NORME INTERNATIONALE

ISO 13779-3

Deuxième édition
2018-12

Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite —

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

Implants for surgery — Hydroxyapatite —

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

Numéro de référence
ISO 13779-3:2018(F)

© ISO 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**

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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**

 © ISO 2018 – Tous droits réservés

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.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

Implants chirurgicaux — Hydroxyapatite —

Partie 3:
Analyse chimique et caractérisation du rapport de cristallinité et de la puréte 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.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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 $Ca_3(PO_4)_2$.

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 $Ca_3(PO_4)_2$.

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 $Ca_5(OH)(PO_4)_3$.

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 $Ca_4(PO_4)_2O$.

© ISO 2018 – Tous droits réservés

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

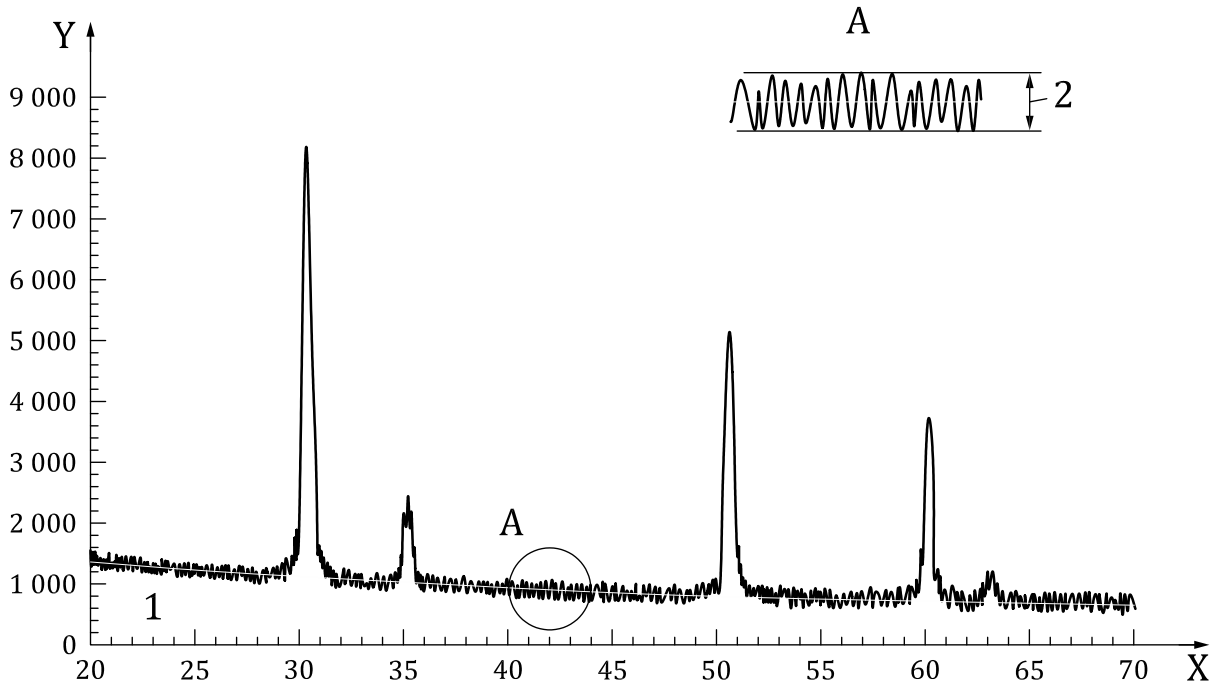
Note 1 à l'article: Ceci est illustré à la Figure 1.

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)

© ISO 2018 – Tous droits réservés



Légende

1 fond continu

2 bruit

X = 2 θ

Y = 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.

© ISO 2018 – Tous droits réservés