



Sur les poches de perfusion, l'identification des VOC est réalisée grâce à la bibliothèque NIST. L'analyse doit toutefois toujours être confrontée aux données matériaux pour éviter les incohérences.

Source : ©sudok1 - stock.adobe.com

## Caractérisation physicochimique des polymères utilisés dans les DM

Isabelle Coco,  
Responsable du  
département Analyses de  
Rescoll

Rescoll développe depuis 20 ans une expertise pointue en matière de caractérisation des polymères employés dans les dispositifs médicaux et de leurs produits de dégradation. Isabelle Coco rappelle ici les aspects à considérer et illustre son propos par deux exemples dans des secteurs bien distincts.



Source : Rescoll

Isabelle Coco est intervenue sur cette même thématique à La Rentrée du DM 2020 à Besançon.

**L**es matériaux polymères constituent une famille de matériaux très large qui regroupe à la fois les résines, les plastiques ou encore les caoutchoucs et offre un très large spectre de propriétés.

Dans le domaine des dispositifs médicaux, seules certaines familles de polymères sont employées comme le polyéthylène haute densité, le PEEK, les silicones ou des adhésifs sensibles à la pression comme des acryliques ou des polyuréthanes.

Les matériaux polymères utilisés dans des applications médicales ont une structure et une composition complexes intégrant souvent plus de 10 constituants de nature différente, qu'il s'agisse d'additifs, de résines, de catalyseurs, de charges ou encore d'agents rhéologiques. De ce fait, les dispositifs médicaux en polymères sont plus compliqués à analyser que ceux en métal ou en céramique et nécessitent une expertise pointue.

De plus, les procédés de mise en œuvre par transformation physique ou via une réaction de poly-

mérisation permettant d'aboutir au produit fini ont une incidence importante sur ses propriétés finales.

Les étapes de validation d'un dispositif médical imposent la réalisation d'opérations de caractérisation physico-chimique suivant la norme d'essai ISO 10993-18 pour l'identification des extractibles et des relargables.

### Définir les bonnes conditions d'extraction : un prérequis important

Le choix des conditions d'extraction est primordial pour l'analyse des relargables selon l'ISO 10993-18 et notamment le choix des solvants d'extraction. Deux à trois solvants à polarités variables doivent être utilisés pour réaliser les extractions sur le matériau : *a minima* un solvant polaire (généralement l'eau) et un solvant apolaire (à définir en fonction de la nature du polymère). Pour des contacts court terme, l'extraction simulée est souvent une solution pertinente.

## DEUX CAS D'APPLICATION

### Analyse d'une poche de perfusion et d'un implant en silicone non résorbable

1. Une **poche de perfusion** est constituée de PVC et de plastifiants qui apportent la souplesse recherchée pour ce type de produit.

L'analyse par screening semi-quantitatif des composés organiques volatils (par GCMS HS) sur l'extrait aqueux permet généralement d'identifier de la cyclohexanone, solvant utilisé pour la mise en œuvre des collages des raccords de poche.

Les identifications des VOC sont réalisées grâce à la bibliothèque NIST. Peu de composés sont non identifiés mais attention toutefois aux « faux amis ». L'analyse doit toujours être confrontée aux données matériaux pour éviter les incohérences.

La recherche de composés et la quantification sont réalisées par Screening semi-quantitatif.

2. Les **implants en silicone** sont quant à eux généralement mis en œuvre par réaction de polymérisation entre deux composants en présence d'un catalyseur. Le degré d'avancement de la polymérisation est un facteur clé à maîtriser. Si la polymérisation n'est pas complète, certains oligomères siloxanes peuvent être extraits et compliquer la validation du DM.

L'utilisation d'un solvant organique apolaire de type hexane favorise l'extraction de nombreux oligomères silicones alors que le dispositif médical ne présente pas de modification notable. L'analyse de ces données nécessite une expertise pointue et une base de données spécifique constituée par le laboratoire de tests au fil de son expérience pour identifier si ces molécules proviennent des matières premières de base, d'impuretés ou sont formées lors de la réaction de polymérisation.

Une fois l'extraction terminée, la norme ISO 10993-18 recommande une batterie de tests sur les extraits obtenus :

- GCMS HS pour les composés organiques volatils (VOC), GCMS pour les composés organiques semi-volatils (SVOC) et UPLC-MS pour les composés organiques non volatils (NVOC). Les analyses mettent en évidence ici la présence de solvants résiduels, monomères résiduels, additifs de mise en œuvre, impuretés (oligomères), stabilisants, plastifiants...
- ICP-OES/ ICP-MS pour les métaux et minéraux. On retrouve des catalyseurs de polymérisation, des additifs de mise en œuvre, des charges minérales extractibles...
- CI pour les anions, ce qui ne présente pas un grand intérêt pour le cas des polymères.

### Caractérisation des produits de dégradation des DM en polymères

Les matériaux polymères évoluent dans le temps et voient leurs propriétés se dégrader notamment sous l'influence de la température, de l'humidité, de fluides ou de contraintes mécaniques.

L'identification des produits de décomposition est nécessaire pour la validation d'un DM. Une fois la caractérisation initiale effectuée, l'évaluation biologique doit prendre en compte les éventuels produits de dégradation des polymères.

Pour cela, il est possible d'effectuer un essai de dégradation accélérée ou simulée afin de mettre en évidence une dégradation. Les conditions d'essais et des critères d'évaluation sont définis dans la norme ISO 10993-13 : Norme générique. *eg*  
[www.rescoll-medical.fr](http://www.rescoll-medical.fr)

## INFO

Rescoll accompagne les fabricants dans leurs démarches de conception et de validation de DM avec une large palette d'essais accréditée ISO 17025 : validation de nettoyage par HCT/COT, identification des contaminants inorganiques par ICP et chromatographie ionique ainsi que différentes caractérisations physico-chimiques et mécaniques. La portée d'accréditation est consultable sur le site du COFRAC.



Spécialiste de la  
**CONCEPTION**  
**PRODUCTION**  
**COMMERCIALISATION**  
 de dispositifs médicaux  
 techniques et innovants

#### PERFUSION



#### DIAGNOSTIC

#### OPHTALMOLOGIE



#### ORTHOPEDIE

#### DM COMPLET



#### PACKAGING

#### DOSAGE



Certifié salles blanches : ISO 7,  
 ISO 8, ISO 9.



tel : +33 (0) 4 74 81 19 19

[contactmedical@erce-medical.com](mailto:contactmedical@erce-medical.com)

[www.erce-medical.com](http://www.erce-medical.com)