mesurer le calcium et le phosphore pour calculer le rapport Ca:P à la place de la méthode de diffraction des rayons X détaillée en 5.8. Il convient de démontrer l'équivalence entre les résultats obtenus d'après l'analyse chimique et les résultats de la méthode par diffraction des rayons X.

Il peut s'avérer nécessaire d'analyser d'autres éléments (voir [Annexe A](#)).

4.2 Méthodes d'analyse

Les méthodes suivantes peuvent être utilisées après validation et détermination de la limite de détection, de la limite de quantification et des tolérances de mesure. Chaque méthode analytique possède sa propre LD et LQ. Un appareil d'analyse quantitative approprié, ayant une limite de quantification qui n'est pas inférieure à la valeur limite requise dans l'échantillon analysé, doit être utilisé.

La liste n'est pas limitative:

- a) spectroscopie d'absorption atomique, méthode des hydrures;
- b) spectroscopie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique à l'aide de modificateurs de matrice;
EXEMPLE Nitrate de palladium-magnésium.
- c) spectroscopie d'absorption atomique de flamme après complexion et extraction;
- d) plasma à couplage inductif/spectroscopie de masse (ICP/MS);
- e) plasma à couplage inductif/spectroscopie d'émission atomique (ICP-AES); ou
- f) spectroscopie d'absorption atomique (AAS).

L'étalonnage peut être externe ou basé sur la méthode d'ajout dosé. Si la solution d'étalonnage est externe, elle doit contenir une HA dont la teneur en impuretés élémentaires est connue afin de prendre en compte les effets de la matrice HA. La concentration de HA utilisée pour l'étalonnage doit être la même que celle de la solution soumise à essai.

4.3 Appareillage utilisé pour l'analyse chimique

Les récipients utilisés doivent appartenir aux catégories suivantes:

4.3.1 Verrerie de classe A ou

4.3.2 Fiole en polytétrafluoroéthylène (PTFE) (ou équivalent).

Les récipients utilisés pour la dissolution de l'échantillon ne doivent pas contaminer la solution.

NOTE Pour l'analyse du mercure, un récipient en PTFE est approprié afin d'éviter toute contamination éventuelle de la solution.

Avant utilisation, ils doivent être soigneusement lavés à l'acide puis rincés avec de l'eau de qualité 2 (4.4.1).

4.4 Réactifs utilisés pour l'analyse chimique

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique:

4.4.1 Eau de qualité 2, conformément à l'ISO 3696.

4.4.2 Acide nitrique ou chlorhydrique de qualité analytique.

4.4.3 Solutions étalons des éléments à déterminer, préparées soit par pesée, soit à partir de solutions étalons disponibles dans le commerce.

4.5 Mode opératoire

Les échantillons massifs doivent être broyés. Dans le cas de revêtements, l'hydroxyapatite doit être retirée par grattage. Le grattage des revêtements et le broyage des échantillons massifs doivent être réalisés afin de minimiser la contamination de l'échantillon.

L'échantillon de HA doit être dissous dans de l'acide. Il peut être nécessaire d'ajuster la masse de l'échantillon de HA et le type et la concentration de l'acide en fonction de la méthode d'analyse utilisée, ainsi que de la quantité d'éléments à analyser, présents dans la matrice HA. La masse des échantillons de HA, ainsi que le type, le volume et la concentration de l'acide utilisé doivent être consignés.

ISO 13779-3:2018(F)

Placer l'échantillon broyé dans la fiole en PTFE ou en verre (4.3), ajouter précautionneusement la solution acide composée d'eau de qualité 2 (4.4.1) et d'acide nitrique ou chlorhydrique (4.4.2).

NOTE Utiliser $(1,000 \pm 0,001)$ g d'échantillon broyé, $(30 \pm 0,05)$ ml d'eau de qualité 2 et $(1 \pm 0,05)$ ml d'acide nitrique ou chlorhydrique à 52,5 %m peut être un point de départ approprié.

Diluer (par exemple jusqu'à un volume de 50 ml) en utilisant de l'eau de qualité 2 (4.4.1), fermer et agiter soigneusement. Vérifier que l'échantillon est totalement dissous. Un essai à blanc doit être mené en même temps.

La solution doit être analysée au moyen d'une méthode d'analyse adaptée (4.2).

4.6 Expression des résultats

Les valeurs des impuretés inférieures à la limite de détection doivent être exprimées de la manière suivante:

$X < LD$,

où X est l'élément chimique analysé et LD la limite de détection exprimée en mg/kg.

Les valeurs des impuretés qui se situent entre la limite de détection et la limite de quantification doivent être exprimées de la manière suivante:

$LD < X < LQ$, où X est l'élément chimique analysé, LD est la limite de détection exprimée en mg/kg, et LQ est la limite de quantification exprimée en mg/kg.

Pour déterminer la teneur en métaux lourds, la teneur des éléments chimiques inférieure à la limite de détection doit être considérée comme égale à LD. Si la valeur se situe entre la LD et la LQ, la LQ doit être utilisée.

Les valeurs de la teneur en métaux lourds et des impuretés supérieures à la limite de détection doivent être arrondies à 0,1 mg/kg près. Les valeurs de chaque impureté de métaux lourds doivent être consignées.

ISO 13779-3:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/04bedd55-ed7f-4598-a1f2-30e2a7faf00e/iso-13779-3-2018>

5 Analyse par diffraction de rayons X

5.1 Généralités

La méthode par diffraction de rayons X (DRX) décrite dans l'Article 5 repose sur la comparaison des intensités intégrées du diffractogramme de rayons X d'un échantillon avec celles des matériaux de référence.

Une méthode alternative est la méthode de Rietveld (voir Annexe G) qui permet de calculer la teneur en phases étrangères. La méthode de Rietveld peut être utilisée à la place de celle décrite dans l'Article 5 une fois corrélée avec la méthode des intensités intégrées. La LQ, la LD et la précision de la méthode Rietveld doivent être calculées et la différence de résultat entre les deux méthodes doit être quantifiée.

5.2 Appareillage

L'appareillage doit comprendre les éléments suivants:

5.2.1 Mortier et pilon, en alumine, en agate ou en un autre matériau approprié (réduisant au maximum la contamination de l'échantillon).

5.2.2 Tamis de 38 µm ou 40 µm, conforme à l'ISO 3310-1.

5.2.3 Four, capable de maintenir une température de $(1\ 000 \pm 25)$ °C.