
**Implants chirurgicaux — Polyéthylène
à très haute masse moléculaire —**

**Partie 4:
Méthode de mesurage de l'indice
d'oxydation**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Implants for surgery — Ultra-high-molecular-weight polyethylene —
Part 4: Oxidation index measurement method*
(standards.iteh.ai)

ISO 5834-4:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33ccf8d-8950-4e57-9480-b9f5880dc03a/iso-5834-4-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 5834-4:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33ccf8d-8950-4e57-9480-b9f5880dc03a/iso-5834-4-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

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	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Articles d'essai	3
5 Matériaux et appareillage	3
5.1 Matériaux.....	3
5.2 Appareillage.....	3
6 Portée et utilisation	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Préparation des éprouvettes.....	4
7.2 Configuration de l'éprouvette dans le spectromètre.....	4
7.3 Préparation du spectromètre infrarouge.....	4
8 Calculs	4
8.1 Généralités.....	4
8.2 Surface du pic d'oxydation.....	4
8.3 Surface du pic de normalisation.....	4
8.4 Indice d'oxydation.....	5
8.5 Localisation de profondeur.....	5
8.6 Indice d'oxydation de surface de l'échantillon.....	5
8.7 Indice d'oxydation apparent de l'échantillon.....	5
8.8 Profil de l'indice d'oxydation de l'échantillon.....	6
9 Rapports	6
9.1 Généralités.....	6
9.2 Informations relatives au matériau.....	6
9.3 Informations relatives à l'échantillon.....	7
9.4 Paramètres du spectromètre IR.....	7
9.5 Méthodes de calcul.....	7
9.6 Indice d'oxydation de surface calculé de l'échantillon.....	7
9.7 Indice d'oxydation apparent calculé de l'échantillon.....	7
9.8 Profil de l'indice d'oxydation calculé de l'échantillon.....	7
Bibliographie	8

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: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

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 5834-4:2005), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- méthodes d'essai harmonisées avec les normes ASTM respectives;
- mises à jour rédactionnelles en lien avec toutes les autres parties de la série ISO 5834.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 5834 se trouve 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

Le présent document décrit une méthode permettant de mesurer l'étendue relative de l'oxydation présente dans le polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) destiné à être utilisé dans la fabrication des implants chirurgicaux. Le matériau est analysé par spectroscopie infrarouge. L'intensité des absorptions des groupes carbonyles ($>C = O$) centrées au voisinage de $1\,720\text{ cm}^{-1}$ est rapportée à la quantité d'oxygène chimiquement lié présente dans le matériau. Cette méthode ne permet pas de détecter les autres formes d'oxygène chimiquement lié (R1OR2, R1OOR2, ROH, etc.).

Bien que cette méthode puisse permettre à la personne chargée de l'étude de comparer l'étendue relative de l'oxydation des groupes carbonyles présente dans divers échantillons de polyéthylène à très haute masse moléculaire, il est reconnu que d'autres formes d'oxygène chimiquement lié peuvent grandement contribuer aux caractéristiques de ces matériaux.

De nombreux rapports ont démontré l'applicabilité de la méthode infrarouge. Cette méthode particulière, qui utilise l'intensité (surface) de l'absorption C-H centrée au voisinage de $1\,370\text{ cm}^{-1}$ pour normaliser l'épaisseur de l'échantillon, a été validée par un essai interlaboratoires.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 5834-4:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33ccf8d-8950-4e57-9480-b9f5880dc03a/iso-5834-4-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33ccf8d-8950-4e57-9480-b9f5880dc03a/iso-5834-4-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5834-4:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33ccf8d-8950-4e57-9480-b9f5880dc03a/iso-5834-4-2019>

Implants chirurgicaux — Polyéthylène à très haute masse moléculaire —

Partie 4: Méthode de mesurage de l'indice d'oxydation

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode permettant de mesurer l'étendue relative de l'oxydation présente dans le polyéthylène à très haute masse moléculaire.

Il s'applique au polyéthylène à très haute masse moléculaire destiné à être utilisé dans la fabrication des implants chirurgicaux.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte 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).

(standards.iteh.ai)

ISO 5834-2, *Implants chirurgicaux — Polyéthylène à très haute masse moléculaire — Partie 2: Produits sous forme moulée*

ISO 5834-4:2019

ISO 11542-1, *Plastiques — Matériaux à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) pour moulage et extrusion — Partie 1: Système de désignation et base de spécifications*

ISO 11542-2, *Plastiques — Matériaux à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire (PE-UHMW) pour moulage et extrusion — Partie 2: Préparation des éprouvettes et détermination des propriétés*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11542-1 et dans l'ISO 11542-2 ainsi que les 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

dimension d'ouverture

L_a

longueur et largeur d'une ouverture rectangulaire ou diamètre d'une ouverture circulaire, utilisée par un spectromètre infrarouge pour effectuer des mesurages spectrographiques

3.2 indice d'oxydation apparent

$I_{ox,b}$

<pour un échantillon> moyenne des indices d'oxydation obtenus sur une distance de 0,5 mm, environ, autour du centre du profil d'indice d'oxydation de l'échantillon

Note 1 à l'article: Il s'agit généralement d'un plateau représentant les indices d'oxydation les plus faibles. Pour les échantillons d'une épaisseur inférieure à environ 8 mm ou 10 mm, cette région centrale peut afficher les indices d'oxydation les plus élevés de l'échantillon, en fonction de son état d'oxydation.

3.3 localisation de profondeur

d_l

mesurage de la distance moyenne entre la surface articulaire, ou la surface utile, et l'endroit dont on a collecté un spectre et calculé un I_{ox} correspondant

3.4 pas

L_i

distance entre deux points adjacents situés sur un film d'essai où des spectres infrarouges séquentiels sont collectés

Note 1 à l'article: Cette distance est généralement une constante pour une éprouvette donnée.

3.5 surface du pic de normalisation

A_{norm}

surface totale du ou des pics de normalisation entre 1 330 cm^{-1} et 1 396 cm^{-1}

Note 1 à l'article: Cette surface est calculée comme la surface entre la ligne de base et le tracé spectral, comme le montre la [Figure 1](#).

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5834-4:2019
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e33ccf8d-8950-4e57-9480-b9f5880dc03a/iso-5834-4-2019>

3.6 oxydation

introduction d'oxygène dans une autre molécule (par exemple PE-UHMW), au moyen d'une liaison chimique covalente

3.7 indice d'oxydation

I_{ox}

rapport de la surface du ou des pics d'absorption entre 1 650 cm^{-1} et 1 850 cm^{-1} (A_{ox}) à la surface du ou des pics d'absorption entre 1 330 cm^{-1} et 1 396 cm^{-1} (A_{norm})

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

3.8 profil de l'indice d'oxydation

représentation graphique des variations de l'indice d'oxydation de l'échantillon en fonction de la distance à partir de sa surface articulaire ou de la surface utile

Note 1 à l'article: Il s'agit d'une représentation graphique de I_{ox} en fonction de d_l . Le graphique représentera généralement le profil sur l'intégralité de l'épaisseur de l'échantillon.

3.9 surface du pic d'oxydation

A_{ox}

surface totale du ou des pics d'absorption entre 1 650 cm^{-1} et 1 850 cm^{-1}

Note 1 à l'article: Cette surface est calculée comme la surface entre la ligne de base et le tracé spectral, comme le montre la [Figure 1](#).

3.10 indice d'oxydation de surface

$I_{ox,s}$

<pour un échantillon> moyenne des indices d'oxydation de la surface articulaire de l'échantillon ou de la surface utile, jusqu'à une profondeur de 3 mm sous la surface

4 Articles d'essai

Les articles d'essai doivent être obtenus à partir de matériaux moulés à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire et classés en Type 1, en Type 2 ou en Type 3 conformément à l'ISO 5834-2.

NOTE Pour cette application, les produits finis à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire ne sont pas pourvus de stabilisateurs de lumière et il convient donc de les protéger de l'influence des rayons UV.

5 Matériaux et appareillage

5.1 Matériaux

Les articles d'essai utilisés pour le mesurage de l'indice d'oxydation doivent être obtenus à partir de produits sous forme moulée à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire conformes aux exigences de l'ISO 5834-2.

5.2 Appareillage

5.2.1 Spectromètre infrarouge, étalonné, permettant d'enregistrer un spectre d'absorption et de transmission sur une gamme comprise entre environ 1 200 cm^{-1} et 2 000 cm^{-1} , en utilisant des films d'une épaisseur de 150 μm à 250 μm , à une résolution de 4 cm^{-1} et une ouverture d'environ 0,2 mm \times 0,2 mm. Un pas de 0,2 mm est recommandé.

D'autres modes de collecte [c'est-à-dire la réflexion partielle, la réflexion totale atténuée (RTA), etc.] et d'autres dimensions d'ouvertures et de pas peuvent être utilisés pour générer le spectre d'absorption de l'échantillon, à condition qu'il puisse être démontré qu'ils donnent des résultats équivalents. Une ouverture trop grande peut donner un profil moins exact.

Lorsqu'un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF) est utilisé, au moins 32 balayages par spectre doivent être effectués, sauf si la reproductibilité des résultats peut être justifiée comme décrit dans l'ASTM F2102, auquel cas un minimum de 8 balayages doit être effectué. Il convient de purger l'instrument IR-TF et le compartiment à échantillon avec un gaz inerte exempt d'humidité et de dioxyde de carbone (par exemple de l'azote, de l'hélium ou de l'argon) pour réduire le plus possible l'interférence spectrale provenant de ces composants.

5.2.2 Porte-éprovette, permettant de placer avec exactitude l'échantillon sous l'ouverture.

5.2.3 Microtome, permettant de produire des coupes (films) d'un échantillon, de 150 μm à 250 μm d'épaisseur, perpendiculairement à la surface articulaire ou à la surface utile.

6 Portée et utilisation

Les méthodes décrites dans le présent document peuvent être utilisées pour mesurer les indices d'oxydation des composants à base de polyéthylène à très haute masse moléculaire dans des conditions en temps réel comme le vieillissement en conditions de stockage et après implantation et oxydation accélérée.