



République Algérienne Démocratique et Populaire



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de

la Recherche Scientifique

Université Abbes Laghrou – Khenchela

Faculté de science de la matière

Département de physique

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de MASTER

Option : physique des matériaux

Thème:

**Structure et comportement tribologique d'un alliage de
titane élaboré par broyage mécanique de haute énergie
(Mécano synthèse)**

Présenté par:

- *Boudjemaa Nawel*
- *Abdalaoui Souaad*

Jury de soutenance :

Président: Mme Adnane Dounia :

Encadreur: Mme : Hammadi Fouzia

Examineur:

Année Universitaire : 2019 / 2020

Remerciement



CE travail est l'aboutissement d'un

Dur labeur et de beaucoup de sacrifices;

Le grand remerciement à l'ALLAH

Nous avoir donné le courage, la volonté et la patience pour

Achever ce travail.

NOUS tenons à remercier **NOS PARENTS** pour tous leurs

Efforts tout au long de notre vie. Merci.

Nous envoyons nos sincères remerciements

Pour la plus belle fleur du monde, le bijou

Distinguée: Mme Madame **HAMMADI. FOUZIA**,

Qui était la lumière pour nous dans les nuits sombres

Merci beaucoup pour vos conseils et votre aide

Nous remercions par ailleurs vivement les **MEMBRES**

DU JURY de nous avoir fait l'honneur de juger notre travail et

D'assister à la soutenance

N'oubliez pas de remercier le professeur, chef

Du département de physique **NAWEL HZIL**

En fin de compte, nous tenons à remercier tous

Ceux qui nous ont aidés de près ou de loin,

Merci à tous

NAWEL ET SOUAD

Dédicace



Je dédie ce travail

A mes chers parents,

Pour tous leurs sacrifices, leur amour,

Leur tendresse, leur soutien et leurs

Prières tout au long de mes études,

*A mes chères sœurs **SAMIA, NADJET ; HIBA ; DIDA, ZINEB ; FOUZIA***

***GHALIA ; HOUDA...** pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,*

*A mes chers frères, **KAMEL ; YACINE ; HAMOUDA***

***CHAMSSOU.** Pour leur appui et leur encouragement,*

*A les étoiles de ma vie **MASSI ; RAHAF DJIJI SALSABIL ET ANNES***

*Une spéciale dédicace à mon professeur **Hammadi Fouzia** Pour sa fatigue constante et son générosité*

*A ma binôme **Soaad***

*A l'âme de ma chère tante **Fatma***

A tout amateur de physique je

Dédie mon humble travail

NAWEL ; B



Dédicace



Je dédie cet humble travail

À mes très chers parents (ma mère) (mon père) l'hommage ne peut pas être à la hauteur L'amour ne cesse de me remplir.

Qu'Allah leur donne

En bonne santé et longue vie

À ceux qui m'ont encouragé dans mon cheminement vers l'excellence et le succès,

Mes chères sœurs (marayam ; rahima ; akila ; fayza ; salima ; nour alhouda ; hayat ; khawela) pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral,

Chères frères (abd allah ; mouhamed ; elssadik ; belkassem ; walide ; allaadine ; mikdad ; fateh ; bahaa aldinne) pour leur appui et leur encouragement

Aux petites poussins (ayoub ; takwa ; fatima ; issrra ; taha)

À mes copains à mes chers amis

Au professeur hammadi Fouzia

Merci, pour votre soutien continu

SOUAD

Table de Matières

Sommaire :

Remerciements	
Dédicace	
Table de matière	
Liste des figures	
Liste des tableaux	
Liste des abréviations	
Introduction générale	

Chapitre I : Etude bibliographique

Partie 1 : l'articulation de la hanche	15
I.1.1- Introduction	15
I.1.2-Pathologie des articulations	15
I.1.2.1- L'arthrose	16
I.1.2.2- L'arthrite rhumatoïde	16
I.1.2.3- Le spondylose rhizomélique	16
I.1.2.4- La Nécrose a vasculaire	16
Partie 2 : Prothèse de hanche et leurs problèmes	17
I.2.1- Définition	17
I.2.2-Description des éléments composant une prothèse de hanche	17
I.2.3- Fixation de la PTH	18
I.2.3.1-Prothèses non cimentées.....	18
I.2.3.2-Prothèses cimentées.....	19
I.2.3.3-Prothèses hybrides ou semi cimentée.....	19
I.2.4- Ciment chirurgicale.....	19
I.2.5- Les couples de frottements d'une prothèse totale de hanche	20
a) Le couple Polyéthylène-Métal	21
b) Le couple Céramique-Polyéthylène.....	21
c) Le couple Céramique-Céramique	21
d) Le couple Métal-Métal.....	21
I.2.6-Problématique du choix de la prothèse	21
I.2.7-Examens utiles au choix de la prothèse	22
I.2.7.1-Examens radiologiques.....	22
I.2.7.2-Qualité de l'os	22
I.2.7.3-Interrogatoire clinique	22
I.2.7.4-Qualité de vie.....	23
I.2.8- choix de la prothèse selon le type de fixation	23
I.2.9-Choix de la prothèse selon le couple de frottement	23
I.2.10-Problèmes liés à l'usure mécanique des surfaces articulaires	24
I.2.10.1- Luxation	24
I.2.10.2-Descellement	25

I .2.10.3-Usure	25
I .2.11- Notion de biocompatibilité	26
I .2.11.1- Introduction	27
I .2.11.2- Les différents types de biocompatibilité	27
a) La biocompatibilité structurale.....	28
b) La biocompatibilité des surfaces	28
Partie 3 : les biomatériaux	29
I .3.1- Généralités sur les biomatériaux	29
I .3.2- Définition	30
I .3.3- Impact des Biomatériaux	30
I.3.4- Les champs d'application des biomatériaux.....	30
I .3.5- Différents classes des biomatériaux	30
a) Les métaux et alliages métalliques	31
b) Les céramiques	31
c) Les polymères et autre matière molle.....	32
d) Les matériaux d'origine naturelle	32
I .3.6- Les nanostructures.....	33
I .3.6.1- Introduction.....	36
I .3.6.2- Spécificités des nanomatériaux.....	36
I .3.6.3- Procédés d'élaboration des nanomatériaux.....	36
I .3.6.3.1- Méthode de broyage à haute énergie ou mécano-synthèse	37
I.3.6.3.1.1- Introduction	37
I.3.6.3.1.2- Définition	37
I.3.6.3.1.3- Appareillage	37
a) L'attriteur	37
b) Broyeur planétaire	37
c) Le broyeur vibrant	37
I.3.6.3.1.4- Les paramètres impliqués dans le mécano synthèse	37
a) L'énergie du broyeur.....	37
b) La nature des billes et des jarres	37
c) Le rapport masse bille/masse poudre	37
d) Le degré de remplissage.....	38
e) L'atmosphère	37
f) Temps de broyage	37
g) Broyage continu ou séquentiel.....	37
h) La température	37
i) La contamination.....	37
I.3.6.3.1.5- Mécanisme de broyage mécanique haut énergie.....	37
• Stade primaire	37
• Stade intermédiaire	37
• Stade finale	38

I.4-Le titane et ces alliages	37
I .4.1-Le titane pur	37
I .4.2- Influence des éléments d'addition	37
a) Les éléments neutres	37
b) Les éléments alpha gènes	37
c) Les éléments bêta gènes	38
I.4.3-Structure.....	38
I .4.4- les alliages de titane	38
a) Les alliages de type α □	38
b) Les alliages de type β + α □	39
c) Les alliages de type β □	39
I .4.5- Caractéristique des microstructures	39
I .4.5.1-Microstructure lamellaire	39
I .4.5.2- Microstructure martensitique.....	39
I .4.5.3- Microstructure équiaxe	40
I .4.5.4 Microstructure bimodale.....	40

Conclusion

Chapitre II : Matériaux Et Techniques Expérimentales

II .1 Introduction.....	39
II .2 Matériau étude et de synthèse	39
II .2.1 Propriétés générales du Titane.....	40
II .2.2 Effets des éléments d'additions	40
II .2.3 Propriétés générales de l'Aluminium	39
II .2.4 Caractéristiques du fer	39
II .3 Technique de caractérisations	40
II .3.1 Introduction	40
II .3.2 Caractérisations structurales	39
II .3.2.1.1 Profil de microdurté.....	39
II .3.2.1.2 Mesure de micro dureté	40
II .3.3 Diffraction des rayons X.....	40
II .3.3.1 Le rayonnement X	39
II .3.3.2 Principe.....	39
II .3.3.3 Appareillage	40
II .3.4 Microscopie électronique à balayage (MEB)	40
II .3.4.1 Principe.....	39
II .3.4.2 Appareillage	39
II .3.5 Préparation des échantillons	40
II .3.6 Détermination rugosité	40
II .3.6.1 Rugosité.....	39
II .3.6.2 Paramètres de rugosité unidimensionnelle	39
II .3.6.3 Mesure de la rugosité.....	40
II .3.6.3 .1Caractérisation tribologique.....	40
II .3.6.3.2 Introduction	39
II .3.6.3.3 Définition de la tribologie.....	39
II .3.6.3.4 Définition de tribomètre	40
II .3.6.3.5 Définition des surfaces solides	40

II .3.6.3.6 Evaluation du coefficient de frottement	39
II .3.6.3.6.1 Frottement	39
II .3.6.3.6.2 Définition du coefficient de friction (frottement)	40
II .3.6.3.7 Usure des surfaces de contact	40
II .3.6.3.7.1 Mécanisme d'usure	39
II .3.6.3.7.2 Lois d'usure	39

Conclusion

Chapitre III : Partie expérimentale

III .1 Introduction	40
III.2 Matériels et méthodes	40
III.2.1 Processus de synthèse	39
III.2.2 Caractérisation structurale	39
III.2.3 Caractérisation tribologique	40
III.3 Résultats et discussions	40
III.3.1 Caractérisation structural	39
III.3.2 Caractérisation mécanique	39
III.3.3 Caractérisation tribologique	40
III.3.3.1 Évolution du coefficient de frottement	40
III.3.3.2 Évolution du volume et du taux d'usure	39

Conclusion générale

Résumer

ملخص

Abstract

Bibliographie & Références

Liste des figures

Figure 1.1 Articulation coxo-fémorale de la hanche	15
Figure 1.2 Ligaments du bassin et de l'articulation coxo-fémorale, vues postérieure (à gauche) et antérieure (à droite)	16
Figure 1.3 : Eléments constituant une prothèse totale de hanche modulaire	17
Figure 1.4 Exemples de tiges fémorales monobloc courte et longue (+ tête).....	17
Figure 1.5 : Schéma montrant l'intégration osseuse optimale de la tige d'une prothèse totale de hanche non cimentée	18
Figure 1.6 : prothèse non cimentée	18
Figure 1.7 prothèse cimentée	19
Figure 1.8: La structure de la tige d'une prothèse totale de hanche cimentée	20
Figure 1.9 prothèse hybride	20
Figure 1.10 Couple Polyéthylène-Métal	23
Figure 1.11 Couple céramique-polyéthylène.....	23
Figure 1.12 Couple Céramique-Céramique	23
Figure 1.13 Couple Métal-Métal.....	24
Figure 1.14 Schéma d'implantation d'une prothèse de hanche scellée	26
Figure 1.15 Biomatériaux dans un corps humain	26
Figure 1.16 les différentes classes de nanomatériaux en fonction de leur dimensionnalité.....	28
Figure 1.17 Broyeur à boulets (a), broyeur attriteur (b), broyeur planétaire (c).....	29
Figure 1.18 Cristallographie du titane pur en fonction de la température.	31
Figure 1.19 les structures cristallines de titane	32
Figure 1.20 diagramme pseudo-binaire, influence des éléments d'addition et phases	33
Figure 1.21 Exemple microstructure lamellaire	38
Figure 1.22 : Exemple de microstructure équiaxe	39
Figure 1.23 : Exemple de microstructure bimodale.....	41
Figure 2.1 : l'émission des rayons X	41
Figure 2.2 : principe de la loi de Bragg [113].....	42
Figure 2.3 : principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg-Brentano [115]	44
Figure 2.4 : photographie de l'appareil utilisé pour réaliser DRX	45
Figure 2.5 : Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur EDS	45
Figure 2.6 : Appareille MEB	46
Figure 2.7 : Schéma des différentes parties d'un MEB	48
Figure 2.8 : présentation des différentes étapes de la fragmentation .a) échantillons centimétriques à concasser dans un mortier en acier ;b) poudre grossière submillimétrique ; c) poudre finale après broyage ; d) la même poudre caractéristique par MEB.....	49
Figure 2.9 : un support spécifique au MEB	50
Figure 2.11 présentation des outils de préparation métallographique .a) meule diamantée ;b) presse à chaud pour enrobage ;c) platine de polissage	52

Figure 2.12: Rugosimètre.....	53
Figure 2.13 : Descriptif du tribomètre	57
Figure 2.14: contact entre deux en présence de frottement	57
Figure 2.15 : un tribomètre	58
Figure 2.16 : Quelques exemples de surfaces.....	59
Figure 2.17 : valeurs de coefficient de frottement associées à plusieurs situations d'après	60
Figure 2.18 : Exemple des résultats de coefficient de frottement apparent (a) et de flux de chaleur transmis vers le pion (b).....	60
Figure 2.19 dispositif expérimental pour les essais de frottement.....	60
Figure 2.20 : phases de dégradation par usure d'une pièce ou d'un mécanisme	60
Figure 2.21 Exemple d'usure abrasive.....	60
Figure 2.22 : exemple d'usure par adhésion	60
Figure 2.23: exemple d'usure par corrosion	60
Figure 2.24: exemple d'usure par fatigue	60
Figure 3.1 : Modèles XRD d'alliages de poudres de titane broyés versus : un broyage 2 h et b 18 h.....	60
Figure 3.2 : Tailles moyennes des cristallites $\langle D \rangle$ (nm) des mélanges d'alliages de poudre de titane en fonction du temps de broyage.....	60
Figure 3.3 : Valeurs de dureté Vickers des alliages de titane en fonction du temps de broyage	60
Figure 3.4 : Coefficients de frottement des alliages de titane broyés en fonction de la distance de glissement.....	60
Figure 3.5 : Coefficients de frottement moyens des alliages de titane sous différents temps de broyage	60
Figure 3.6 : Evolution du volume d'usure ($\times 10^{-6} \mu\text{m}^3$), b du taux d'usure ($\times 10^{-2} \mu\text{m}^3 \text{N}^{-1} \mu\text{m}^{-1}$) des alliages de titane broyés sous différents temps de broyage	60
Figure 3.7 : Micrographies MEB correspondant aux surfaces usées d'un alliage de titane broyés de 18 h tel que reçu	60

Liste des tableaux

Tableaux 1.1 : Les différentes tailles disponibles d'une prothèse totale de hanche non cimentée	15
Tableaux 1.2 : les différentes tailles disponibles d'une prothèse totale de hanche cimentée	16
Tableaux 1.3: Composition du ciment imprégné d'antibiotique	17
Tableaux 1.4: Domaine d'applications des biomatériaux.....	17
Tableaux 1.5: L'utilisation des métaux.....	18
Tableaux 1.6: Les procédés de la fabrication des nanostructures.....	18
Tableaux 1.7 : classification des éléments d'addition des alliages de titane	19
Tableaux 1.8 : Quelques caractéristiques physico-chimiques du titane pur	20
Tableaux 2.9: exemples des valeurs de coefficient de frottement obtenues pour différents matériaux.....	20
Tableaux 3.10: Taille de cristallite en fonction des temps de broyage.....	23

Liste des abréviations et Sigles

MPa	Le mégapascal, de symbole MPa, est une unité de pression ou de contrainte valant un million de pascals (10^6 Pa) ¹ .
GPa	GPa est le symbole :du gigapascal, une unité de pression valant un milliard de pascals (10 000 fois la pression atmosphérique)
uma	L'unité de masse atomique unifiée ¹ ,
Pg	(Métrologie) (Physique) Unité de mesure de masse du Système international (SI), valant 10^{-12} gramme ou 10^{-15} kilogramme, et dont le symbole est pg.
HC	structure hexagonale compacte
KV	KV est un sigle, qui signifie : kilovolt, dans le domaine de l'électricité
mA	milliampère Unité de mesure d'intensité du courant électrique du Système international (SI), valant 10^{-3} ampère,
ASTM	American society for testing and materials
I max	Intensité maximale
JCPDS	Est une dans le DRX
MEB	Microscope électronique a haliage
DRX	Diffraction des rayon X
PTH	Prothèse total de hanche
Ppm	Une fraction massique(1Ppm =1mg/g
IRM	L'imagerie par résonance magnétique
RA	L'arthrite thumaiode
AVN	La nécrose a vasculaire
(CC)	Cubique centré
B^f	Bruit de fond
L i	La largeur intégrale
IR	Infrarouge
UV	Ultra violet
I	la longueur de la ligne de balayage horizontale de l'écran de M
OM	Microscopique optique
V	Vitesse de la machine
Lo	la longueur initiale de l'éprouvette
Σ	La charge unitaire de l'éprouvette
S₀	Section initiale de l'éprouvette
R_e	Résistance élastique à la l'éprouvette
R_□	La charge maximale
So	Section initiale
Sr	Section après rupture
V	le coefficient de Poisson (aussi appelé coefficient <i>principal</i> de Poisson)
G	le module d'électricité transversale cisaillement
FWHM	La largeur a mi -hauteur
µg	Microgramme , unité de mesure d'intensité du courant électrique du système international (SI) , valant 10^{-6} gramme
EDS	La spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie

Introduction Générale

Introduction générale

L'utilisation des alliages de titane est en constante augmentation dans les applications biomédicales en raison de leur haute biocompatibilité et de leurs bonnes propriétés mécaniques par rapport aux biomatériaux conventionnels. En raison de leurs excellentes propriétés, ils ont également été appliqués à l'industrie aérospatiale, à l'industrie pétrolière et également à la médecine. On sait que le Ti peut être allié à divers éléments pour améliorer encore ses propriétés, telles que les performances à haute température et la formabilité. La résistance de l'alliage est beaucoup plus élevée que celle du titane pur, lorsque de l'aluminium (Al) et du vanadium (V) sont ajoutés au titane pur en petites quantités.

Cependant, la libération d'ions Al et V par la dissolution du film passif sur les surfaces de l'alliage produit un effet toxique, causant de graves problèmes de santé. Pour cette raison, les éléments bêta-eutectiques (β) non allergiques et non toxiques tels que le niobium (Nb) et le fer (Fe) ont été utilisés comme éléments d'alliage sûrs pour développer des alliages de titane à faible module élastique et à haute résistance. L'alliage Ti avec de l'aluminium et du fer s'avère plus adapté aux applications d'implants.

Le Ti est actuellement utilisé en dentisterie et l'alliage Ti-6Al-4V est utilisé dans de nombreuses applications orthopédiques. Cependant, il présente de nombreux inconvénients et limitations. Les obstacles les plus importants qui empêchent une utilisation plus large des alliages à base de titane et limitent leurs applications dans des conditions de glissement et des charges de contact sont de mauvaises propriétés tribologiques telles qu'un coefficient de frottement élevé et une faible résistance à l'usure par abrasion associée à une dureté relativement faible. Par conséquent, afin d'améliorer les propriétés tribologiques des alliages de titane, diverses méthodes ont été appliquées pour améliorer la résistance à l'usure abrasive et au cisaillement plastique. Johnson et Eberhardt, par exemple, ont amélioré la résistance à l'usure du Ti-6Al-4V par oxydation thermique. Bien qu'il s'agisse d'une voie de traitement peu coûteuse pour l'amélioration des performances d'usure, elle souffre de limitations comme d'autres procédés tels que la nitruration et la boruration.

Récemment, une nouvelle voie de traitement pour la production commerciale d'alliages de titane de qualité inférieure a été développée ce qui devrait faciliter l'utilisation du Ti, en

particulier dans l'industrie médicale. Cependant, jusqu'à présent, de nombreux efforts ont été consacrés uniquement à l'évaluation des propriétés mécaniques et microstructurales des alliages de titane β avec ajout de Fe et Nb, mais très peu d'études ont été systématiquement menées pour évaluer le comportement tribologique et les propriétés mécaniques du type α Alliage Ti-6Al avec ajout de Fe.

Des alliages de titane nanostructures ont également été développés pour améliorer les propriétés mécaniques. Cependant, les corrélations entre les conditions de broyage, la microstructure et le comportement tribologique n'ont pas été très bien étudiées pour ces alliages nanostructures. Dans le broyage mécanique, l'un des paramètres les plus importants est le temps de broyage, car il affecte considérablement la résistance à l'usure et la durabilité de la prothèse totale de hanche. Habituellement, le temps est choisi de manière à atteindre un état stationnaire entre la fracturation et le soudage à froid des particules. Le temps requis varie en fonction des conditions d'usinage. Par conséquent, il est toujours bon de broyer les poudres juste pour le temps nécessaire et pas plus.

Par conséquent, la présente étude a été entreprise avec l'objectif principal d'examiner les effets du remplacement du vanadium (V) par le fer (Fe) sur le comportement tribologique des alliages de titane nanostructures broyés et pressés isostatiques à chaud (HIPed). En outre, la corrélation entre le temps de broyage, la dureté, la microstructure, les paramètres du réseau et la résistance à l'usure sera également évaluée, et la possibilité d'utiliser des alliages nanostructures Ti-6Al-4Fe comme alliages de biomatériaux sera discutée.

Ce travail est présenté en trois chapitres, en plus d'une introduction situant le sujet et justifiant son choix, et une conclusion générale, résumant les principaux résultats obtenus.

- ✓ Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique sur les différentes classes de biomatériaux, sur les alliages de titane et leurs choix en tant que biomatériaux.
- ✓ Dans le deuxième chapitre, nous décrivons les méthodes expérimentales d'élaboration et les principales techniques de caractérisations utilisées dans ce travail pour atteindre nos objectifs.
- ✓ Le troisième chapitre présente les résultats avec leurs interprétations sur l'étude structurale (évolution des phases formées). Ce chapitre aborde aussi les propriétés

Introduction générale

mécaniques, en l'occurrence la dureté, le comportement tribologique et dans un milieu physiologique simulé.

- ✓ Enfin, on termine par une conclusion générale synthétise l'essentiel de notre travail.

Chapitre 01

Etude bibliographique

Partie 1 : l'articulation de la hanche

I.1.1- Introduction

Dans cette première partie du premier chapitre, on s'intéresse à l'étude de l'articulation de la hanche dont la connaissance de l'anatomie et de la physiologie est indispensable, vu son intérêt dans la compréhension des mouvements, des charges et leur transmission.

La dégradation de cette articulation provoque des maladies très graves qui nécessitent par la suite un remplacement par une articulation artificielle qu'on appelle prothèse de hanche.

I.1.2-Pathologie des articulations

L'articulation de la hanche peut être atteinte par différentes affections, dont les plus courantes sont : l'arthrose, l'arthrite rhumatoïde, spondylose rhizomélique et la nécrose vasculaire.

Ces maladies conduisent à une reconstruction de l'articulation de la hanche (arthroplastie). Ci-dessous on discute brièvement ces graves maladies.

I.1.2.1- L'arthrose

L'arthrose est la forme la plus répandue de l'arthrite. L'arthrose est une dégénération du cartilage des articulations sans infection ni inflammation particulière, cette dégénération conduit à une destruction plus ou moins rapide du cartilage qui enrobe l'extrémité des os [Web 1]

Il s'ensuit une diminution de la mobilité, une déformation des extrémités osseuses en contact et une douleur au moindre mouvement articulaire. Les articulations les plus fréquemment atteintes sont le genou et la hanche.

I.1.2.2- L'arthrite rhumatoïde

L'arthrite rhumatoïde (RA) souvent appelée polyarthrite rhumatoïde, est la plus fréquente des maladies rhumatismales chroniques inflammatoires des adultes. [Web 2]

Elle présente un désordre immunologique de cause inconnue, provoquant le dégagement des enzymes qui peuvent détruire le cartilage articulaire et les os entourant l'articulation affectée et plus exactement, la RA produit des changements de la composition chimique du liquide synovial.

Les symptômes associés à cette forme d'arthrite sont : la douleur, l'enflure et l'inflammation des articulations accompagnées d'une raideur articulaire et musculaire, d'une faiblesse en générale et de fatigue. Elle n'épargne aucune tranche d'âge, mais elle semble frapper le plus souvent les adultes entre 25 et 50 ans et touche trois fois plus de femmes que d'hommes. [Web 3]

Elle peut toucher n'importe quelle articulation, mais elle s'attaque le plus souvent aux articulations des pieds et des mains. [Web 2]

I.1.2.3- Le spondylose rhizomélique

La spondylarthrite ankylosante est un rhumatisme inflammatoire chronique atteignant principalement la colonne vertébrale (rachis) et les articulations sacro-iliaques, mais qui peut également toucher les articulations des membres. Des épisodes d'arthrites ainsi que des inflammations des tendons et des ligaments peuvent également être liés à cette pathologie. La spondylarthrite ankylosante appartient à la famille des spondylarthropathies qui sont des rhumatismes inflammatoires chroniques. Les spondylarthropathies entraînent des douleurs et des raideurs de plusieurs articulations, la spondylarthrite ankylosante touchant presque exclusivement celles de la colonne vertébrale et du bassin. C'est une maladie chronique, évolutive et handicapante, qui frappe des individus habituellement jeunes, plutôt les hommes que les femmes. La spondylarthrite ankylosante évolue sous la forme de poussées douloureuses interrompues par des périodes où les symptômes sont absents ou tout au moins, moins prononcés. [web4]

I.1.2.4- La Nécrose a vasculaire

La nécrose a vasculaire (AVN) maintenant connue sous le nom d'ostéonécrose, elle peut se définir comme la mort cellulaire des différents composants de l'os, c'est-à-dire le tissu osseux mais aussi la moelle osseuse. Ce n'est pas une maladie spécifique mais c'est habituellement l'aboutissement de diverses conditions pathologiques dont la plupart ont altéré la circulation sanguine dans la tête fémorale, ce qui explique le terme fréquemment utilisé de nécrose a vasculaire. Les causes de cette maladie ne sont pas bien connues. [Web 5]

I.1.3- Anatomie de la hanche

L'articulation naturelle de la hanche ou l'articulation coxo-fémorale illustrée sur la figure 1, unit le bassin (os iliaque) à l'extrémité supérieure du fémur (os de la cuisse). La partie articulaire du bassin est une cavité hémisphérique qui porte le nom de cotyle ou acétabulum et celle du côté de l'os de la cuisse (l'extrémité supérieure du fémur) présente une tête grossièrement sphérique appelée tête fémorale, reliée au reste du fémur par le col du fémur.

L'ensemble de la tête du fémur et l'acétabulum sont rendus solidaires par le ligament de la tête fémorale, la capsule articulaire qui ferme l'articulation et assure son étanchéité ainsi que les muscles [1].

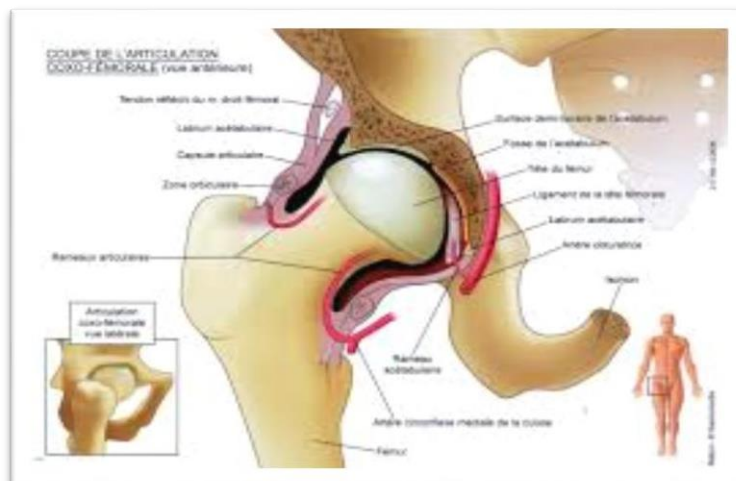


Figure 1.1 : Articulation coxo-fémorale de la hanche

Les extrémités des os composant l'articulation de la hanche sont recouvertes de cartilage (figure 2), qui assure le glissement des surfaces articulaires avec un coefficient de frottement compris entre 0,015 et 0,03, la transmission et la répartition des contraintes dans la zone de contact, l'amortissement des chocs et de même la protection de l'os adjacent.

Le cartilage est le plus épais au niveau du toit acétabulaire et sur le croissant artulaire, c'est là où la pression est la plus élevée [2].

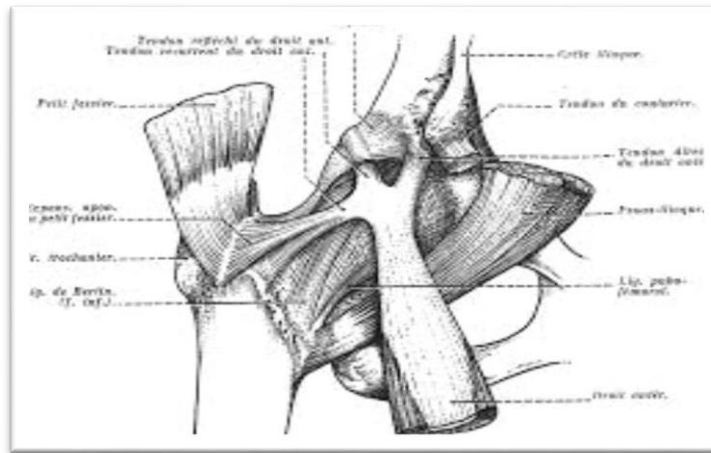


Figure1. 2 : Ligaments du bassin et de l'articulation coxo-fémorale, vues postérieure (à gauche) et antérieure (à droite).

Le toit de l'acétabulum est considéré comme une zone de charge et de déformabilité, il permet aux cornes acétabulaires antérieure et postérieure de se rapprocher et de prendre appui sur la tête du fémur lors de la mise en charge de l'articulation, pour augmenter la congruence tête-acétabulum[3].Ce mouvement de contact entre les deux surfaces articulaires dépend de l'âge, de l'importance de la charge et de l'orientation du col fémoral.

La mobilité des cornes est importante chez l'enfant, moindre chez l'adulte, minime chez le sujet âgé. Intermittente, elle apparaît sous charge, disparaît lorsque la charge est supprimée et évolue en fonction directe de la charge.

Contrairement aux autres tissus qui se nourrissent via la circulation sanguine, le cartilage est nourri par des substances nutritives qui se trouvent dans le liquide synovial, remplissant la capsule articulaire et assurant la lubrification des surfaces articulaires.

Dans une articulation normale, le liquide synovial est tellement efficace qu'il n'y a pratiquement aucune friction des surfaces articulaires. C'est un fluide non newtonien et thixotropique : sa viscosité, et donc le coefficient de frottement diminue lorsque la vitesse des mouvements augmente.

Pour le cas d'une articulation artificielle, une pseudo-capsule se reconstitue dans quelques semaines qui suivent l'intervention chirurgicale, avec apparition d'une synoviale.

Partie 2 : Prothèse de hanche et leurs problèmes

I.2.1- Définition

La définition la plus simple du terme prothèse «est un dispositif implanté dans l'organisme pour suppléer un organe manquant ou pour restaurer une fonction compromise.

Une prothèse orthopédique est une pièce de remplacement d'une articulation ou d'un membre.

La mise en place d'une prothèse articulaire nécessite des connaissances parfaites de l'anatomie, de la biomécanique, de la chirurgie réparatrice de l'appareil locomoteur et ne peut être réalisée que par un chirurgien qualifié.

Il convient d'envisager la mise en place d'une prothèse totale de la hanche uniquement lorsque toutes les autres possibilités chirurgicales ont été examinées soigneusement et considérées comme moins appropriées. [Web 6]

I.2.2-Description des éléments composant une prothèse de hanche

Il existe plusieurs types de prothèse visant à remplacer des articulations :

La cheville, le genou, la hanche, le pouce, le poignet, le coude et l'épaule. La hanche et le genou sont les articulations qui sont le plus remplacées. Nous allons nous intéresser uniquement à la prothèse de hanche [4]. Il existe un très grand nombre de combinaisons de matériaux et d'assemblages. Nous avons choisi de présenter, en détails, une prothèse modulaire, non monobloc

Elle est constituée de quatre parties principales, figure 3, [Web 7].

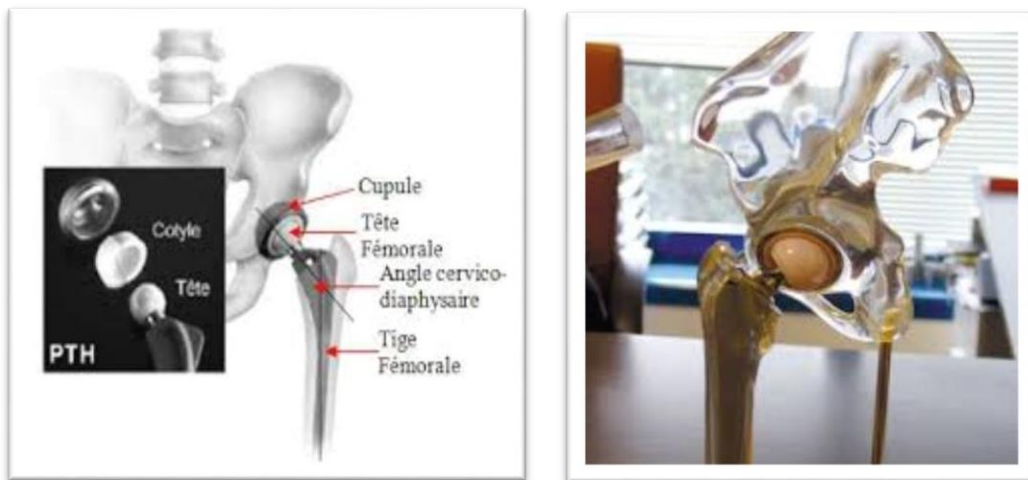


Figure1. 3 : Eléments constituant une prothèse totale de hanche modulaire.

- a) **Le col fémoral** L'autre option de modularité possible coté fémoral est le col modulaire: la tige est de longueur fixe et à l'extrémité proximale de la tige, une pièce supplémentaire appelée cône morse est ajoutée entre la tige et la tête. Cette option technique a été proposée pour aider le chirurgien à mieux rétablir les propriétés biomécaniques de l'articulation coxo fémorale : position du centre de rotation, antéversion et longueur de jambe.
- b) **La cupule cotyloïdienne** peut être seule insérée dans l'os iliaque si elle est en métal ou en céramique. A l'heure actuelle, elle est principalement réalisée en polyéthylène à très haut poids moléculaire. Cette pièce est d'une importance capitale car elle est impliquée dans le couple de frottement le plus sollicité.
- c) **La tête fémorale** prothétique est fixée grâce à un assemblage conique à la tige fémorale. Elle remplace la tête fémorale naturelle et joue le rôle de rotule. Elle est fabriquée en céramique ou en métal. Le principe de modularité permet d'associer une tête sphérique en céramique et une tige fémorale métallique. Etant donné que le frottement le plus

important se produit entre la tête fémorale et la cupule, ce principe permet de remplacer uniquement la partie supérieure de la prothèse en cas de dégradation de cette partie. L'explantation de la tige fémorale de l'os est alors évitée. Cette action est, en effet, une opération traumatisante pour le patient.

- d) La tige fémorale** est insérée dans le canal médullaire du fémur. Elle est fabriquée en Métal, acier inoxydable, alliage de titane ou de cobalt-chrome. Soit elle est insérée directement dans le fémur, soit elle est insérée avec un ciment chirurgical [5], D'après La porosité du ciment permet une bonne ostéointégration.



Tige monobloc courte (+ tête)

Tige monobloc longue (+ tête)

Figure1. 4 : Exemples de tiges fémorales monobloc courte et longue (+ tête).

I .2.3- Fixation de la PTH

La stabilité mécanique de la prothèse totale de hanche est très importante pour assurer son bon fonctionnement, elle dépend de la méthode de fixation dans l'os. La recherche c'est orientée depuis, suivant deux axes principaux, le premier visant l'amélioration de l'ancrage des prothèses de hanche cimentées et l'autre au contraire vise l'élimination du ciment dont les particules produites par son effritement ou sa fissuration provoquent des réactions tissulaires intenses.

Le choix de la méthode de fixation cimentée ou sans ciment reste un choix du chirurgien et dépend des écoles de formation [6].

I.2.3.1-Prothèses non cimentées

La fixation de genre de prothèses est assurée par le remplissage optimum de la cavité Osseuse par l'implant tant au niveau de la cotyle que du fémur. Les prothèses (tige ou cupule) sans ciment, se stabilisent dans un délai de 6 à 12 semaines par un phénomène de repousse osseuse. Leur zone de contact avec l'os font l'objet de traitement de surface pour favoriser cette repousse osseuse (rugosité, couche de cristaux de calcium...) et l'os a des affinités plus ou moins fortes avec certains métaux (alliage de Titane). Par ailleurs les implants présentent un traitement de surface qui favorise l'ostéogénèse endos tale. Celle-ci assure une véritable fixation biologique de l'implant assurant une liaison intime avec l'os receveur. Lorsque cette ostéogénèse est imparfaite, la fixation des implants est mauvaise, les implants présentent une micro-mobilité qui entraîne des douleurs à l'appui et à la mobilisation. Parfois la prothèse se recale et finit par se fixer, parfois une reprise chirurgicale est nécessaire. A l'inverse, la qualité de cette fixation peut rendre l'ablation des pièces prothétiques difficile voire périlleuse lorsqu'une reprise est envisagée pour un autre motif que le descellement.

Tableau1. 1 : Les différentes tailles disponibles d'une prothèse totale de hanche non cimentée

Taille	LONGUEUR MM
3	120
4	126
5	132
6	138
7	144
8	150
9	162
10	168
11	174

12	174
13	174

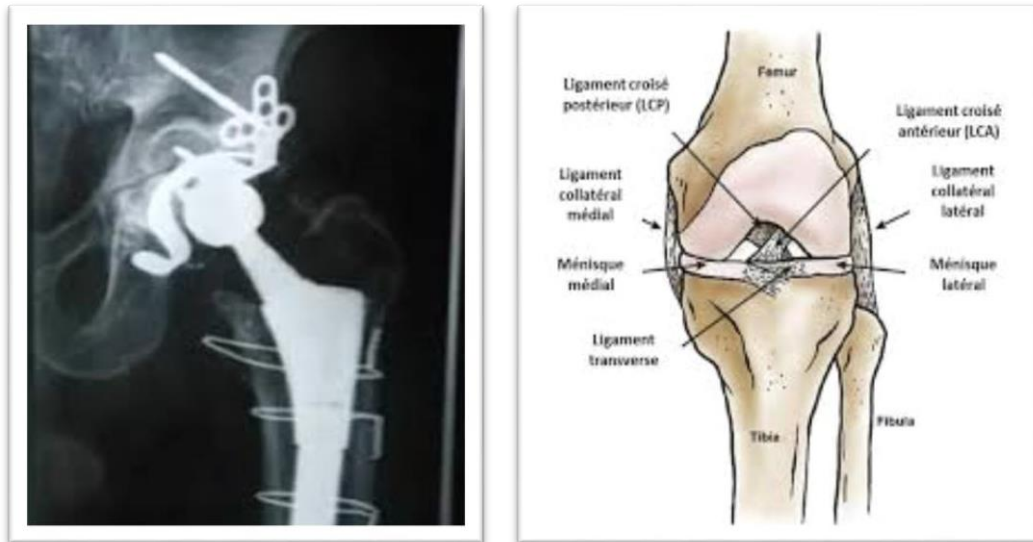


Figure1. 5 : Schéma montrant l'intégration osseuse optimale de la tige d'une prothèse totale de hanche non cimentée [7].



Figure1.6 : prothèse non cimentée

I.2.3.2-Prothèses cimentées

La majorité des prothèses posées sont cimentées, c'est à dire que la fixation de la Prothèse fémorale et cotyloïdienne est assurée par du ciment. Le ciment chirurgical et un polymère acrylique qui durcit en une quinzaine de minutes durant l'intervention, la fixation est immédiatement solide et permet en théorie une charge complète (notamment pour la tige).

Cette technique a l'avantage d'assurer une stabilité immédiate et parfaite de l'implant, Donc de reprendre l'appui et la marche immédiatement et sans douleur. A long terme, le ciment perd ses qualités mécaniques, et les descellements peuvent apparaître imposant une reprise chirurgicale. La reprise comporte l'ablation de la prothèse, du ciment, et la mise en place d'une nouvelle prothèse. Les prothèses cimentées sont actuellement celles qui ont le recul le plus long avec les meilleurs résultats.

La technique de cimentation est plus déterminante pour le résultat que ne l'est le choix de l'implant. Ces techniques modernes de cimentation visent à améliorer la fixation mécanique entre l'os et le ciment de façon à créer une interface durable dès le temps opératoire. L'augmentation de la profondeur de pénétration du ciment accroît la résistance de l'interface os-ciment. Cette interpénétration du ciment ne dépend pas seulement d'une préparation méticuleuse de l'os en préservant notamment du spongieux solide, mais aussi du lavage et du mode d'injection du ciment. Une préparation rigoureuse du lit osseux par un matériel de lavage pulsé, l'utilisation d'un obturateur centromédullaire et d'une pressurisation proximale (pressurisation du ciment) réduisent chacun approximativement la probabilité de révision de 20%. Le recours à un système de lavage pulsé est considéré comme de première importance pour optimiser la pénétration osseuse du ciment, et pour réduire le risque d'embolie graisseuse. Son utilisation devrait être rendue obligatoire pour toute arthroplastie Totale de hanche [8].



Figure 7 : prothèse cimentée.

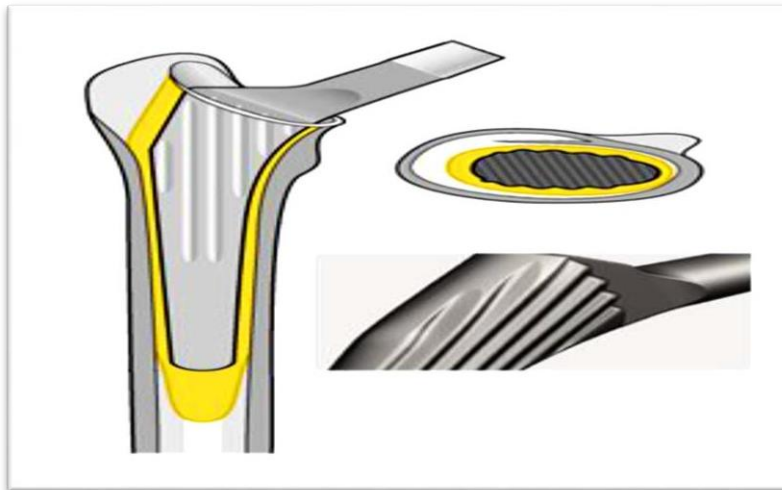


Figure1. 8 : La structure de la tige d'une prothèse totale de hanche cimentée [7].

Tableau1. 2 : les différentes tailles disponibles d'une prothèse totale de hanche cimentée

Taille	Longueur mm
3	120
4	126
6	138
8	150

10	162
12	174
14	174

I .2.3.3-Prothèses hybrides ou semi cimentée

Ici, la cupule est placée sans ciment et la tige avec du ciment. Quel est l'avantage de cette combinaison ?

La tige cimentée tient déjà très bien pendant plus de 30 ans. Si bien, en fait, qu'à ce jour, aucune tige non cimentée n'a fait mieux. A long terme, la tige ne pose pas de problème non plus, le problème réside dans l'usure de la cupule et dans le descellement de celle-ci.

Lors des réopérations ultérieures (les « révisions » de prothèse totale de hanche), il est souvent possible de laisser la tige en place et même si elle doit être enlevée, cette intervention n'est pas plus facile ou difficile selon que la tige est cimentée ou non. Mieux vaut donc opter pour une bonne tige dont la qualité est prouvée et qui peut être placée avec ou sans ciment.

[web8]



Figure1. 9: prothèse hybride

I.2.4- Ciment chirurgicale

Les ciments à base de résine acrylique pour os actuellement utilisés en chirurgie orthopédique sont du type PMMA (poly méthyl méthacrylate) auto-durcissant à polymérisation rapide. Ils sont indiqués pour le scellement de prothèses dans l'os vivant au cours d'arthroplasties partielles ou totales de la hanche, du genou ou d'autres articulations. Ces ciments n'ont pas de propriétés adhésives. Leur utilisation repose sur un verrouillage mécanique étroit entre la surface irrégulière de l'os et du ciment, de même qu'entre celle de la prothèse et du PMMA.

Le succès d'une arthroplastie dépend en grande partie de la manière dont le ciment acrylique de qualité chirurgicale PMMA est préparé et utilisé pour fixer les composants de la prothèse. La préparation du ciment est aussi importante que celle de l'os receveur ou que le choix de l'implant. [9]

Tableau1. 3 : Composition du ciment imprégné d'antibiotique [10]

Poudre		Liquide	
Composition	Taux	Composition	Taux
Polyméthylméthacrylate	86,5	Methymethacrylate	84,4
Benzoyl peroxide	2,4	Buthyl methacrylate	13.2
Barium sulphate	9,9	N.n-dimethyl-p- toluidin	2.4
Gentamicine sulphate	1.2	Hydroquinone	20ppm

I.2.5- Les couples de frottements d'une prothèse totale de hanche

Depuis les premières implantations de prothèses totales de hanche, de multiples possibilités techniques ont été développées pour améliorer le couple de frottement entre la tête et le cotyle d'une prothèse totale de hanche.

Il faut en effet que les matériaux utilisés résistent aux contraintes de l'appui, et possèdent des propriétés de glissement (dureté, mouillabilité, rugosité,... etc) ne provoquant pas de débris d'usure dans l'articulation. Il a en effet été montré que le frottement des têtes métalliques contre une cotyle en polyéthylène entraîne des débris d'usure responsables d'un descellement ou d'une ostéolyse (destruction de l'os).

Donc les chercheurs ont modifié ou remplacé le polyéthylène de la cotyle et la tête métallique par d'autres matériaux pour diminuer l'usure et donc le risque de reprise chirurgicale.

Il existe de nombreux matériaux utilisables pour assurer un glissement entre les implants de la cotyle et du fémur, de nombreuses associations sont possibles et les principaux couples de frottement utilisés sont :

- Polyéthylène-Métal.
- Polyéthylène-Céramique.
- Céramique-Céramique.
- Métal-Métal. [11]

a) Le couple Polyéthylène-Métal

Il reste encore le plus utilisé. Le premier matériau utilisé au niveau de la cotyle a été le Polyéthylène d'après **CHARNLEY**. La tête fémorale est en acier ou en alliage de Chrome-Cobalt. Actuellement une nouvelle gamme de polyéthylène dit « hautement réticulés » qui est plus résistant à l'usure d'après les tests expérimentaux et cliniques. L'expérience a montré que les grosses têtes > 28 mm de diamètre provoquent une usure et un descellement plus rapide de la cotyle en polyéthylène. Elles ont été abandonnées. Les petites têtes semblent se luxer plus facilement, bien que les statistiques à ce sujet soient discordantes.

Le diamètre de 28 mm semble à l'heure actuelle le plus utilisé car il réalise un bon compromis entre usure et risque de luxation. Mécaniquement le polyéthylène se déforme et s'use en frottement mais il est très tolérant vis à vis des chocs car il absorbe les contraintes mieux que les autres matériaux et ne casse pas (figure 10). Indications actuelles des couples comportant du polyéthylène :

Le couple polyéthylène-métal à l'avantage d'être adapté :

- Aux arthroses du sujet jeune, notamment lorsqu'elles surviennent sur des maladies luxantes de hanche avec petit cotyle dysplasique.
- Aux personnes de plus de 65 ans, même tares actives, ce couple ayant l'avantage de sa fiabilité et d'une longévité qui permettra que cette prothèse soit définitive. [12]



Figure1. 10 : Couple Polyéthylène-Métal [12]

b) Le couple Céramique-Polyéthylène

La céramique d'alumine est utilisée depuis de nombreuses années avec d'excellents résultats. L'avantage de ce matériau est d'avoir une surface de glissement lisse, très dure et très résistante à l'abrasion, permettant une diminution de l'usure du polyéthylène. Il s'agit d'un matériau inerte, très stable chimiquement, avec une excellente résistance à la corrosion. Il s'agit cependant d'un matériau cassant et des fractures de têtes sont possibles avec ou sans choc surtout si le chirurgien utilise des têtes de diamètre < 32 mm. Pour éviter ce risque de fracture il faut que le cône de la queue fémorale et la tête proviennent du même constructeur pour être

parfaitement appareillées. Elles ont un prix plus élevé, et l'inconvénient du cimentage du polyéthylène dans l'os (risque plus élevé de liseré et descellement os-ciment). [12]



Figure1. 11 : Couple céramique-polyéthylène [13]

c) Le couple Céramique-Céramique

Le couple céramique-céramique d'alumine présente d'excellentes qualités tribologiques usure très faible, caractère bio inerte des débris d'usure. Il a cependant deux facteurs limitant

- La fixation du composant acétabulaire en céramique requiert un métal-back disposant d'une excellente capacité de fixation. Ce qui limite l'usage de la céramique aux arthroplasties de hanche pour lesquelles l'acétabulum est peu déformé et explique en partie les déboires de la fixation des premières générations de cupule céramique.

- Le risque de fracture d'implant (fracture de la tête ou d'insert), qui est évalué à 2/1000, mais pouvant atteindre 5% lorsque la céramique est fixée par l'intermédiaire d'un noyau de polyéthylène (figure : 12). [12]



Figure1. 12 : Couple Céramique-Céramique [13].

d) Le couple Métal-Métal

C'est un couple qui a été utilisé dès le début des premières prothèses totales de hanche (McKee-FARRAR), mais qui a été abandonné en raison d'échecs. Depuis une dizaine d'années les prothèses totales de hanche métal/métal sont réapparues en raison des progrès de fabrication. La tête en métal frotte donc contre un insert métallique fixé sur un noyau en polyéthylène situé dans une cotyle en métal fixé à l'os du bassin. Tous les tests montrent un très faible taux d'usure, amenant à privilégier leur usage chez les patients les plus actifs.

Aucune toxicité, aucun cancer n'ont été rapportés, mais un certain nombre d'interrogations persistent avec ce type de couple de frottement :

- L'importance des taux sanguins des ions métalliques dans la circulation sanguine ;
- L'existence d'ostéolyses d'origine immunologique par hypersensibilité ;
- Une action cellulaire toxique ;

- Des problèmes de fixation de l'insert métallique dans le polyéthylène de la cotyle ont été décrits (figure : 13). [14]



Figure 1.13 : Couple Métal-Métal [13]

I .2.6-Problématique du choix de la prothèse

Le nombre de modèles de PTH sur le marché dépasse les 430-440 [15]. Parmi cette large gamme disponible, le choix de la prothèse doit être soigneusement adapté au patient avant l'intervention. Or, les résultats d'une PTH dépendent de multiple paramètre [16].

- Des qualités mécaniques de la prothèse.
- Des matériaux : ceux –ci doivent être biocompatibles et résister à la corrosion.
- Du coefficient de friction, qui doit être bas pour que les contraintes au point d'ancrage soient minimales.
- De la forme de la prothèse, qui influe également sur la répartition des contraintes au sein de l'os.
- Des qualités tribologiques du couple de frottement.
- De la qualité de l'os et de la morphologie de la hanche du patient.

Le choix de la prothèse s'effectue également sur des critères dépendant directement du patient du chirurgien. L'âge du patient, son activité, son espérance de vie ses attentes et exigences en termes de qualité de vie postopératoire vont également être pris en compte.

Quant au chirurgien, la formation qu'il a reçue, son apprentissage, vont forcément influencer son choix. L'accès à un certain type de dispositif (proximité du fabricant, facilité de mise à disposition du matériel) est également un critère de choix essentiel pour le chirurgien.

Les essais cliniques publiés étudient soit le mode de fixation, soit le couple de frottement. Les autres facteurs influant sur le choix de la PTH ne sont pas explorés en recherche clinique. Nous aborderons tout d'abord les examens préopératoires qui vont permettre au chirurgien de choisir la prothèse la plus adaptée à son patient.

I .2.7-Examens utiles au choix de la prothèse

Aucune étude comparant et évaluant la place de différents examens préopératoires pour orienter le choix de la PTH à implanter n'a été retrouvée dans notre recherche bibliographique. Par ailleurs, la fréquence d'utilisation des différents examens n'a pu être estimée en l'absence de publications.

Les informations suivantes sont fondées sur les avis des experts du groupe de travail.

I .2.7.1-Examens radiologiques

De manière standard, l'étude préopératoire est réalisée à partir d'une radiographie de face de la hanche du patient [17], complétée éventuellement par un faux profil selon la queue d'après le groupe de travail. Elle doit permettre de choisir la taille du cotyle et la pièce fémorale adaptée.

La télémétrie est utilisée pour analyser les différences de longueur des membres. Elle peut être réalisée pour rechercher les raisons d'une inégalité de longueur entre les deux membres.

Suivant les habitudes des chirurgiens, cet examen peut être réalisé de manière systématique ou occasionnelle.

Une IRM est réalisée en cas d'ostéonécrose pour s'assurer du diagnostic, apprécier l'étendue de la nécrose et vérifier l'état de la hanche opposée. Le scanner est un examen utilisé quand la géométrie de la cotyle et/ou du fémur présente une variation anatomique, notamment chez les sujets jeunes.

I .2.7.2-Qualité de l'os

Aucun examen ne permet à l'heure actuelle d'apprécier la qualité de l'os avant l'intervention alors qu'il s'agit d'un paramètre qui peut être importante dans le choix de la prothèse. La valeur pronostique de la bonne tenue de la PTH par l'ostéodensitométrie ou les ultrasons reste encore à évaluer. L'appréciation reste fondée sur la radiographie qui reflète grossièrement l'état osseux ainsi que son architecture.

I.2.7.3-Interrogatoire clinique

L'interrogatoire clinique est essentiel car il permet de préjuger de la qualité de l'os en fonction de la longévité familiale et de l'activité physique du patient. Le choix de la prothèse est largement dépendant de la qualité estimée de l'os : par exemple, chez des patients âgés ostéoporotiques, les matériaux souples absorbant les contraintes seront préférés.

Cet interrogatoire permet également de déterminer les attentes du patient, notamment en termes de reprise d'activité ultérieure.

I.2.7.4-Qualité de vie

La pose d'une PTH est une intervention à visée fonctionnelle dont le résultat a un impact essentiel sur la qualité de vie des patients. Or les mesures de qualité de vie apprécient la santé globale des individus. Elles apportent des informations sur des domaines non explorés par les scores fonctionnels comme la dimension psychique et sociale des résultats de l'intervention [18].

Les études cliniques évaluant les différents types de prothèses utilisent essentiellement les paramètres objectifs de l'examen clinique et abordent peu l'analyse de la qualité de vie des patients. Dans certaines études sont signalés les taux de satisfaction des patients après l'arthroplastie de hanche mais sans préciser et définir au préalable la grille d'analyse utilisée.

L'analyse des activités du patient dans sa vie quotidienne et sociale fait habituellement l'objet d'études séparées.

I.2.8- choix de la prothèse selon le type de fixation

L'implantation d'une PTH ne donne des résultats satisfaisants que si les pièces prothétiques sont solidement fixées à l'os soit par ajout d'un ciment soit par repousse osseuse [19].

La recherche documentaire a permis de retrouver 3 types de publications que nous analyserons à tour de rôle : des recommandations, des études cliniques et les registres des PTH. Notre sélection comprend les recommandations pour la pratique clinique et les conférences de consensus parues depuis 1990. Les analyses bibliographiques réalisées dans ces publications ont été menées selon une méthodologie adaptée pour la période allant de 1996 à 1995. En conséquence, notre analyse bibliographique a complété ces travaux et a été centrée sur la période allant de 1996 à 2000.

Des données économiques, issues de l'analyse de la littérature, compléteront cette étude du choix de la prothèse selon le caractère ciment ou non des tiges implantées.

I .2.9-Choix de la prothèse selon le couple de frottement

La mobilité de la tête fémorale prothétique dans la cotyle prothétique, c'est –à-dire le couple de frottement, assure le bon résultat fonctionnel d'une PTH [20]. Les matériaux utilisés doivent être biocompatibles en masse et sous forme de particules d'usure, résister à la corrosion et aux fractures de fatigue [15].

Les causes d'un descellement d'une PTH sont souvent multiples. Un facteur important est la qualité de la fixation initiale de l'implant. L'ostéolyse induite par des débris d'usure est également une cause importante de descellement. Le frottement tête fémorale-cotyle peut user les surfaces et ainsi crée des particules d'usure. Ces particules ou débris sont responsables de l'ostéolyse péri prothétique par les réactions microphagies aux corps étrangers qu'elles entraînent. Les débris déclenchent une réaction inflammatoire monocytaire avec libération de protéines pro-inflammatoires qui favorise la résorption osseuse autour des implants [20].

I .2.10-Problèmes liés à l'usure mécanique des surfaces articulaires

Les prothèses de hanche actuellement implantées ont une durée de vie limitée. Le remplacement de ces implants nécessite évidemment une ré-intervention coûteuse pour le

patient et pour les collectivités. Les causes de ces ré-interventions sont diverses. Nous exposons dans ce paragraphe le cas de la luxation, du descellement et enfin de l'usure dépièces en contact.

I .2.10.1- Luxation

La luxation est le déboitement de l'articulation prothétique : il y a perte de contact total entre les deux surfaces « articulaires ». Cette complication peut survenir précocement, a lorsque les muscles ne sont pas encore bien cicatrisés mais aussi plus tardivement, et dan

Ce cas le phénomène est le plus souvent lié à une usure des pièces qui prennent du jeu progressivement ou à un descellement prothétique.

Pour obtenir une articulation plus stable, on dispose de deux possibilités : soit mettre en place une cupule plus profonde, voire retentie, ce qui entraîne un «emprisonnement » de la tête dans le cotyle au prix d'une réduction importante des amplitudes possibles des mouvements, soit augmenter le diamètre de la tête, ce qui permet au contraire des amplitudes plus grandes et donc limite le risque d'expulsion de la tête entre le col et le rebord du cotyle (il s'agit de l'empoignement).

I .2.10.2-Descellement

Le descellement est la perte de fixation entre l'os et la prothèse. Comme pour la luxation, c'est l'usure et en particulier les débris d'usure, qui créent une réaction inflammatoire puis une ostéolyse (destruction de l'os par nécrose) aboutissant à la mobilisation de l'implant dans l'os.

I .2.10.3-Usure

Le problème des arthroplasties est l'usure des pièces en frottement, or une prothèse de hanche est implantée pour être utilisée ... donc usée. La figure 14. Illustre également les conséquences mécaniques des dégradations aux interfaces sphère / cupule, sphère / tige et tige/ ciment. Nous parlerons essentiellement du couple de frottement métal-polyéthylène le plus répandu qui fait l'objet de notre étude. Sous l'action des sollicitations mécaniques et de l'environnement, la dégradation du polyéthylène (par adhésion, par abrasion, par fatigue ou par trio-corrosion) se traduit par des endommagements de type fluage (déformation viscoplastique

par écoulement), enlèvement de matière avec production de débris, et de fissurations. Ces mécanismes interagissent souvent simultanément. [Web9]

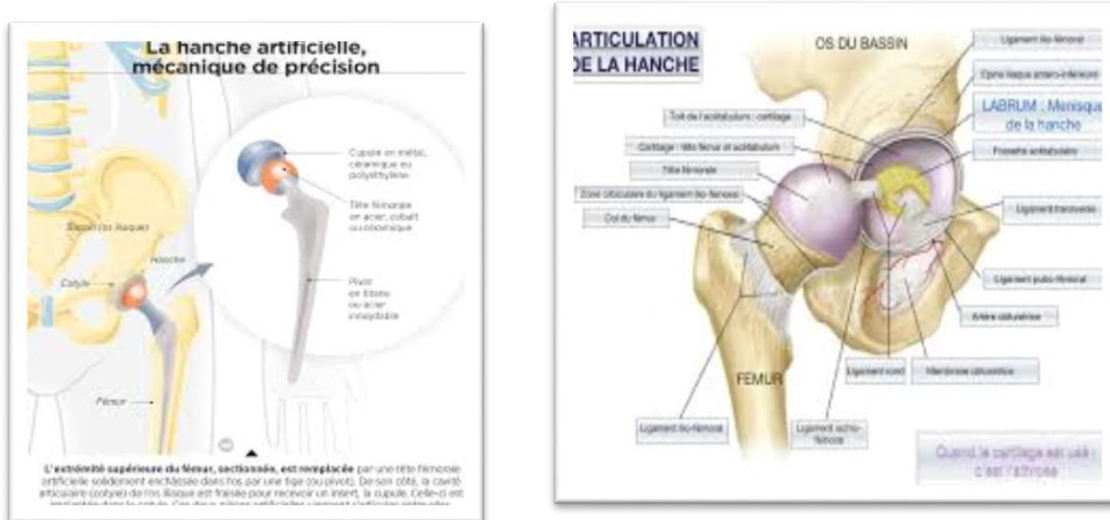


Figure1. 14 : Schéma d'implantation d'une prothèse de hanche scellée

I .2.11- Notion de biocompatibilité

I .2.11.1- Introduction

Par biocompatibilité, on entend la compatibilité entre un système technique et un système biologique [21] En 1986, Williams a proposé la définition suivante : "biocompatibilité est la capacité d'un matériau à jouer avec une réponse de l'hôte appropriée dans une application spécifique". Cette définition met en évidence les trois rôles qu'un matériau doit jouer : le matériau doit agir et ne pas simplement être présent dans les tissus ; la réponse doit correspondre au but recherché. Considérant la diversité croissante des matériaux disponibles, des applications envisagées et des mécanismes d'interactions relevant aussi bien de la science des matériaux que de la biologie, Williams propose en 2008 une définition plus complète : "biocompatibilité se réfère à la capacité d'un biomatériau à remplir ses fonctions souhaitées par rapport à un traitement médical, sans provoquer aucun effet indésirable local ou systémique chez le receveur ou le bénéficiaire de ce traitement, mais générant le plus approprié réponse bénéfique tissu cellulaire ou dans cette situation spécifique, et l'optimisation de la performance clinique de ce traitement." [22,23,24]

La biocompatibilité d'un matériau est régie par deux mécanismes : à la fois les effets du matériau sur le milieu, et les effets du milieu sur le matériau. Il faut suivre l'évolution de l'un et l'autre, sans oublier leur interface. Ces interactions se manifestent non seulement autour du matériau mais également à distance, suivant les éléments relègues. Elles se manifestent à court, moyen ou long terme suivant le type de matériau. Ces interactions peuvent être intenses ou modérées, brèves ou permanentes ou bien apportant soit une cicatrisation complète soit une nuisance chronique [21,25].

I.2.11.2- Les différents types de biocompatibilité

a) La biocompatibilité structurale

Résulte d'une adaptation de toutes les propriétés de la structure des matériaux aux systèmes biologiques, comme par exemple les caractéristiques biomécaniques, et la forme d'un élément de construction. Les propriétés mécaniques influencent directement le type de matériau qui sera sélectionné pour une application spécifique. Parmi les propriétés d'importance majeure on énumère la dureté, la résistance à la traction, le module d'Young et l'élongation. La réponse du matériau à des charges cycliques est déterminée par la résistance à la fatigue, et cette propriété-ci détermine le succès à long terme d'un implant soumis à des efforts répétés. Si la fracture de l'implant intervient suite à une résistance mécanique inadéquate ou à la différence des propriétés mécaniques entre l'implant et l'os, alors ce fait est défini comme l'incompatibilité biomécanique. Le matériau qui prend la place de l'os doit avoir un module d'Young équivalent à celui de l'os. Le module de l'os varie entre 4 et 30 GPa, selon le type d'os et la direction appliquée pour la mesure. Si le module d'Young est trop différent il y aura un mauvais transfert de contraintes entre l'os et la prothèse d'où une résorption de l'os [26] Les matériaux qui présentent une rigidité plus grande que l'os empêchent le transfert des contraintes mécaniques à l'os adjacent, fait qui détermine la résorption du tissu osseux autour de l'implant et, par conséquent, l'affaiblissement de la fixation de l'implant. Cette incompatibilité biomécanique qui conduit à la disparition des cellules osseuses est dénommée « stress shielding effect » « effet de stress shielding ».

b) La biocompatibilité des surfaces

La biocompatibilité des surfaces sous-entend la compatibilité, du point de vue topographique et biochimique, entre le biomatériau et les cellules environnantes. En d'autres

termes, elle définit la capacité de la surface de l'implant à favoriser ou empêcher l'adhésion et le développement cellulaire. Cette notion d'adhésion, condition sine qua none de l'ostéointégration, recouvre différents phénomènes qui demeurent le sujet de nombreuses recherches. De manière synthétique, il apparaît qu'une phase rapide de liaisons non spécifiques entre les cellules et le matériau (liaisons ioniques ou de type van der Waals) précède une phase d'adhésion plus lente impliquant diverses protéines (protéines de la matrice extracellulaire d'une part, et protéines du cytosquelette d'autre part) qui par leur interaction, induisent l'expression de nouvelles protéines qui favorisent l'ancrage définitif des cellules. Du point de vue du biomatériau, l'expérience a révélé [27] que le développement cellulaire était influencé, outre les caractéristiques biomécaniques déjà développées, par différents paramètres physico-chimiques comme la composition, la résistance à l'usure, la topographie et la résistance à la corrosion [28].

Partie 3 : les biomatériaux

I.3.1- Généralités sur les biomatériaux

Les biomatériaux ont été développés pour préserver l'intégrité et le confort de vie des personnes souffrant de déficiences fonctionnelles graves ou victimes de blessures ou de brûlures. L'objectif de leur développement est de permettre la fabrication de dispositifs d'assistance corporelle capables de suppléer les fonctions des organes lésés.

I.3.2- Définition

Les matériaux synthétiques et naturels en contact permanent ou provisoire avec les systèmes biologiques sont nommés biomatériaux. De nombreuses définitions ont été développées pour le terme de biomatériau. Une définition qui a l'assentiment de l'ensemble des experts est la suivante : "un biomatériau est un matériau non viables utilisé dans un dispositif médical destiné à interagir avec les systèmes biologiques" [29].

Un peu plus tard, Williams compléta cette définition par : "dans le domaine médical et dentaire, les biomatériaux sont utilisés pour évaluer, traiter, améliorer ou remplacer tissus ou d'organes endommagés".

I.3.3-Impact des Biomatériaux

La figure suivante montre les points concernés par l'implantation d'un Biomatériau dans un corps humains.

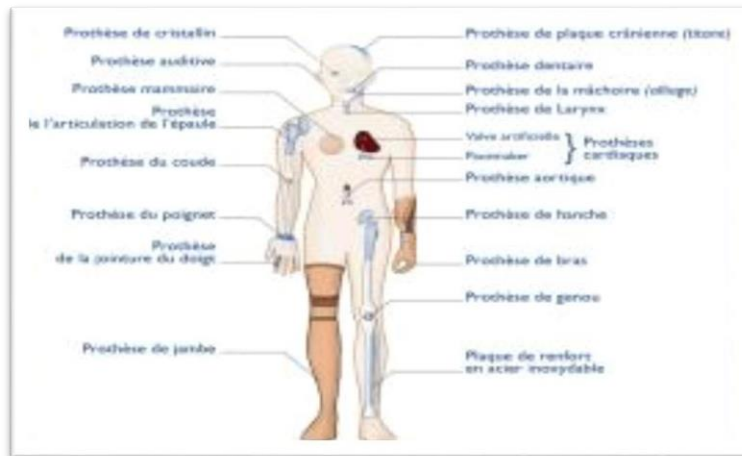


Figure 1.15 : Biomatériaux dans un corps humain

I.3.4- Les champs d'application des biomatériaux

Ce tableau rassemble un échantillonnage significatif des domaines médicaux où l'usage des biomatériaux s'est révélé pertinent. Pour chaque domaine, les types de produits nécessaires sont désignés [30].

Tableau1. 4: Domaine d'applications des biomatériaux.

Domaines médicaux	Produits nécessaires
OPHTALMOLOGIE	-lentilles (souvent exclues du domaine pour cause de brièveté du contact) -implants
ODONTOLOGIE - STOMATOLOGIE	-matériaux de restauration et comblement dentaire et osseux -implants -reconstruction maxillo-faciale

CHIRURGIE ORTHOPEDIQUE	-prothèses articulaires (hanche, coude, genou, poignet,...) -ligaments et tendons artificiels -cartilage -remplacement osseux pour tumeur ou traumatisme -chirurgie du rachis -réparation de fractures (vis, plaques, clous, broches) -matériaux de comblement osseux injectable
CARDIOVASCULAIRE	-valves cardiaques -matériel pour circulation extracorporelle (oxygénateurs, tubulures, pompes, ...) -cœur artificiel -assistance ventriculaire -stimulateurs cardiaque
UROLOGIE/ NEPHROLOGIE	-dialyseurs -poches, cathéters et tubulures pour dialyse péritonéale -rein artificiel portable
ENDOCRINOLOGIE- CHRONOTHERAPIE	-pancréas artificiel -pompes portables et implantables -systèmes de libération contrôlée de médicaments -biocapteurs
CHIRURGIE ESTHETIQUE	matériaux et implants pour chirurgie esthétique

I .3.5- Différents classes des biomatériaux

On peut dire que quatre grandes catégories de biomatériaux peuvent être envisagées :

- les métaux et alliages métalliques,
- les céramiques
- les polymères
- les matériaux d'origine naturelle.

a) Les métaux et alliages métalliques

Ce sont en quelque sorte les "ancêtres" des biomatériaux puisque ce sont les premiers à avoir été utilisés pour faire des implants. Le plus important par les volumes est sans doute l'acier inoxydable, encore largement utilisé en chirurgie orthopédique. L'intérêt de l'acier inoxydable dans ce domaine réside dans ses propriétés mécaniques. Il faut également mentionner particulièrement le titane, qui est utilisé principalement en chirurgie orthopédique et pour réaliser des implants dentaires. On le trouve également dans les stimulateurs cardiaques et les pompes implantables. L'un des avantages principaux du titane est sa bonne biocompatibilité : l'os adhère spontanément au titane. Les alliages à mémoire de forme sont une variante intéressante de cette catégorie.

Tableau1. 5 : L'utilisation des métaux

Biomatériaux (Métaux)	Utilisations
Acier inoxydable	Remplacement mixte, fracture osseuse fixation, valves cardiaques, des électrodes
Titane et alliages de titane	Joint de Remplacement, revêtements de surface sur le total des remplacements articulaires, échafaudages cellulaires
Alliages cobalt-chrome	Joint de remplacement, fracture osseuse fixation
Or	Obturation et les couronnes, les électrodes dentaires
Argent	Fils de pacemakers, matériel de suture, les amalgames dentaires
Platine	Electrode, de neurones périphériques stimulation

b) Les céramiques

Les céramiques se caractérisent par une température de fusion élevée et un comportement fragile, qui déterminent leurs domaines d'application. Elles incluent des oxydes, des sulfures, des borures, des nitrures, des carbures, des composés intermétalliques..., Dans le domaine des biomatériaux, on rencontre principalement l'alumine et la zircone utilisées dans les têtes de prothèses de hanche, ainsi qu'en odontologie pour les implants dentaires. Il faut signaler tout particulièrement les utilisations et les développements de deux céramiques à base de phosphate de calcium : l'hydrox apatite(HAP) et le phosphate tricalcique(TCP) .En effet, ces

matériaux présentent l'avantage d'être ostéo conducteurs, c'est-à-dire de favoriser la repousse osseuse au contact et la colonisation par l'os ; 65 % de la matière constituant le tissu osseux est d'ailleurs une forme de phosphate tricalcique encore assez mal connue dont la formule chimique s'apparente à l'hydroxapatite, mais dont l'agencement spatial en diffère notablement puisque des cristaux d'hydroxapatite y sont accolés à des fibres de collagène. En outre, l'HAP poreuse et les céramiques à base de TCP sont bio résorbables. Le principal problème avec l'HAP est d'arriver à synthétiser une HAP ayant juste la bonne taille de pores pour que la colonisation se fasse bien. On trouve donc des utilisations de l'HAP dans les implants et matériaux de comblement dentaires et dans la chirurgie orthopédique. Des vaisseaux artificiels à base d'HAP frittées ont même été élaborés. On peut ajouter à cette catégorie de matériaux, bien qu'ils s'en distinguent par maints aspects, les verres au phosphate, ou bio verres de Hench, qui assurent un accrochage de type quasi chimique avec le tissu osseux.

Les principaux problèmes mal résolus avec les céramiques sont :

- les mécanismes de dégradation,
- la durabilité,
- la résistance à la fracture.

c) Les polymères et autre matière molle

Les utilisations des polymères dans le domaine des biomatériaux sont extrêmement nombreuses. Les deux grandes tendances de l'usage des polymères concernent :

La recherche de polymères fonctionnels, c'est-à-dire susceptibles d'avoir une fonction chimique particulière à l'interface matériau-tissu vivant, à savoir par exemple la capacité d'interaction avec les ostéoblastes (et/ou les fibroblastes) qui favorise la repousse osseuse ou ligamentaire. Ceci est envisagé par la fixation sur le polymère de groupements ionisés tels qu'ortho phosphate, carbonate, carboxylate, etc. La "fonctionnalité" peut notamment être obtenue par la modification de l'état de surface du polymère par implantation ionique ou par greffage de substances fonctionnelles.

La recherche de polymères résorbables tels que les copolymères d'acide lactique et d'acide glycolique qui sont utilisables en chirurgie orthopédique traumatologique, ou les poly anhydrides et/ou poly aminoacides qui sont utilisés dans les formes retard de médicaments.

d) Les matériaux d'origine naturelle

Le souci de biocompatibilité des implants a orienté les chercheurs vers des matériaux logiquement biocompatibles puisque d'origine naturelle. Outre les tissus biologiques retraités (valves porcines, carotide de bœuf, veine ombilicale,...), le sulfate de chondroïtine et l'acide hyaluronique, on trouve parmi ceux-ci :

- les greffes en général (autogreffes, allogreffes, hétérogreffes) ;
- la chitine, polysaccharide extrait des coquilles de crabe, qui est susceptible d'application pour les fils de suture, la chirurgie reconstructive et la peau artificielle ;
- les fucanes, polysaccharides extraits des algues marines (anticoagulants - anti complémentaires, etc...) ;
- les dextrans et autres polysaccharides fonctionnalisés (la dextrine est préparée par transformation de saccharose par des bactéries) ;
- la cellulose, traditionnellement utilisée pour les membranes de dialyse, mais dont d'autres applications sont à l'étude, notamment comme ciment de prothèse de hanche ;
- le corail, qui pourrait être utilisé en chirurgie orthopédique et/ou maxillo-faciale, grâce à la possibilité de recolonisation de ce matériau par les cellules osseuses ;
- le collagène, d'origine animale (extrait de la peau) ou humaine (extrait du placenta humain) et dont les applications existantes ou envisageables sont très nombreuses :
 - cosmétologie et chirurgie esthétique,
 - pansements et éponges hémostatiques,
 - implants oculaires et pansements ophtalmologiques,
 - reconstitution de tissus mous et durs à l'aide de mélanges collagène-facteurs de croissance hydrox apatite,
 - peau artificielle (derme).
- L'avantage du collagène réside dans le fait que :
 - c'est un produit hémostatique,
 - il a certaines propriétés mécaniques qui permettent de le manipuler,
 - il est indispensable au développement cellulaire, [31]

I.3.6-Les nanostructures

I.3.6.1-Introduction

Depuis les années 1980, de nombreux travaux ont montré que les matériaux nanostructures présentent des caractéristiques physico-chimiques distinctes de leurs homologues microstructures [32].

Les nanomatériaux, sous forme de poudres, de revêtements ou encore de pièces massives, sont constitués de cristallites dont la dimension est inférieure à 100 nm. Par rapport aux matériaux conventionnels, ils présentent une fraction non négligeable de joints de grains. Cette fraction volumique peut atteindre par exemple 20 % pour des cristallites de 10 nm et une épaisseur de joints de grain de 0.7 nm.

Les matériaux nanostructures sont obtenus par une très large palette de méthodes physiques, chimiques et mécaniques. Pour ces dernières, il s'agit essentiellement de la mécano synthèse (mechanical alloying, ball milling, mechanochemistry).

Au cours de cette conférence, les différentes méthodes permettant d'obtenir ces nanomatériaux sous les formes pulvérulente et/ou massive seront discutées. Les propriétés spécifiques induites par cette échelle nanométrique seront présentées. Le marché des nanomatériaux et leurs applications seront également abordés.

I.3.6.2- Spécificités des nanomatériaux

Si l'on veut distinguer les nanomatériaux des matériaux dits classiques, l'on considérera un nanomatériau, un objet pour lequel l'une ou l'autre de ses caractéristiques physico chimiques présentent une brutale variation pour une décroissante de la taille de ses cristallites. Typiquement, cette dimension critique des cristallites se situe dans la gamme 10 – 100 nm. Elle est très liée à la caractéristique visée mais également pour une propriété spécifique à la nature du matériau lui-même (inorganique, organique, semi – conducteur, métallique) Il convient de distinguer 4 grandes classes de nanomatériaux en fonction de la dimensionnalité :

a) Dimension 0 : cette classe de nanomatériaux recouvre les nanoparticules de dimension inférieures à la centaine de nanomètres.

b) Dimension 1 : Nous retrouvons les fibres ultrafines, les nanotubes. Le diamètre de ces objets est de quelques dizaines de nanomètres pour une longueur atteignant désormais quelques millimètres.

c) Dimension 2 : Ce sont les dépôts en couches minces. Nous retrouvons dans cette catégorie les multicouches pour applications électroniques mais également depuis une dizaine d'années,

les revêtements « hyper durs » pour applications mécaniques (Résistance au frottement et/ou à l'abrasion).

d) Dimension 3 : Les nanomatériaux massifs constituent cette classe. Nous y ajouterons également les poudres microniques nanostructures essentiellement produites par des procédés mécaniques de type mécano synthèse. Nous pourrions introduire dans cette classe tous les revêtements épais (de quelques dizaines de micromètres à quelques millimètres). Ces revêtements peuvent être élaborés par voie électrochimique ou par déposition par voie plasma [32].

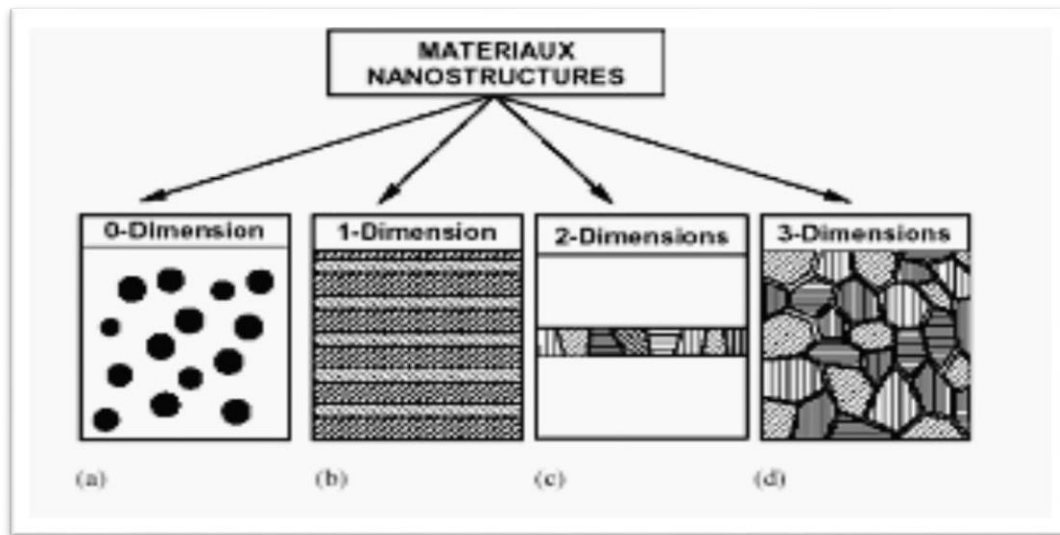


Figure1. 16 : les différentes classes de nanomatériaux en fonction de leur dimensionnalité [33].

I.3.6.3-Procédés d'élaboration des nanomatériaux

Tableau1. 6 : Les procédés de la fabrication des nanostructures [34]

Procédés physiques	<ul style="list-style-type: none"> - Par évaporation/condensation - Par ablation au laser - Par décharge électrique - Par les flammes de la combustion - Par pyrolyse au laser - Par des micro-ondes - Par irradiation ionique ou électronique - Par décomposition catalytique - Par dépôts physiques en phase vapeur
---------------------------	--

Procédés chimiques	<ul style="list-style-type: none">- Par réaction en phase vapeur- Par réaction en milieu liquide/solide- Par technique « sol-gel » à base de silice, alkoxyde métal, etc.
Procédés mécaniques	<ul style="list-style-type: none">- Par broyage à haute énergie ou mécano-synthèse- Par consolidation et densification- Par les techniques de fortes déformations : torsion/friction/laminage

I.3.6.3.1-Méthode de broyage à haute énergie ou mécano-synthèse

I.3.6.3.1.1Introduction

Parmi les techniques d'élaboration des matériaux nanostructures, la technique dite : mécano synthèse consiste généralement à broyer des poudres micrométriques de métal pur, intermétallique, alliages de composition stœchiométrique pour obtenir un matériau nanostructure. Elle permet l'obtention de nano précipité ou nano-objets dispersés de façon homogène au sein de la matrice.

I.3.6.3.1.2- Définition

Le mécano synthèse (MA, mechanical alloying en anglais) est une technique d'élaboration des matériaux homogènes en poudre par des moyens mécaniques, ayant comme départ des mélanges de poudres des éléments [35,36].

I.3.6.3.1.3- Appareillage

L'équipement typique pour réaliser la mécano synthèse est le broyeur de haute énergie. Tous types de broyeurs sont constitués d'une ou plusieurs jarres dans lesquelles sont contenues

des billes ou des barres qui agissent sur les matériaux mis dans la jarre sous forme de poudre. Les jarres et les billes ou barres sont construits en général en matériaux qui manifestent une forte résistance à l'usure et pour éviter la contamination.

Les broyeurs peuvent être classés selon la modalité d'action sur le jarre/bille :

- attriteur ;
- broyeur planétaire ;
- broyeur vibrateur ;

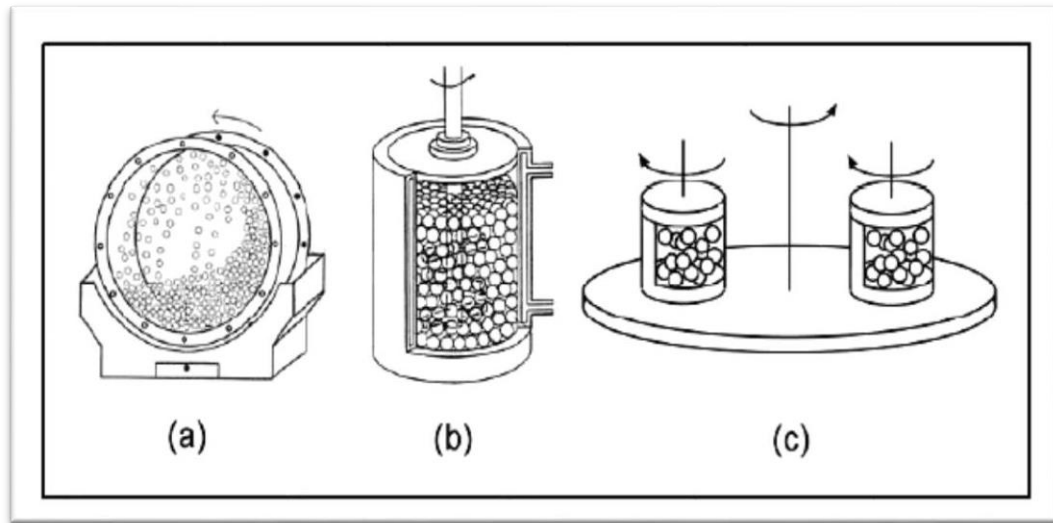


Figure1. 17 : Broyeur à boulets (a), broyeur attriteur (b), broyeur planétaire (c).

- a) **L'attriteur** : est constitué d'une enceinte dans laquelle un pilon vertical, sur lequel sont fixées perpendiculairement des barres à 90° les unes par rapport aux autres, entraîne en mouvement des billes [35,36].

La capacité d'un attriteur est comprise entre 0.5 et 40 kg de poudre, mais l'énergie fournie à cette poudre est faible ; l'attriteur est un broyeur de faible énergie.

- b) **broyeur planétaire** : est composé d'un disque sur lequel sont fixées les jarres ; le disque tourne dans une direction et les jarres dans la direction opposée [35-37].

Comme la jarre et le disque tourne dans des directions opposées, la force centrifuge générée par le disque et la jarre une fois s'ajoute et une autre fois se retranche, (forces opposées en direction). Ceci fait que à la fois les billes restent sur la paroi (effet de friction sur la poudre) et après elles volent vers l'autre côté de la jarre frappant la poudre (effet d'impact) [35,36].

La capacité typique des broyeurs planétaires est de l'ordre des 102 g de poudre par jarre. L'énergie fournie est beaucoup plus grande que dans le cas d'un attrit ; le broyeur planétaire est un broyeur de haute énergie.

- c) **Le broyeur vibrant** : est composé d'une jarre dans laquelle sont contenues des billes. La jarre est déplacée horizontalement en avant, en arrière et latéralement avec une fréquence d'environ 20 Hz (modèle Spex 8000) [35, 36,38].

La capacité de ce type de broyeur est de quelques dizaines de grammes de poudre, mais la vitesse d'impact des billes est de l'ordre du m/s et la fréquence de choc de l'ordre de cents de Hz le broyeur vibrant a la plus haute énergie parmi les broyeurs utilisés dans le mécano synthèse.

I.3.6.3.1.4- Les paramètres impliqués dans le mécano synthèse

- a) **L'énergie du broyeur** : dépend de chaque type de broyeur. En principe une énergie élevée conduit à une obtention plus rapide du produit final [39].
L'énergie du broyeur nous donne un autre paramètre important : la vitesse de broyage. Une vitesse trop grande fait que les billes restent collées sur les parois sans agir sur la poudre et fait croître la température de la jarre, avec des effets négatifs sur le produit final (par exemple oxydation) [35,36].
- b) **La nature des billes et des jarres** : considère le type d'acier des billes, leur dimension et leur nombre qui ont des influences sur l'efficacité du broyage [35, 36,39].
- c) **Le rapport masse bille/masse poudre** : influence la formation des phases dans les poudres broyées. Il peut varier entre 1/1 jusqu'à 220/1, avec la croissance de ce rapport il est possible de réduire le temps nécessaire pour obtenir le produit final [35, 36,39].
- d) **Le degré de remplissage** : de la jarre avec les billes est un autre facteur important dans le broyage mécanique. Un remplissage trop faible ou trop grand diminue l'efficacité du processus ; un taux optimal de remplissage est trouvé à 50 – 60 % du volume du jarre. Le produit final peut dépendre du taux de remplissage de la jarre avec les billes [35, 36,39].
- e) **L'atmosphère** : dans laquelle se poursuit le broyage peut influencer la nature du produit final, mais aussi sa taille. En général, des gaz inertes sont utilisés (Ar, He) pour éviter la contamination, mais aussi l'air, N₂ ou H₂ pour produire des nitrures, hydrures, oxydes, etc. [35,36].

Il a été trouvé que les gaz inertes peuvent créer des défauts dans la poudre finale, mais aussi qu'ils peuvent être « emprisonnés » dans le composé final [40].

En fonction de la nature de l'atmosphère de broyage la mécano synthèse peut être réalisée en environnement sec (air, Ar, He, N₂ ou H₂) ou humide (des composés organiques peuvent être introduits par exemple dans l'atmosphère de gaz inerte).

- f) Temps de broyage :** c'est le paramètre qui décrit l'intervalle de temps nécessaire pour obtenir le produit final. Il dépend du type de broyeur utilisé, du mode d'action des billes sur la poudre (collisions élastiques ou frottements) et de la température de broyage [38].
- g) Broyage continu ou séquentiel :** le broyage continu peut conduire à l'obtention d'un produit différent de celui obtenu pour un broyage avec des pauses [41].
L'utilisation des agents de contrôle du processus peut conduire à une taille de cristallite déterminée, par la régulation des processus de soudage à froid, mais avec des effets contaminants sur la poudre finale [35,36].
- h) La température :** de broyage a aussi une influence sur la formation de l'état final du produit. Une température élevée fait que la taille des cristallites augmente mais réduit leurs contraintes et la solubilité dans l'état solide [35,36]
La température varie pendant le processus de broyage ; une température plus haute pendant la période de formation du produit final est observée. Il est constaté l'existence d'une différence entre la température des billes et celle de la paroi et entre différents types des poudres broyées (ductiles, fragiles) [42].
- i) La contamination** est le grand défi du mécano synthèse, parce qu'elle est toujours présente. Parmi les facteurs qui contribuent à la contamination des poudres citons :
- les billes et les jarres – contamination en fer, dépendante de l'énergie du broyeur, du temps de broyage et de la température qui est atteinte dans la jarre [35,36].
 - les poudres broyées – la nature de ces poudres, la dimension des particules, le type de poudre (fragile, ductile) [43].
 - l'atmosphère de broyage – réaction avec la poudre broyée et obtention des produits indésirés ;
 - agents de contrôle du processus – généralement des produits organiques ajoutés en proportion de 1 – 5 % massique aux poudres broyées qui forment des produits incorporés dans le composé final [35,36].
 - température de broyage.
 - temps de broyage.

I.3.6.3.1.5- Mécanisme de broyage mécanique haut énergie

Suivant la morphologie des particules de la poudre broyée, le processus de broyage a été divisé en trois stades différents :

1) Stade primaire

Durant les premières heures de broyage, les particules de poudres sont constituées de lamelles alternées des éléments de départ, la taille des particules peut varier de quelque micron à 100 μm . Comme le phénomène de fracture est dominant à ce stade, les éléments de départ peuvent être identifiés dans le composé formé. La composition chimique des particules de poudre de ce dernier, varie de façon significative à l'intérieur de la particule et aussi d'une particule à l'autre

2) Stade intermédiaire

Avec l'avancement de processus de broyage, les phénomènes de fracture et de soudage deviennent importants et les particules de poudre sont de plus en plus fines. Ce stade est caractérisé par le début de la dissolution des éléments solutés dans la matrice. La formation de régions de la solution solide est facilitée par l'augmentation de la densité de défauts dans le réseau cristallin et de la température à travers le transfert de l'énergie cinétique des billes aux particules de poudres

3) Stade finale

Au cours de ce stade, la microstructure des particules paraît plus au moins homogène à l'échelle macroscopique. Aucune structure lamellaire n'est observée. Une homogénéité de la composition chimique de toutes les particules peut être atteinte, ce qui conduit à la formation d'un alliage ayant une composition proche de celle du mélange initial. Aussi, la dureté des particules de poudres atteint l'état de saturation [44].

Partie 4 : Généralité sur les matériaux étudiés

I.4-Le titane et ces alliages

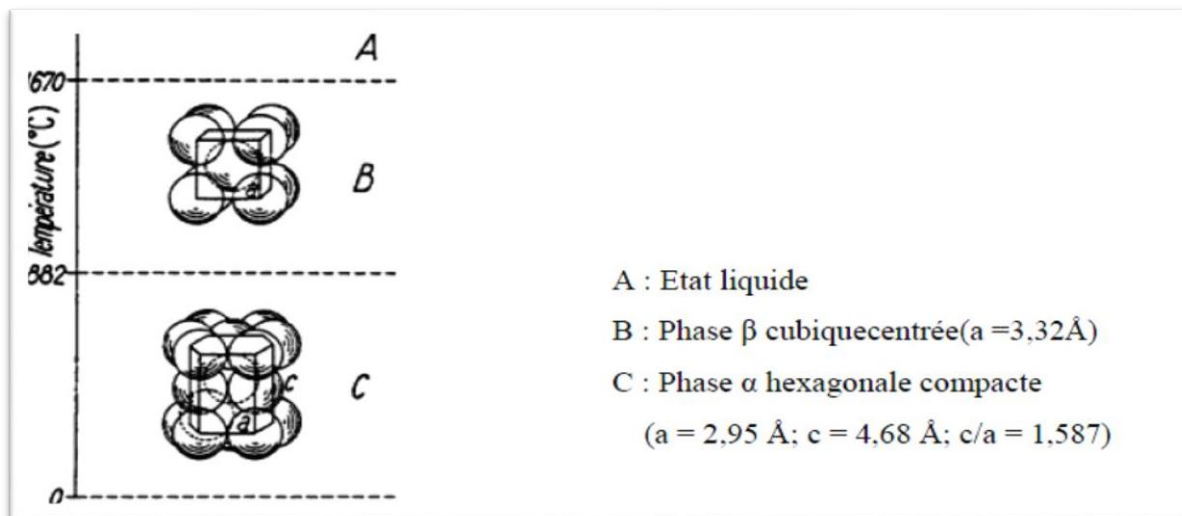
I.4.1-Le titane pur

C'est un élément de transition à basse densité et à point de fusion élevé. Il possède un ensemble unique de propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion qui le rend particulièrement approprié pour des applications très contraignantes, notamment dans la chimie

et l'industrie aéronautique. Ces propriétés sont également à l'origine de son utilisation en chirurgie [45].

Dans les premiers stades de son utilisation, le titane a été employé sous une forme commercialement pure qui est essentiellement un alliage dilué de titane et d'oxygène. Il ya plusieurs qualités de titane commercialement pur, contenant des quantités variables d'oxygène dissous et de fer ; la résistance est d'autant meilleure que la teneur en oxygène est élevée [46].

Figure1. 18: Cristallographie du titane pur en fonction de la température.



I.4.2- Influence des éléments d'addition

Ces éléments d'addition influent sur la température de transformation allotropique et donc n'agissent sur le domaine de stabilité des phases α et β . En fonction de leur influence sur cette stabilité, on distingue les éléments alpha gènes, bêta gènes et les éléments neutres (Tableau7).

- Les éléments neutres** ; ont un pouvoir alpha gène ou bêta gène très faible et n'ont que peu d'effet sur la valeur des températures de transformation. On trouve essentiellement le zirconium et l'étain dans cette catégorie.
- Les éléments alpha gènes** ; tendent à étendre le domaine de stabilité de la phase α -et par conséquent à augmenter la température de transition T_{β} . On trouve dans cette famille de nombreux éléments d'insertion. Les principaux éléments alpha gènes sont Al, O, N, C, B. L'aluminium, un des constituants majeurs des alliages de titane commerciaux, forme une solution solide de substitution et permet ainsi un durcissement important de la phase α . Alors que les autres éléments de cette catégorie, de par leur faible rayon atomique, s'insèrent dans les sites interstitiels du réseau [47].

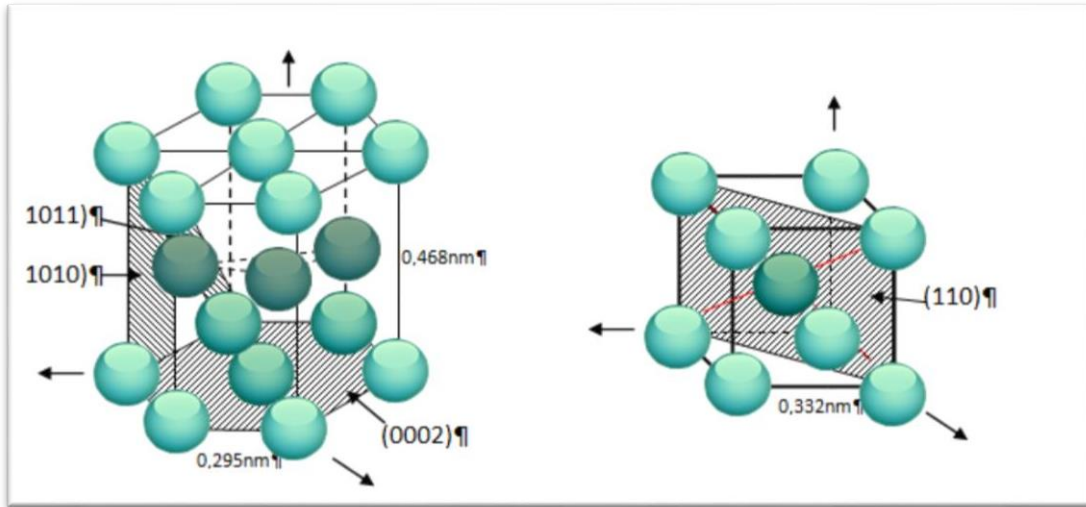
- c) **Les éléments bêta gènes** ; élargissent le domaine de stabilité de la phase β et diminuent ainsi la température de transformation $\beta \leftrightarrow \alpha$. On distingue les éléments bêta gènes :
- **Isomorphes** qui sont de structure cubique centrée et donc miscibles dans la phase β du titane (c'est le cas de Mo, V, Nb, Ta tous substitutionnels).
 - **Eutectoides** de structures cristallographiques généralement différentes et qui ne sont que partiellement miscibles dans la phase β du titane ce qui favorise la précipitation de composés intermétalliques (H pour les interstitiels et Mn, Fe, Cr, Co, W, Ni, Cu, Au, Ag, Si pour les substitutionnels) [47].

Tableau 1.7 : classification des éléments d'addition des alliages de titane.

Caractère		Insertion	Substitution
Alpha gène		O N B C	Al
Beta gène	Isomorphe		Mo, V, Nb, Ta
	Eutectoïde	H	Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W Co, Ag, Au, Si

I.4.3-Structure

Le Titane peut exister sous 2 formes cristallines qui se différencient par la nature du réseau cristallin avec transformation réversible à 882°C. Le Titane peut cristalliser dans le système Hexagonal Compact (HC); c'est le Titane alpha (Ti α) qui constitue la forme la plus stable à température ordinaire. Il peut également cristalliser dans le système cubique centré (CC); c'est le Titane bêta (Ti β) qui existe aux températures élevées jusqu'au point de fusion. Les formes α et β constituent deux variétés allotropiques. β étant plus léger que α .



Titane: structure cristalline hexagonale
Compacte (forme α)

Titane: structure cristalline cubique
centrée (forme β)

Figure 1.19 : les structures cristallines de titane

Certaines des propriétés physico-chimiques et mécaniques du titane pur sont présentées dans le tableau 6.

Tableau 1.8 : Quelques caractéristiques physico-chimiques du titane pur [48,49]

Propriétés	Valeurs correspondantes
Masse atomique	47.867 +/- 0.001 u.m.a
Masse volumique	4.51 g.cm ⁻³
Etats d'oxydation	2 ; 3 ; 4
Température de fusion	1670 °C
Température de transformation allotropique (transus β noté T β)	882 °C
Module d'élasticité	110 GPa
Coefficient de poisson	0.33
Limite d'élasticité à 0.2 % de déformation plastique	260 MPa
Allongement à la rupture	40%

Conductivité thermique à 20 °C	16.7 j /m.s. °C
Résistivité électrique	$47.8.10^{-8} \Omega m$
Coefficient de dilatation	$8.5.10^{-6} m/^{\circ}C$
Magnétisme	Non
Résistance maximale à la Traction	350 MPa

La température de transformation β et la température de fusion d'un alliage de titane dépend des éléments d'addition dans l'alliage. Chaque alliage de titane possède ainsi une température de transformation β et une température de fusion qui lui est propre.

I.4.4- les alliages de titane

Les alliages de titane sont conventionnellement répartis en trois catégories (figure 19) : les alliages peuvent être classés soit « alpha » si seule la phase α est présente, soit « alpha/bêta » si les deux phases coexistent, soit enfin β -stable si la phase β est retenue après refroidissement lent, ou alors β -métastable si une trempe est nécessaire pour empêcher un début de transformation. Le classement des alliages de titane par leur constitution (α , $\alpha + \beta$ et β) est commode mais peut parfois être trompeur. Par exemple, tous les alliages α contiennent généralement une petite quantité de phase β [50,51]

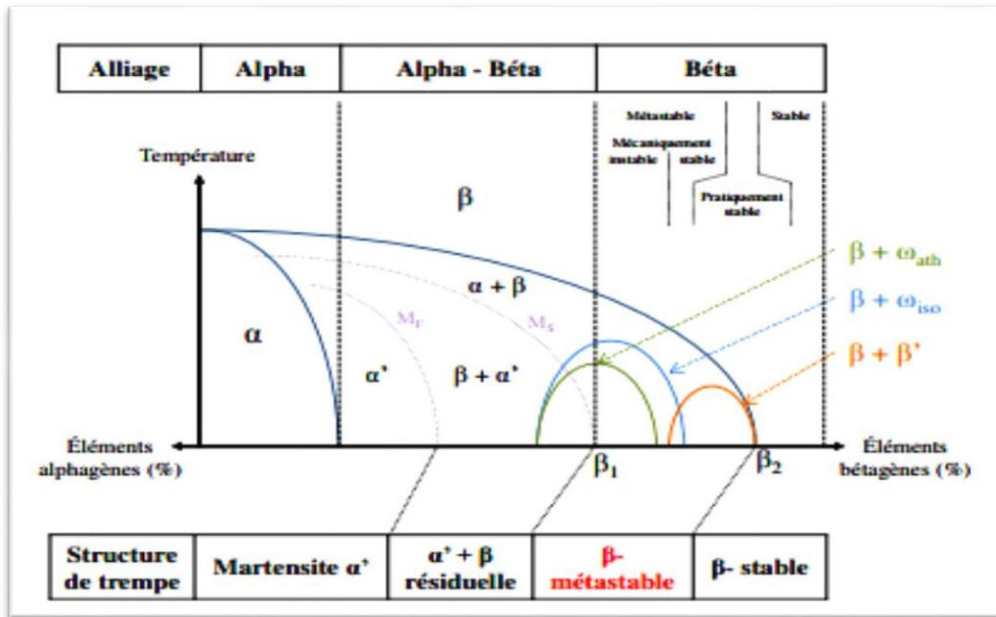


Figure 1.20 : diagramme pseudo-binaire, influence des éléments d'addition et phases induites [52]

a) **Les alliages de type α**

Les alliages α sont des alliages 100% α à température ambiante. Ils contiennent principalement des éléments d'additions de type α -gène ou neutre avec une teneur inférieure à 9 % .Ils ne permettent pas le durcissement structural. Ils sont peu sensibles aux traitements thermiques et leur mise en forme est difficile. Les principaux avantages de ces alliages sont leur faible densité, une bonne tenue au fluage et une bonne soudabilité. L'ajout d'une faible proportion d'éléments bêta gènes (alliages dits «pseudo-alpha») peut permettre de retenir une faible proportion de phase β sous forme métastable à température ambiante.

b) **Les alliages de type $\beta+\alpha$**

Les alliages $\alpha+\beta$ sont des alliages qui contiennent à la fois de la phase α et de la phase β . On distingue trois catégories parmi ces alliages :

- les alliages quasi- α qui ont peu de phase β stable et qui sont proches des alliages α . De faibles quantités d'éléments β -gènes (environ 2%) sont ajoutées aux alliages monophasés α . D'où la stabilité possible de la phase β . Ceci améliore la fongibilité à froid de l'alliage [53].
- les alliages $\alpha+\beta$ (alliages biphasés) qui contiennent entre 5 et 20% de phase β . Une grande variété de microstructures peut être obtenue pour ces alliages, leur conférant ainsi des propriétés mécaniques variées. Cela dépend des éléments d'addition et de

leur quantité, des traitements thermiques ainsi que des vitesses de refroidissement définis. Un des plus connus est l'alliage Ti-6Al-4V, très utilisé dans l'aéronautique, puisqu'il possède un bon rapport résistance mécanique/ductilité. Une microstructure de trempe constituée de la phase martensitique α (phase hexagonale similaire à la phase α) peut également être observée selon les compositions.

- Les alliages quasi- β qui en peu de phase α stable et qui sont proches des alliages β . De faibles quantités d'éléments α -gènes ce type d'alliage à des bonnes propriétés mécanique à l'ambiante
- c) **Les alliages de type β**

les alliages β métastables ont une capacité à retenir 100% de la phase β métastable à température ambiante à l'issue d'un traitement thermique de mise en solution, effectué à une température supérieure à la température du transus β , suivi d'une trempe. La phase β métastable se transforme alors en phases α et β stables avec 25 à 35% de phase β . Ces alliages peuvent posséder une résistance mécanique très élevée (au-delà de 1 300MPa), selon la morphologie de la phase α formée lors d'un revenu. Cependant, au-delà de 1300MPa, on observe une ductilité réduite, ce qui limite les applications industrielles [54]. Les alliages β ne possèdent que de la phase β à température ambiante et sont complètement stabilisés par la présence d'une quantité importante en éléments β -gènes. Ces alliages ont une bonne formabilité à froid et ont une bonne soudabilité [55].

I.4.5- Caractéristique des microstructures

Au moins autant, sinon plus, que pour tout autre système d'alliage, les propriétés des alliages de titane sont extrêmement dépendantes de la microstructure. Ainsi différents type de microstructures sont obtenues selon le type d'application recherchée.

I.4.5.1-Microstructure lamellaire

La microstructure de type lamellaire est obtenue suite à une mise en solution dans le domaine p , suivie d'un refroidissement à température ambiante. Au-dessus du transus p , les grains p connaissent une croissance rapide. Lors du refroidissement, la phase a précipite préférentiellement aux joints de grains p . A partir de cette précipitation, se développent des colonies de lamelles a . Simultanément, la phase a se développe dans la matrice, formant des sous-colonies pour des vitesses de refroidissement rapides (Figure 21).



Figure 1.21: Exemple microstructure lamellaire [56]

I.4.5.2- Microstructure martensitique

La transformation de type martensitique, se produit après trempe dans le domaine P, donnant naissance à la phase a'. Elle se présente sous forme de très fines aiguilles qui ont précipité à partir des grains p. La composition de la phase a' est la même que celle de la phase P mais sa structure correspond à celle de la phase a hexagonale compacte [57,58].

I.4.5.3- Microstructure équiaxe

La microstructure équiaxe peut être obtenue par déformation d'une structure lamellaire ou martensitique dans le domaine a/p proche a suivi d'une mise en solution. Les lamelles a déformées dans le domaine a/p se fractionnement. Deux mécanismes sont mis en évidence :

- la formation de sous-joints à l'intérieur des lamelles, si la déformation est homogène.
- le cisaillement local des lamelles, si la déformation est hétérogène. Un revenu après déformation assure la formation de la structure équiaxe. La structure prend l'allure d'un état recristallisé, cependant la taille des grains n'excède pas la largeur des lamelles initiales (Figure22)[59].

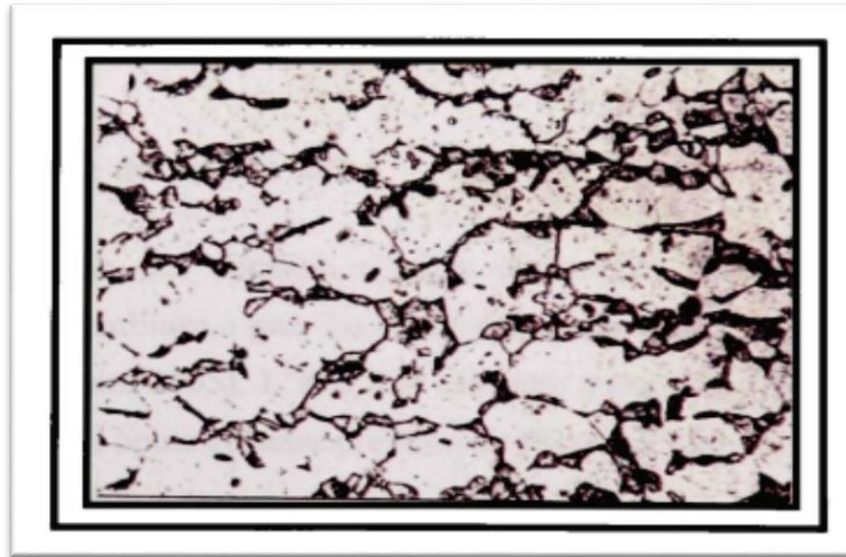


Figure 1.22 : Exemple de microstructure équiaxe

I .4.5.4 Microstructure bimodale

Soit une structure bimodale, caractérisée par des nodules de phase alpha séparés par des lamelles $\alpha + P$. Elle est obtenue après déformation d'une microstructure initialement lamellaire dans le domaine α/p . Les lamelles α présentes lors de la déformation dans le domaine α/p , forment des globules α équiaxes aussi appelés α primaires. Les colonies, aussi appelées α secondaires, sont héritées de la transformation de la phase p lors du refroidissement (Figure 23) [60].

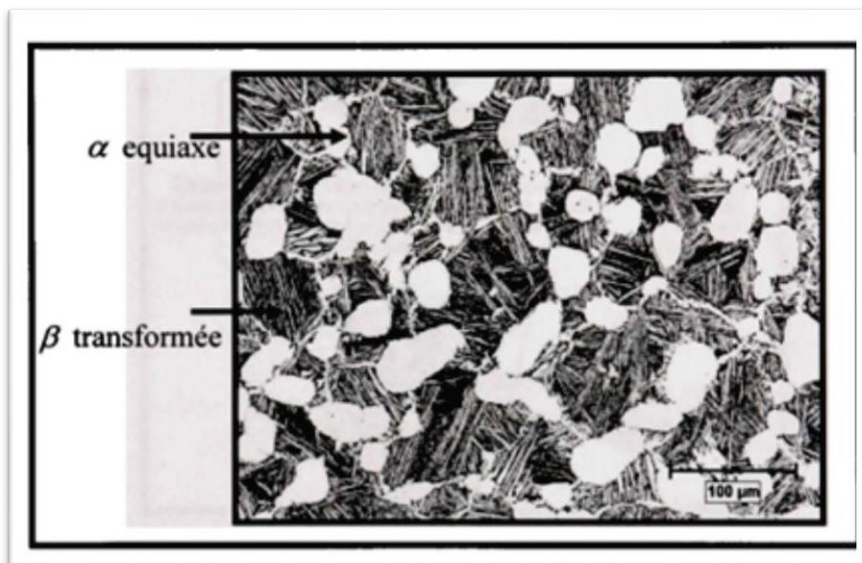


Figure 1.23 : Exemple de microstructure bimodale.

Conclusion

Les nanoparticules représentent un réel espoir pour la médecine. Elles peuvent en effet favoriser la délivrance d'agents thérapeutiques au sein même de la zone à traiter en limitant leur capture par d'autres tissus.

L'ensemble de l'étude bibliographique permet de comprendre les propriétés physicochimiques des biomatériaux ainsi que leurs différentes techniques de synthèses. De plus, les intérêts et les applications de ce dernier sont détaillés.

La microstructure et les propriétés des biomatériaux nanocristallins sont fortement dépendantes des méthodes d'élaboration. L'amélioration des propriétés mécaniques peuvent être atteinte grâce l'affinement de la taille des grains de l'échelle micrométrique au domaine du nanomètre.

Nous sommes intéressés ensuite à la notion des nanomatériaux et leurs procédés de la fabrication.

Bibliographie & Références

- [Web 1] www.paris-nord-sftg.com/patients.arthrose.0301.php3 consulté en 12/06/2018.
- [web 2] www.medicms.be/medi/arthite.htm consulté en 15/05/2018.
- [web 3] www.sercevie.com/02sante/cle_des_maux/a/maux21e.htm consulté en 02/06/2018.
- [web4] <https://sante-medecine.journaldesfemmes.fr/faq/4528-spondylarthrite-ankylosante-symptômes-et-traitement> consulté en 05/06/2018.
- [web5] <http://ao.um5s.ac.ma/xmlui/bitstream/handle/123456789/1059/m1422009.pdf?sequence=1&isAllowed=y> consulté en 14/06/2018.
- [web6] http://www.orthopedieprovence.com/telechargement/protheses_hanche_experience.pdf consulté en 12/06/2018.
- [web 7] l. Lhotellier, <http://www.hopital-dcss.org/actes/pth.htm> consulté en 16/06/2018.
- [web 8]. <http://www.orthopedie-yperman.be/index2.php?lang=french&id=55>. Consulté le : 24/05/2018.
- [web9] m. Harroug « analyse de phénomène tribologique des prothèses par l'approche numérique » mémoire de magistère, université de batna, (2012).
- [1] Ficat p., ficat j.j., a biomécanique de la hanche en biomécanique orthopédique. Masson:468-480,(1987).
- [2] Kapandji i. A., physiologie articulaire. Schémas commentés de mécanique humaine. Maloine, paris, fascicule ii, 5^{ème} édition : 26-27, (2002).
- [3] Teinturier p., terver s., jaramillocv., besse j.p., la biomécanique du cotyle. Sofcot réunion annuelle, nov. Revue du chirurgien orthopédique, 1984; suppl.ii:70,(1983).
- [4] S. Breusch, les conditions de la cimentation pour les pth, maîtrise orthopédique 126, http://www.maitrise-orthop.com/corpusmaitri/orthopaedic/126_breusch/index.php], (2003).
- [5] J.l. Cartier, la cupule à double mobilité, principes de fonctionnement et conditions opératoires, maîtrise orthopédique 121cartier /cartier, (2003).
- [6] Harkess j. W., arthroplasty of hip in campbell's operative orthopaedics. Mosby year book, st louis, 8th edition, vol. 1:445-626, (1992).
- [7] Anonyme. Zimmer sur les prothèses totales de hanche : 1-15,(2008).
- [8] La prothèse totale de hanche dans les nécroses aseptiques de la tête fémorale ameziane l., ouazzani n., berrada m.s., el yaacoubi m., wahbi s., el bardouni mahfoud m., hermas m., el manouar m.
- [9] Les conditions de la bonne cimentation pour les pth. Le journal français de l'orthopédie. Steffen breusch].
- [10] Composition du ciment imprégné d'antibiotique, composition extraite d'une boîte du ciment.
- [11] Jean puget, prothèse totale de hanche les choix : couples de frottement dans les prothèses totales de hanche : comment les choisir ? : 132-145,(2008).
- [12] Dr alain cazenave, prothèse de hanche disponible sur www.orthopal.com, consulté le : 12/11,(2010).
- [13] Docteur françois prigent prothese total de hanche le couple www.prothese-hanche.com
- [14] Jean puget, prothèse totale de hanche les choix : couple métal-métal : 142, (2008).
- [15] Lequesne m, witvoet j. Quelle prothèse totale de hanche choisir ? Actuel rhumotal; 437-51,(1999) .
- [16] Witvoet j. La prothèse totale de hanche : laquelle choisir à l'aube du xxi^e siècle .rev rhum 66 (suppl) :s68-76,(1999).
- [17] Kerboul l.arthroplastie totale de hanche par voie transtrochantérienne .encycl. Méd. Chir 1994 ; 44-665 :1-12.
- [18] Cao mm, mainard d, guillemin f, delagoutte jp. Evaluation de la chirurgie prothétique des membres inférieurs : intérêt des mesures de qualité de vie .ann méd. Nancy est ; 35 :31-4,(1996).

- [19] Witvoet j. Faut-il cimenter ou non les prothèses totales de hanche ? *Chirurgie*;122 :217-9,(1997).
- [20] Court c, nordin jy. Prothèse totale de hanche :les choix du chirurgien. In : groupe d'étude et de travail en radiologie ostéoarticulaire imagerie de la hanche. Montpellier : sauramps médical , p.311-30,(1999).
- [21] Rainer schmidt. Comportement des matériaux dans les milieux biologique. Application en médecine et biotechnologie .page :279-281.
- [22] Thèse : films minces de dioxyde de titane déposés sur titane mocvd : microstructure et biocompatibilité. Présentée et soutenue par simona andreia jacota popescu le 14 novembre, (2008).
- [23] D.f. Williams. Definitions in biomaterials, amsterdam: elsevier, 1987.
- [24] D.f. Williams. The williams dictionary of biomaterials. . Liverpool: liverpool university press, (1999).
- [25] Mémoire du diplôme de l'école pratique des hautes études «étude in vitro de fibroblastes gingivaux sur l'alliage nickel-titane : influence des états de surfaces ». Par vincent comte, (2003).
- [26] Article (version pdf) prothèses biocompatibles : le titane devient incontournable.
- [27] Mémoire du diplôme de l'école pratique des hautes études «étude in vitro de fibroblastes gingivaux sur l'alliage nickel-titane : influence des états de surfaces ». Par vincent comte, (2003).
- [28] Université de bordeaux ii, mémoire de l'attestation d'étude et de recherche approfondies en implantologie orale année(2005/2006) présenté et soutenu par le dr pascal eppe. Allergies et intolérances en implantologie.
- [29] D.f. Williams .proc. Of a consensus conf. Of the eur. Soc. For biomater. . Elsevier, new york, march 3-5, 4,(1986).
- [30] Natali an, pavan pg. A comparative analysis based on different strength criteria for evaluation of risk factor for dental implants. *Comput methods biomech eng* 2002; 5:127–33.
- [31] Rapport rédigé sous la coresponsabilité de laurent sedel, président de l'intercommission n° 1 de l'inserm - faculté de médecine lariboisière – paris et christian janot, professeur à l'université joseph fourier - ill – grenoble.
- [32] E. Gaffet, s. Begin - colin, o. Tillement - rapport d'expertise - editeur innovation 128 - 185 pages, (1998).
- [33] H. Gleiter - *acta mater.* 48 1 – 29, (2000).
- [34] R.w siegel.nanostructuct.mater., 3, (1993).
- [35] D.bouvard, métallurgie des poudres : hermés science publications, (2002).
- [36] E. Gaffet, g. Le caër - encyclopedia of nanoscience and nanotechnology, american scientific publishers, vol. 5 91 – 129, (2004).
- [37] c. C. Koch, *annu. Rev. Mater. Sci.*, 19, 121, (1989).
- [38] E. Gaffet, m. Abdellaoui, n. Malhouroux-gaffet, *mater. Trans.*, jim 36(2), 198, (1995).
- [39] A. E. Yermakov, e. E. Yurchikov, v. A. Barinov, *fiz. Metal. Metalloved* 52, 1184 (1981), *phys. Met. Metall.* 52, 50, (1981).
- [40] C. C. Koch, o. B. Cavin, c. G. Mckamey scarbrough, *appl. Phys. Lett.* 43, 1017, (1983).
- [41] j. S. Benjamin, *met. Trans.* 1, 2943, (1970).
- [42] J. S. Benjamin, r. D. Schelleng, t. E. Volin, *met. Trans. A* 12a, 1827 (1981) - *met. Trans.* 5, 1929, (1974).
- [43] A. W. Weeber, h. Bakker, *physica b* 153, 93, (1988).
- [44] K. Y. Wang, t. D. Shen, j. T. Wang, m. X. Quan, *scripta met. Et mat.* 25, 2227, (1991).
- [45] Besse m., élaboration et caractérisation d'alliages à base de titane de type gum metals en vue d'adapter leurs propriétés superélastiques aux applications biomédicales, phd thesis, in sa rennes, france, (2010).

- [46] Burgers w.g., the process of transition of the cubic body-centered modification into the hexagonal close-packed modification of zirconium, metallwirtschaft (d), p.785 et physica (nl), 1, p.561, (1934).
- [47] S. Banerjee, p. Mukhopadhyay, phase transformations: examples from titanium and zirconium alloys 21-23, (2007).
- [48] Combres y., propriétés du titane et de ses alliages, techniques de l'ingénieur, m557, (1999).
- [49] Robert y., simulation numérique du soudage du ta6v par laser yag impulsif : caractérisation expérimentale et modélisation des aspects thermomécaniques associées à ce procédé, phd thesis, école des mines de paris, (2007).
- [50] R.e. Curtis, r.r. Boyer, j.c. Williams, transactions of the american society for metals (asm) 62, 457-469, (1969).
- [51] H. Margolin, j.c. Williams, j.c. Chesnutt, g. Lütjering, titanium'80 science & technology, proceedings of the 4th international conference on titanium 169-216, (1980).
- [52] B. Champin, b. De gélas, traitements thermiques des alliages de titane, techniques de l'ingénieur m1335, (1983).
- [53] Pionnier d., étude de la transformation de phases $\beta \rightarrow \alpha$ induite sous contrainte dans l'alliage de titane β -cez, phd thesis, université de metz, (1997).
- [54] Ivasishin o. M., markovsky p. E., semiatin s. L., ward c. H., aging response of coarse and fine-grained β titanium alloys, material sciences and engineering: a, volume 405, p. 196-305, (2005)
- [55] Dehghan-manshadi a., dippenaar r. J., development of α -phase morphologies during low temperature isothermal heat treatment of a ti-5al-5mo-5v-3cr alloy, materials science and engineering: a, volume 528, p. 1833-1839, (2011).
- [56] Jahazi, mohammad., et steeven, yue, aerospace metallic materials and manufacturing processes. Coll. « note de cours mime 565 ». Québec: mcgill university, 633 p, (2005).
- [57] Blackburn, m. J « relationship of microstructure to some mechanical properties of ti8ai-iv-im0. ». Transaction asm, vol. 59, p. 695-708, (1966).
- [58] Hammond, c and p. M kelly. « crystallography of titanium alloy martensites ». Acta metallurgica, vol. 17, p. 869-882, (1969).
- [59] Weiss, i, f. H froes, d eylon and g. E welsch. « modification of alpha morphology in ti-6al-4v by thermomechanical processing ». Metallurgical and materials transactions a, vol. 17a, p. 1935-1947, (1986).
- [60] Weiss, i, g. E welsch, f. H froes and d eylon. « mechanisms of microstructure refinement in ti-6al-4v alloy ». 5th international conf on titanium, munich, p. 1503-1510, (1984).

Chapitre 02

**Matériaux Et Techniques
Expérimentales**

II .1 Introduction

Il est indispensable pour appréhender un matériau de le caractériser, c'est-à-dire d'en analyser les propriétés. Il existe de nombreuses techniques de caractérisation des matériaux qui reposent sur différents principes physiques et chimiques de base.

Et dans cette chapitre on traite les différents techniques de caractérisation utilisées pour la caractérisation structurales et les modalités de calcul de la taille de grains à partir des diffractogrammes de rayons X et MEB et les caractérisations tribologiques.

II .2 Matériau étude et de synthèse

II .2.1 Propriétés générales du Titane

Le Titane, comme ses alliages, présente les caractéristiques suivantes;

- sa tenue à la corrosion est exceptionnelle dans de nombreux milieux comme par exemple l'eau de mer ou l'organisme humain ;
- ses caractéristiques mécaniques restent élevées jusqu'à une température d'environ 600°C et restent excellentes jusqu'aux températures cryogéniques. [1] [2]
- sa transformation en demi-produits et en pièces de forme par les techniques usuelles (forgeage, emboutissage, filage, coulée, soudage,...etc.) est raisonnablement aisée ;
- il est disponible sous diverses formes : lingots, billettes, barres, fils, tubes, brames, tôles, feuillards;
- il est non magnétique ;
- son coefficient de dilatation est légèrement inférieur à celui de l'acier. Il est de moitié de celui de l'aluminium. Son module d'Young (environ 100 GPa) est très proche de celui des structures osseuses [3] [4]

II .2.2 Effets des éléments d'additions

Les éléments d'addition stabilisent, soit la phase α (élément α -gène), qui augmente la valeur de T_{β} , soit la phase β (élément β -gène), qui diminue cette dernière. Les éléments α -gènes sont l'Aluminium (Al), l'Oxygène (O), le Carbone (C) et l'Azote (N). Parmi les éléments β -gènes, on distingue : les éléments isomorphes, miscibles en toutes proportions dans la phase β , qui sont l'Hydrogène (H), le Molybdène (Mo), le Vanadium (V) et le Niobium (Nb), les éléments eutectoïdes, pouvant former des précipités, tels que le Manganèse (Mn), le Fer (Fe), le Chrome (Cr), le Silicium (Si), le Nickel (Ni) et le Cuivre (Cu), Enfin, certains éléments sont qualifiés de neutres, tels que le Zirconium (Zr) et l'Étain (Sn). Les éléments d'addition influent sur la résistance à la corrosion par modification de la chimie de la surface et sur les propriétés

mécaniques soit par le biais de la solution solide, soit par l'influence sur la morphologie de microstructure. [3]

II .2.3 Propriétés générales de l'Aluminium

- sa masse atomique est de 26,9815386 g. mole⁻¹, sa Masse volumique de 2,6989 g. cm⁻³, son rayon atomique (cal) 125 pm (118 pm), son point de fusion 660,32 °C et son Point d'ébullition 2 519 °C.
- l'Aluminium est un métal mou, léger, malléable, ductile et facilement usiné et moulé, résistant à la corrosion. C'est un très bon conducteur alors que son oxyde est un excellent isolant.
- son durcissement est important par traitement thermique. [4]
- sa conductibilité thermique est élevée : échangeurs thermiques.
- sa conductibilité électrique est élevée : conducteurs électriques.
- il est non toxique : industrie alimentaire.
- il est amagnétique : l'Aluminium et ses alliages ne prennent pas l'aimantation.
- il a une grande affinité avec l'oxygène : désoxydant. [5][6]

II .2.4 Caractéristiques du fer

- .Ténacité (résistance à la rupture par traction) : le fer est tenace : la charge de rupture d'un fil de 1 mm² de section est de 30 kg environ.
- Malléabilité : le fer permet de faire des feuilles de métal.
- Ductilité : le fer permet de faire des fils.
- Flexibilité de 200Mpa
- La dureté sur l'échelle de Brinell est de 146, sur l'échelle de Vickers 150, sur l'échelle de Rockwell A 49 et sur l'échelle de Rockwell B 79.
- Force de résistance: 540Mpa [7]

II .3 Technique de caractérisations

II .3.1 Introduction

Dans le cadre de cette étude, différentes techniques de caractérisation ont été mises en œuvre pour caractériser les alliages obtenues par broyage a haute énergie : Dans le cadre de cette étude, plusieurs méthodes ont été utilisées pour caractériser les nanomatériaux obtenues par broyage. Dans ce chapitre, nous allons décrire les différentes méthodes de caractérisation structurales et tribologique.

II .3.2 Caractérisations structurales

II .3.2.1.1 Profil de microdureté

La dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose une surface de l'échantillon à la pénétration d'un poinçon, par exemple une bille en acier trempé (dureté Brinell) ou une pyramide en diamant (dureté Vickers). S'il y résiste bien, il est dit dur, sinon il est dit mou. La dureté se mesure sur différentes échelles selon le type de matériau considéré. À la différence des minéraux dont la dureté est caractérisée par rayage (échelle de Mohs), on utilise généralement des essais de rebondissement ou de pénétration pour caractériser la dureté des métaux, des matières plastiques et des élastomères. Ces essais ont l'avantage d'être plus simples à réaliser et de donner des résultats reproductibles. Il existe une grande variété d'essais de dureté possibles, ils sont très utilisés en contrôle qualité pour comparer ou estimer la résistance ou la rigidité des matériaux [8][9]

II .3.2.1.2 Mesure de micro dureté

Faits sous très faible charge, les essais de micro dureté permettent des mesures très localisées (sur environ 100 μm^2). À l'aide d'un microduremètre, on peut par exemple déterminer la dureté d'une phase donnée dans un échantillon polyphasé ou celle d'un échantillon très fragile et mince [16] **Essai de la micro dureté** Les essais de micro dureté sont effectués sur la machine « Clemex ST-2000 » qui est couplée à un logiciel de capture et d'analyse vidéo « CFD-HT ». Cette machine est équipée d'un pénétrateur en diamant de forme pyramidale à base carrée. L'empreinte laissée par le diamant dans les échantillons permet de lui faire correspondre une microdureté en mesurant les diagonales de cette empreinte. La microdureté, en Vickers, se calcule alors ainsi [10]

$$HV = F/S = 1.8544F/d^2$$

F correspond à la charge appliquée, ici 200gf pour le Ti-6Al-4V ;

S est la surface de l'empreinte, en mm^2 , et d est la moyenne de la longueur des diagonales de l'empreinte, en mm [11]. Cette méthode permet de se libérer de la dispersion et de l'imprécision des déterminations des duretés des matériaux rencontrés avec les mesures classiques de dureté. Elle a le même principe de la méthode statique, mais avec une charge appliquée à l'indenteur inférieur à (1kg), et la taille de l'empreinte laissée par la pointe sur la

surface peut varier de quelques centaines de micromètres. Elle permet de résoudre de nombreux problèmes tels que: la mesure de la dureté des couches minces, évaluation de l'érouissage local, exploration d'alliages à phases multiples [12/13].

Des phénomènes influençant les mesures des microduretés nécessitent certaines précautions opératoires tels que :

- ✓ L'empreinte doit être suffisamment nette pour permettre une lecture précise, ce qui exige un bon état de surface de la pièce testée.
- ✓ La légère croissance de dureté jusqu'à à la charge de 1kg, montre la nécessité de spécifier la charge sous laquelle la mesure a été fait pour obtenir des résultats comparables.
- ✓ Prendre en considération la charge maximale à appliquer de manière que la dureté du métal support n'intervienne pas dans les mesures [14,15].

II .3.3 Diffraction des rayons X

II .3.3.1 Le rayonnement X

Le rayonnement X est produit lorsque des électrons de haute énergie frappent un atome, et provoquent des transitions électroniques. Les électrons des couches internes sont déplacés de leurs orbites, et remplacés par des électrons de couches plus externes. L'excès d'énergie est [22]transféré sous forme de photons4.(Figure)[16]

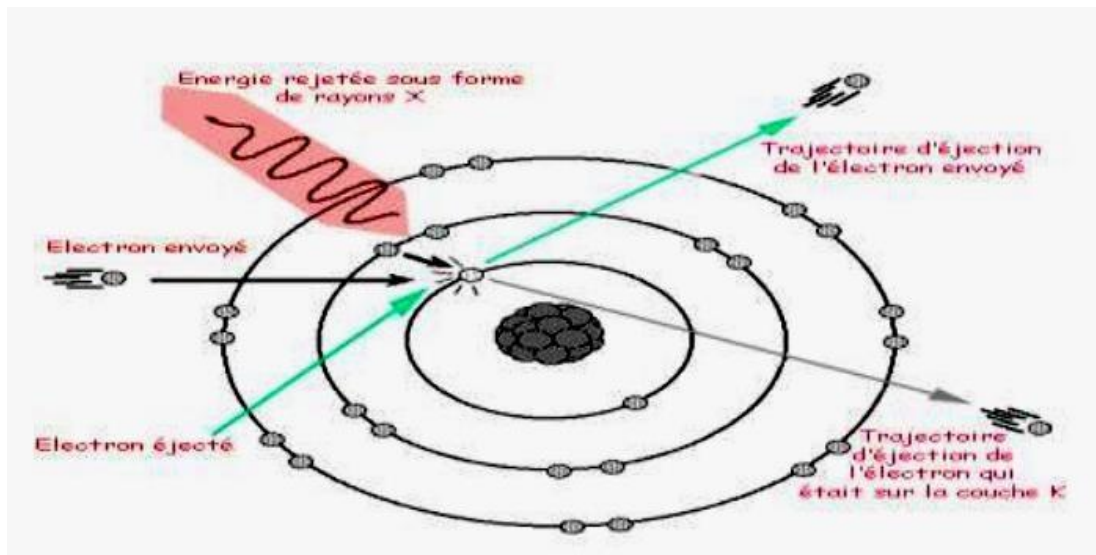


Figure2.24 : l'émission des rayons X

II .3.3.2 Principe

Cette méthode de caractérisation permet de mettre en évidence des informations sur la structure cristalline des matériaux (par exemple leur texture et leur degré de cristallinité) [112]. Le phénomène de diffraction résulte de l'interaction d'une onde électromagnétique, telle que les Rayons X, avec le milieu périodique de la matière cristallisée. La diffraction des Rayons X d'échantillons pulvérulents (dite "diffraction X sur poudre") est utilisée couramment pour la caractérisation des solides. Le terme poudre signifie simplement que le faisceau X incident est envoyé sur un ensemble de cristallites, orientés aléatoirement, suffisamment nombreux pour que toutes les orientations soient réalisées. Lorsqu'un faisceau parallèle de rayon X monochromatique de longueur d'onde λ (comprise entre 0.1 Å (rayons X durs) et 50 Å (rayons X mous)) est rayonné sur un matériau cristallin avec un angle d'incidence θ , les plans atomiques réticulaires (hkl) du cristal, équidistants de d_{hkl} (distances inter-réticulaire), vont se comporter comme des miroirs parallèles et réfléchir l'onde électromagnétique, induisant un phénomène de diffraction. L'intensité diffractée sera non nulle seulement si les contributions des plans successifs sont en phase (interférences constructives), c'est-à-dire si la loi de Bragg est respectée (III-1) :[17][18]

$$2d_{hkl} \cdot \sin\theta_{hkl} = n\lambda$$

Avec λ : La longueur d'onde du faisceau de rayons X

d_{hkl} : La distance inter-réticulaire

θ_{hkl} : L'angle d'incidence des rayons X

n : L'ordre de diffraction.

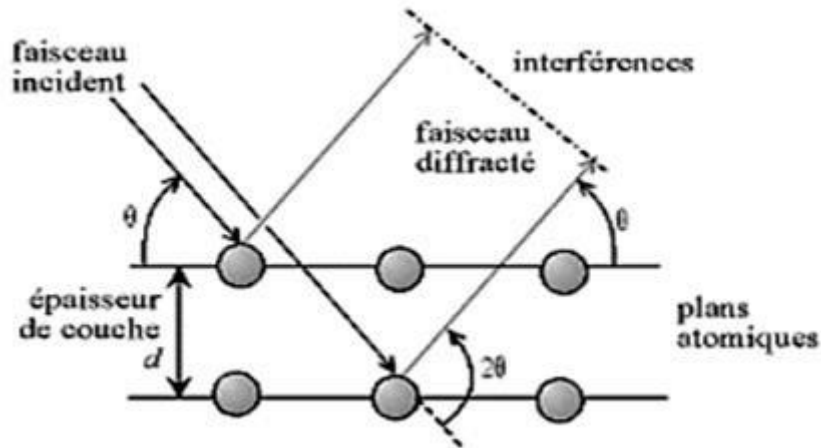


Figure2.25 : principe de la loi de Bragg [113]

Lorsque l'angle d'incidence θ correspond à un angle de Bragg pour la longueur d'onde fixée, on enregistre un pic de diffraction dont on mesure l'intensité. La méthode des poudres fournit une liste des couples (θ, I) et, la longueur d'onde étant connue, on peut convertir directement l'angle θ en distance inter-réticulaire (III-2) :[19]

$$d_{hkl} = n\lambda / \sin 2\theta_{hkl} \quad (\text{III-2})$$

dit de Bragg-Brentano. Le rayonnement incident est monochromatique. La source S est linéaire et perpendiculaire au plan d'incidence. Elle est placée sur le cercle (C) du diffractomètre. L'échantillon (E) est tel que son plan de référence passe par l'axe du diffractomètre C et tourne autour de cet axe avec une vitesse ω réglable. La fenêtre F du compteur se déplace également sur le cercle (C), à une vitesse angulaire double,

2ω . Pour un angle d'incidences nulles, S, F et C sont alignés. On réalise ainsi un balayage $(\theta, 2\theta)$ [20][21]

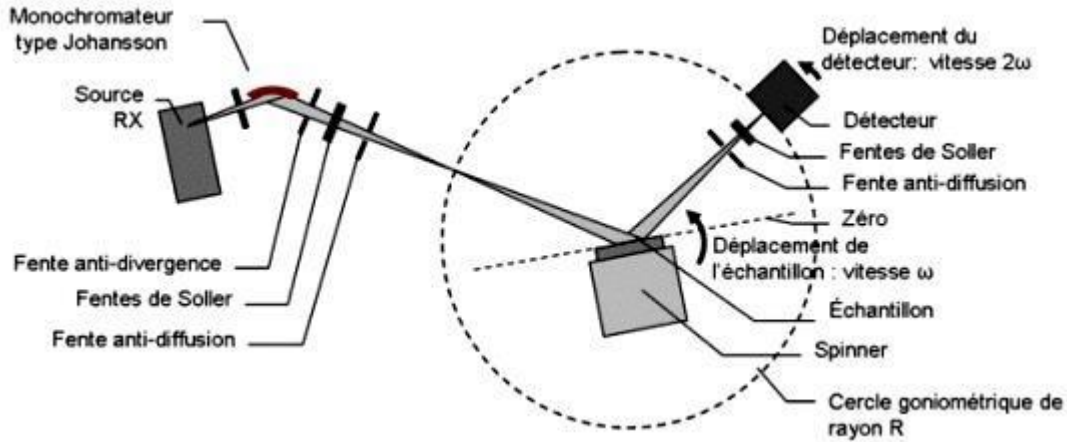


Figure 2.26 : principe du diffractomètre dans la géométrie de Bragg-Brentano[115]

Le diffractogramme de rayons X (diagramme de diffraction) est obtenu à partir des données collectées par un détecteur. Pour chaque échantillon cristallin, les interférences constructives sont observées sous forme de « pics de diffraction ». Une phase cristalline donnée génère des pics de diffraction toujours dans les mêmes directions, constituant une véritable signature qui permet son identification. Les pics de diffraction peuvent ensuite être identifiés en comparant avec les fiches des composés référencés dans la base de données, sous forme de PDF - Powder Diffraction File (anciennement JCPDS). Ces fiches listent, pour chaque phase, la distance interarticulaire (calculée à partir de la position 2θ par la loi de Bragg) et l'intensité relative de chaque pic par rapport au pic le plus intense. [22][23]

II .3.3.3 Appareillage

Les analyses par diffraction des rayons X ont été réalisées sur un diffractomètre Philips X'Pert (Figure). Le diffractomètre utilise un montage θ - θ en géométrie Bragg-Brentano. Toutes les mesures sont faites avec une anticathode de cuivre Cu k ($\lambda=1,54 \text{ \AA}$; 40 kV, 30 mA). L'acquisition des données du diffractogramme se fait entre $10^\circ < 2\theta < 80^\circ$, avec un pas de mesure de $0,02^\circ$ et un temps d'acquisition de 15 s/pas. Les poudres ont été dispersées sur des porte-échantillons en aluminium [24]



Figure 2.27 : photographie de l'appareil utilisé pour réaliser DRX

II .3.4 Microscopie électronique à balayage (MEB)

II .3.4.1 Principe

La Microscopie Electronique à Balayage MEB (ou Scanning Electron Microscopie MEB) est une technique d'observation de la topographie des surfaces. Elle apporte des informations sur la structure et la texture d'un échantillon mais aussi sur la taille et la forme des grains élémentaires ou agglomérats selon le grossissement choisi. Elle est fondée sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau très fin d'électrons primaires monocinétique qui balaye la surface d'un échantillon où se produisent des interactions électrons-matière dans une zone appelée poire d'interaction détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons. On distingue plusieurs types d'électrons réémis : Les électrons secondaires : sont des électrons initialement sont liés à l'atome et éjectés par absorption d'une partie de l'énergie d'un électron incident. Ces électrons servent en imagerie, pour donner des informations topographiques de la surface de l'échantillon d'une profondeur moins de 10 nm. Ce mode d'électrons permet d'obtenir des images rendant compte du relief de la surface et de renseigner sur la taille des grains et des agglomérats. C'est aussi une très bonne technique pour repérer les défauts présents tels que les porosités ou les fissures même si l'information acquise ne rend pas compte de l'étendue volumique des défauts sous la surface étudiée

- Les électrons rétrodiffusés : sont des électrons produits par l'interaction entre les électrons primaires et les noyaux des atomes. Ils ont une énergie élevée et sont réémis dans une zone pouvant atteindre le micromètre de profondeur. Ce mode d'électrons permet d'obtenir des images en « contraste chimique ». Les éléments les plus lourds apparaissent plus clairs et les plus légers, plus sombres. Cela permet de repérer la répartition des différentes phases dans les matériaux composites mais on perd l'information sur le relief de la surface. Sauf indication contraire, les micrographes présentés dans ce rapport sont des clichés obtenus en mode électrons rétrodiffusés. Les photons X : émis par désexcitation du cortège électronique des atomes dont un électron de cœur a été attaché sous l'impact électronique. Ce type de rayonnement X, donne des informations chimiques qualitatives et quantitatives de l'atome cible (analyse EDS : Energie Dispersive Spectroscopie).

Donc L'analyse par EDS permet de déterminer la composition et de la distribution des éléments chimiques dans l'échantillon analysé. Selon le mode choisi, il est possible d'effectuer une analyse élémentaire en un point précis (sur un volume de $1 \mu\text{m}^3$ environ) ou en moyenne sur une surface, de constituer un profil de concentrations sur une distance donnée ou de réaliser la cartographie élémentaire d'une surface. Toutefois, l'analyse quantitative en EDS n'est fiable que pour les éléments lourds, typiquement à partir du sodium Na, et elle peut manquer de fiabilité pour les éléments plus légers (limite de détection au niveau du bore B). La Figure 33 illustre le schéma du principe d'un MEB équipé d'un détecteur EDS : une sonde électronique fine (faisceau d'électrons) est projetée sur l'échantillon à analyser.

L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. À chaque point d'impact correspond un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une image de la zone balayée.[25]

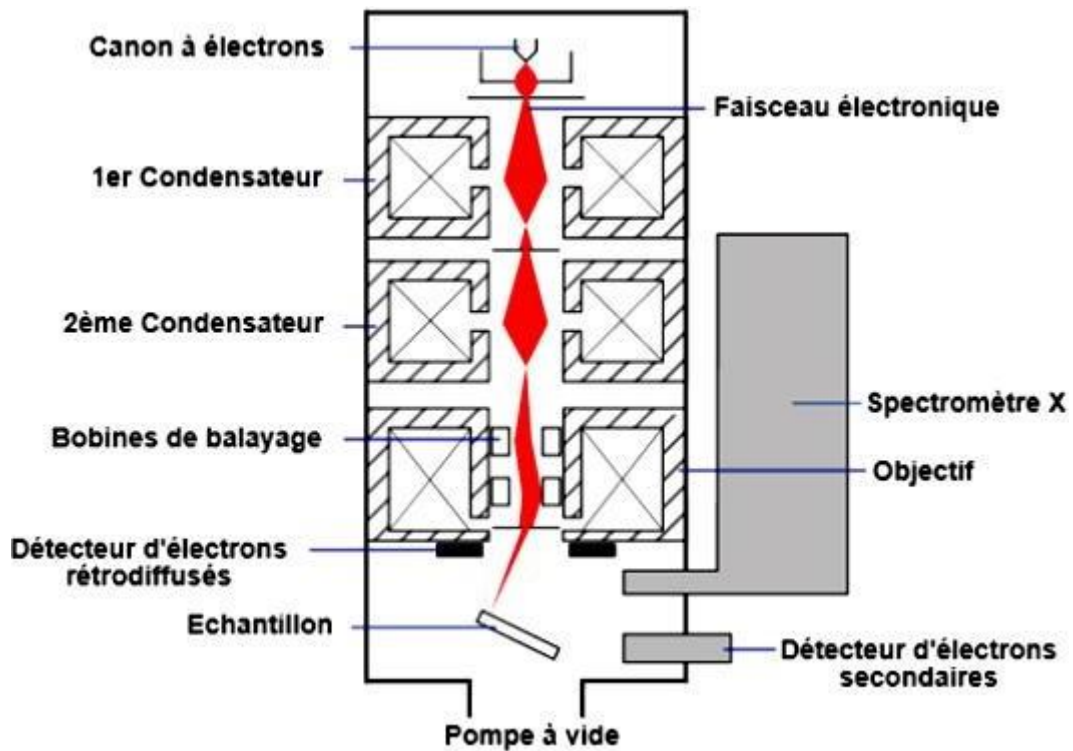


Figure 2.28 : Schéma d'un MEB équipé d'un détecteur EDS.

II .3.4.2 Appareillage

La figure 34 présente une vue d'ensemble de l'appareillage utilisé. Le microscope est un (MEB, LEO 1455 VP, tension d'accélération de 20 kV) à une distance de travail de 15 mm équipé d'un spectromètre à énergie dispersive des rayons X (EDS, Inca X - sight, Oxford Instrument). Les échantillons analysés (poudres) ont été déposés sur des supports en aluminium.



Figure : Appareille MEB

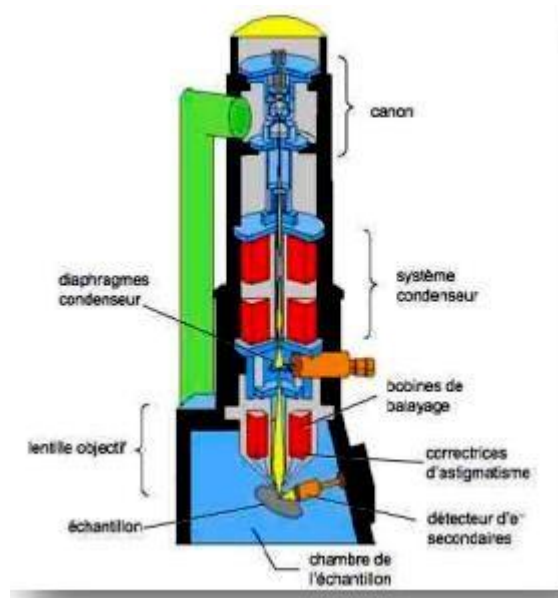


Figure2.29 : Schéma des différentes parties d'un MEB

II .3.5 Préparation des échantillons

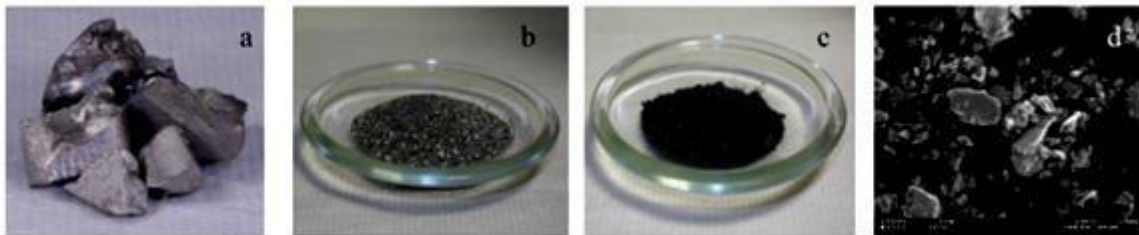


Figure2.30 : présentation des différentes étapes de la fragmentation .a) échantillons centimétriques à concasser dans un mortier en acier ; b) poudre grossière submillimétrique ; c) poudre finale après broyage ; d) la même poudre caractéristique par MEB

La microscopie électronique à balayage permet d'obtenir des images de haute résolution (Grandir100 MILLE) de la surface des échantillons. La première étape consiste à fixer les échantillons.(échantillons d'épaisseur à partir de 8 nm → à 39 nm) Il est nécessaire de les incuber dans le fixateur (glutaraldéhyde à 2.5% dans du tampon cacodylate de sodium à 0,1M ph7,2). Ces prélèvements doivent être maintenus à +4°C jusqu'à leur arrivée au laboratoire. (minimum une heure et jusqu'à 1 semaine pour les plus gros prélèvements.)

Les échantillons sont ensuite déshydratés dans l'éthanol à des concentrations croissantes (de 30% jusqu'à l'éthanol absolu). La déshydratation est achevée par l'ajout d'hexamethyldisilazane (HMDS) pendant une quinzaine de minutes.

Pour finir, l'échantillon est placé sous une hotte (Sorbonne) afin d'éliminer tout résidu liquide.

Une fois la déshydratation finalisée, l'échantillon est fixé sur un support spécifique au MEB (plot métallique) à l'aide d'une colle conductrice ou simplement d'un ruban adhésif double

face.[26]



Figure 2.30: un support spécifique au MEB

Pour que l'échantillon réémette les électrons à l'intérieur de la chambre d'observation du microscope, celui-ci doit être recouvert d'une fine couche de métal. Cette étape est réalisée à l'aide d'un métalliseur qui va permettre la mise en place de cette fine pellicule d'or/palladium d'environ 2 à 3 nm d'épaisseur. [27]



Figure 2.31: la priasse métallique

L'échantillon ainsi préparé est prêt à être observé au microscope

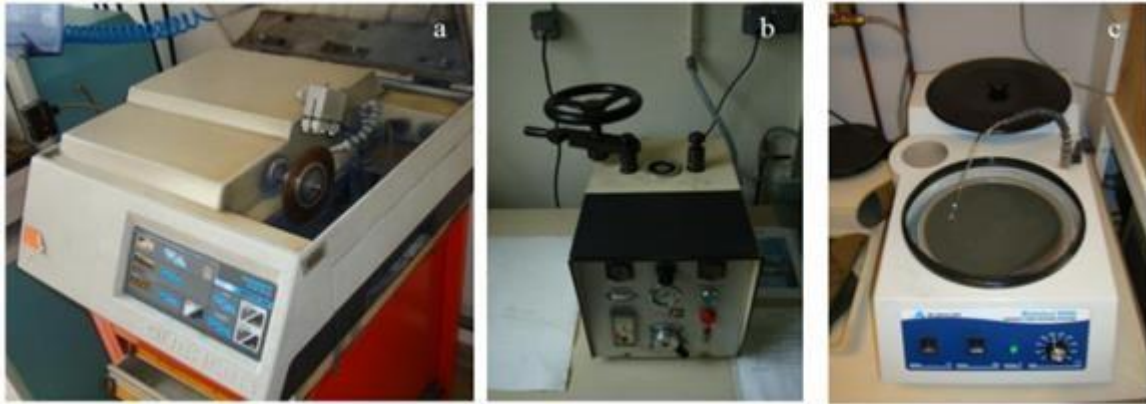


Figure 2.32 présentation des outils de préparation métallographique .a) meule diamantée ;b) presse à chaud pour enrobage ;c) platine de polissage

II .3.6 Détermination rugosité

II .3.6.1 Rugosité

C'est l'ensemble des irrégularités d'une surface à caractère micrographique et macrographique. Les surfaces usinées ne sont pas parfaites, elles présentent des irrégularités dues aux procédés d'usinage, aux outils, à la matière, etc. Le rôle fonctionnel d'une surface dépend d'un certain nombre de facteurs, notamment de l'état de surface (étanchéité, glissement, etc.).[28]

Plus l'indice de rugosité est faible, plus il est difficile à obtenir, ce qui augmente nécessairement le coût de fabrication. [29]

II .3.6.2 Paramètres de rugosité unidimensionnelle

Les paramètres de rugosité unidimensionnelle standardisés peuvent être évalués avec l'outil rugosité. La texture unidimensionnelle est séparée en ondulation (la composante de basse fréquence définissant la forme globale) et la rugosité (la composante de haute fréquence) à la fréquence de coupure. Celle-ci est spécifiée en unités de fréquence de Naquis, c'est-à-dire qu'une valeur de 1.0 correspond à la fréquence de Naquis. Dans les formules qui suivent, nous supposons que la valeur moyenne de r_j est nulle, c'est-à-dire que nous avons [30]

$$r_j = Z_j - Z$$

II .3.6.3 Mesure de la rugosité

Lorsque les comparaisons visuelles et tactiles ne sont pas suffisantes pour distinguer une différence de rugosité entre deux surfaces, on utilise un rugosimètre qui détermine de manière sûre et précise un certain nombre de paramètres de rugosité (Ra, Rz...). Parmi les applications industrielles nécessitant l'utilisation d'un rugosimètre on peut citer les domaines suivants.

- Mécanique; l'optimisation de la rugosité permet un meilleur ancrage mécanique, notamment au sein de dispositifs où les forces de friction jouent un rôle fonctionnel prépondérant (ex: cônes morsés).
- Qualité: l'utilisation d'un rugosimètre permet le contrôle de la qualité de finition en bout de chaîne de production, permettant de détecter et de corriger d'éventuels problèmes survenus durant l'usinage. [31]. [32]



Figure 2.33: Rugosimètre

II .3.3 Caractérisation tribologique

II .3.3.1 Introduction

Afin d'étudier les phénomènes tribologiques à ces interfaces matériaux copeau, les chercheurs considèrent deux approches. La première approche consiste à employer le processus d'USURE Le second consiste à employer des essais de frottement[33]

II .3.3.2 Définition de la tribologie

La tribologie est la science du frottement, d'usure et de lubrification. Le mot tribologie a été créé en 1966. Il vient du mot grec tribos, le frottement. C'est la science qui étudie les phénomènes susceptibles de se produire lorsque deux corps en contact sont soumis à des mouvements relatifs. La tribologie s'intéresse à la recherche des méthodes qui permettent de décrire le comportement mécanique des contacts. On s'intéresse donc à l'étude des propriétés

des surfaces des corps en contact plutôt qu'à leurs volumes. Quatre éléments interviennent au cours des processus tribologiques : les deux corps frottants, le corps créé dans l'interface (3ème corps) et l'environnement. Des interactions entre ces éléments contribuent à dissiper l'énergie de frottement qui correspond à divers phénomènes : la chaleur générée au niveau des surfaces frottantes, l'énergie stockée par déformation plastique, les défauts cristallographiques, l'énergie de surface, vibrations et bruits. Ainsi, la tribologie est une science pluridisciplinaire. L'analyse et l'étude d'un problème tribologique nécessite donc de faire appel à divers domaines scientifiques : - la science des matériaux, - la cristallographie, parce qu'il faut étudier les propriétés des cristaux et leurs arrangements pour la formation des couches superficielles des pièces, - la physico-chimie des surfaces, car il faut considérer les propriétés et la composition des couches superficielles, - la thermodynamique, pour ce qui concerne l'influence des phénomènes thermiques et des hautes températures atteintes lors des chocs d'aspérités sur les comportements des surfaces et sur l'usure, - la thermochimie, car ces hautes températures engendrent de nombreuses réactions chimiques dans les interfaces.[34]

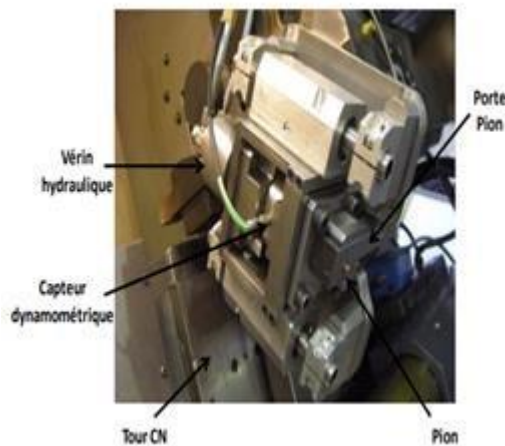


Figure 2.34: Descriptif du tribomètre

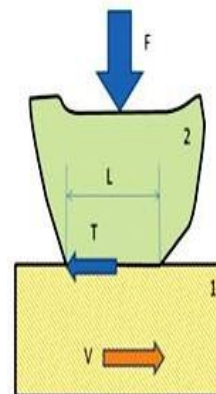


Figure2.35 : contact entre deux en présence de frottement

II .3.3.3 Définition de tribomètre

Un **tribomètre** est un appareil utilisé pour mesurer en particulier le coefficient de frottement entre deux surfaces en contact, μ , et la durée de vie des lubrifiants, en simulant différentes conditions tribologiques[35]



Figure2.36 :.....un tribomètre

II .3.3.4 Définition des surfaces solides

Une surface solide est l'interface entre un solide et un deuxième milieu qui peut être un autre solide, un gaz (l'atmosphère par exemple) ou un liquide (un lubrifiant par exemple). La figure 1.1 présente quelques exemples de surfaces

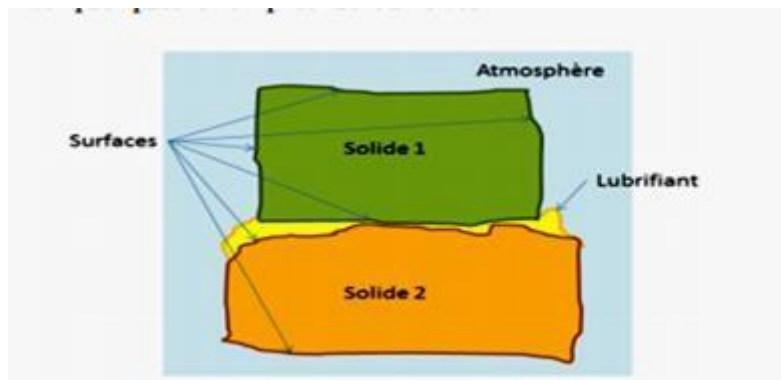


Figure2.37 : Quelques exemples de surfaces

II .3.3.5 Evaluation du coefficient de frottement

II .3.3.5.1 Frottement

La force de frottement est la force qui s'oppose au mouvement relatif de deux corps. C'est donc la résistance qui freine ce mouvement. On parle du frottement sec lorsque les deux surfaces frottent sans présence d'un lubrifiant. Si le contact entre les deux solides s'effectue en présence des lubrifiants liquides ou visqueux (huiles, graisses) ou des lubrifiants solides (graphite, MoS₂, revêtements métalliques...), le frottement est dit lubrifié. On définit le coefficient de frottement μ comme le rapport de la force tangentielle F_x sur la force normale F_z

$$\mu = F_x / F_z$$

: Valeurs de coefficient de frottement associées à plusieurs situations d'après [36] – 6

- Le coefficient de frottement varie entre 0 et 10, des valeurs supérieures à 1 ne sont en général rencontrées que dans des conditions très particulières comme sous vide. La figure I-1 montre les valeurs de coefficient de frottement que l'on peut classiquement obtenir dans diverses situations de frottement. Le tableau I-1 présente quelques valeurs de coefficient de frottement attribuées à plusieurs matériaux [24].

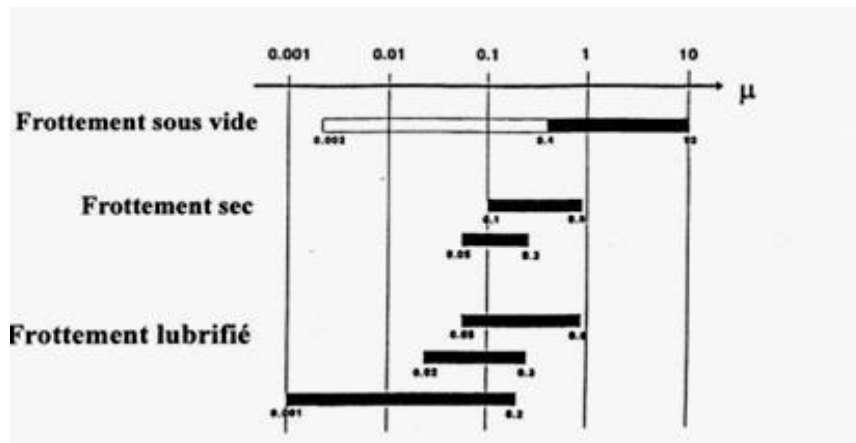


Figure 2.38 : valeurs de coefficient de frottement associées à plusieurs situations d'après [2]

Tableau 2.9 : Exemples des valeurs de coefficient de frottement obtenues pour différents matériaux

Matériau	Coefficient de frottement
Polyéthylène/ acier	0,65
Acier inoxydable Ferri tique / acier	0,53
Carbure de tungstène / Carbure de tungstène	0,35
Laiton /laiton	0,24
PTFE /acier	0,18

Tableau 2.9 : exemples des valeurs de coefficient de frottement obtenues pour différents matériaux [2]

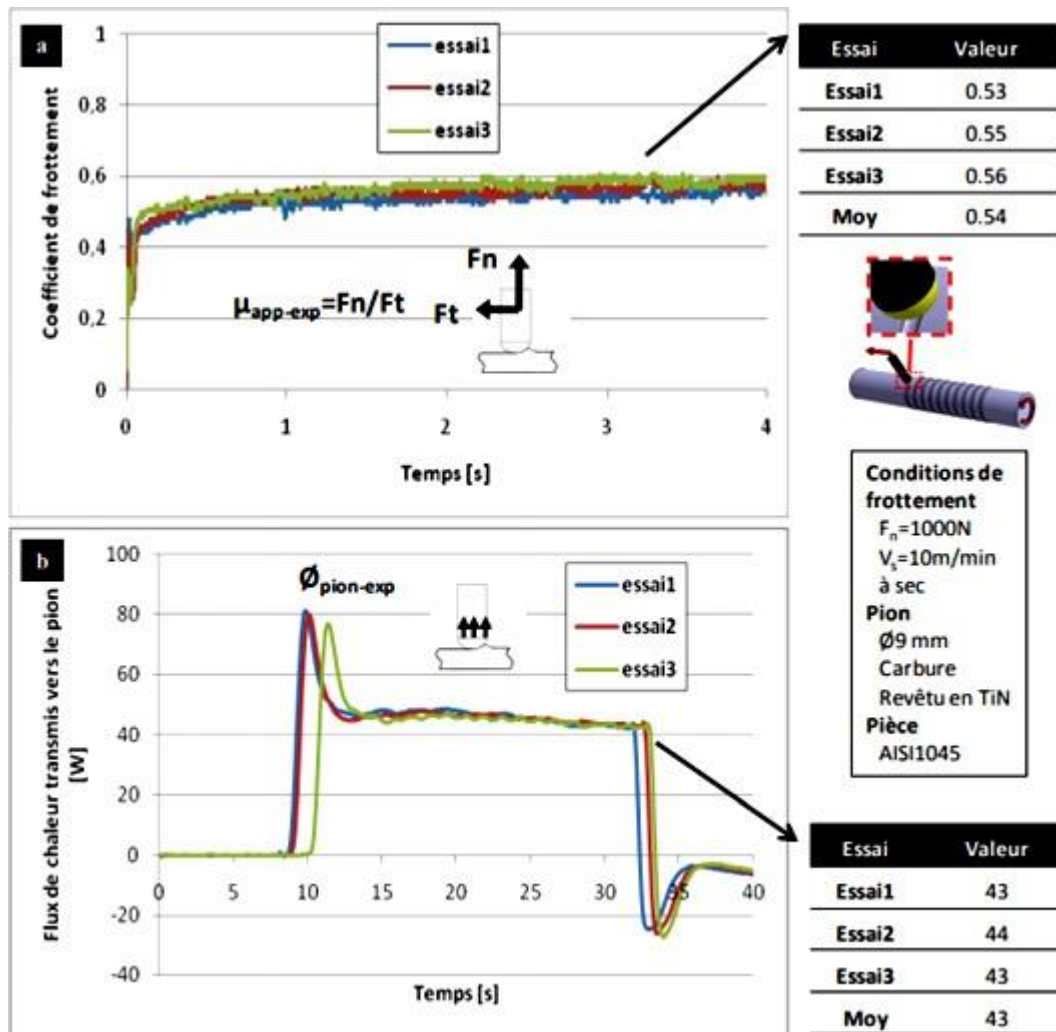


Figure 2.39 : Exemple des résultats de coefficient de frottement apparent (a) et de flux de chaleur transmis vers le pion (b)

II .3.3.5.2 Définition du coefficient de friction (frottement)

Le coefficient de friction est le rapport entre la force de glissement et la force de maintient exercées par deux surfaces en contact. Ce coefficient est en fait une évaluation de la difficulté avec laquelle la surface d'un matériau va glisser sur un autre matériau. On distingue deux types de coefficients de friction :

Le coefficient de friction statique (ou de démarrage) est relié à la force nécessaire pour commencer le mouvement de glissement. C'est généralement la force maximum de l'essai.

Le coefficient de friction cinétique (ou de glissement) est la force moyenne mesurée durant le mouvement.

Pour mesurer les coefficients de friction sur l'emballage, on utilise en général une table de friction montée sur une machine d'essai motorisée. La motorisation est nécessaire afin d'avoir une vitesse constante et d'éviter les variations dues à la vitesse lors de la mesure. La table de friction est composée de plusieurs éléments :

- Une table support permettant de placer et maintenir l'échantillon
- Un bloc de masse connue
- Un système d'entraînement [37]La Loi de Coulomb

La force de frottement T , engendrée dans un contact glissant soumis à une charge normale F peut s'écrire dans un formalisme très général $T = f(F, \text{Variables d'état})$ où les variables d'état caractérisent la nature de l'interface et les Conditions du glissement, comme par exemple l'épaisseur de l'interface. Coulomb tente, en 1785, de donner un sens physique au frottement entre deux solides. Dans un contact glissant de deux corps, le coefficient de frottement μ , rapport entre les forces tangentielles et normales a deux origines distinctes, mais complémentaires D'une part, les interactions mécaniques entre les rugosités des surfaces frottantes provoquent leur liaison ou leur rupture. D'autre part, selon lui, il existe une cohésion moléculaire au niveau du contact. Cette hypothèse force de frottement le conduit à définir la de la façon suivante [38]

$$T = \mu F + b$$

F force normale d'appui

T force tangentielle

Dans cette équation, Coulomb considère que le terme b relié à la cohésion moléculaire du contact est négligeable devant le terme μF caractéristique des interactions mécaniques entre les surfaces en glissement. C'est pourquoi, il écrit plus simplement

$$T = \mu F \quad (1.2.)$$

La force de frottement devient ainsi directement proportionnelle à la charge normale statique appliquée sur le contact glissant.

La relation (1.2.) constitue la première définition du coefficient de frottement, dans laquelle apparaissent déjà les notions de surface d'un solide, de surface réelle de contact et d'adhésion,

bien que cette dernière contribution soit considérée par Coulomb comme non responsable des forces tangentielles développées dans un contact.[37]

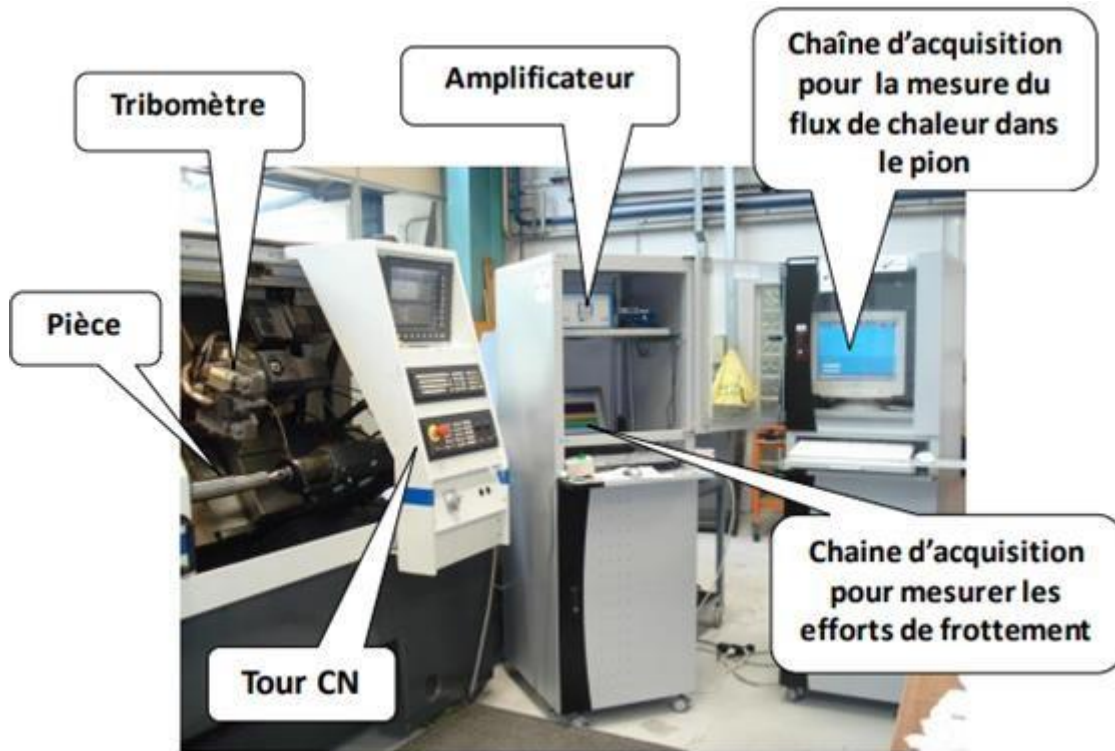


Figure2.40 : dispositif expérimental pour les essais de frottement

II .3.3.6 Usure des surfaces de contact

L'usure est une conséquence du phénomène de frottement entraînant une émission de débris avec perte de masse, de côtes, de forme, et s'accompagnant de transformations physiques et chimiques des surfaces. Elle ne varie pas nécessairement de manière progressive avec les paramètres comme la vitesse, la température ou le temps. L'usure ne présente pas que des effets négatifs, elle a aussi des aspects favorables. L'affûtage d'un outil, la finition d'une surface par rectification, le rodage des pièces, l'écriture à l'aide de la craie sur le tableau ou du crayon sur le papier sont des exemples d'usure bénéfique. L'usure d'un mécanisme est due le plus souvent à des processus multiples qui agissent simultanément, mais rarement à un seul processus bien défini et identifiable. L'effet des actions simultanées est souvent plus important que l'ensemble des effets que l'on produirait en faisant agir séparément les différents processus, on parle de «

suradditivité ». Aux premiers instants du frottement, ce sont les écrans ou zones superficiels qui subissent l'ensemble des mécanismes inhérents au frottement (effets thermiques, mécaniques ou chimiques). Ensuite, ces mécanismes se relaient ou s'interpénètrent en fonction des conditions présentes. Les surfaces métalliques, soumises à un frottement solide ou fluide, en présence ou non de lubrifiants, sont affectées par des formes d'usure qui peuvent aller de l'usure douce régulière et contrôlable (usure normale) à la détérioration brutale entraînant la mise hors service du mécanisme. Pour de nombreux types d'usure, on considère que l'usure se développe en 3 phases, figure 2.2 :

- Le rodage des surfaces (phase I) : Il correspond à un arasement des aspérités les plus hautes jusqu'à ce que la surface portante soit suffisante. Cette phase de stabilisation du frottement intervient dans tous les systèmes frottant non rodés ;

L'usure normale (phase II):

l'usure devient stable et fonction linéaire du temps ; cette phase intermédiaire de l'usure correspond à la durée de vie normale d'une pièce ou d'un système où peuvent se manifester des défaillances dites aléatoires ;[38]

- Le vieillissement rapide ou usure catastrophique ou usure grippante: Les débris de l'usure provoquent un labourage de la surface la plus tendre. Les surfaces se détériorent de plus en plus vite et deviennent fragiles et rugueuses. C'est la phase où se manifestent les défaillances d'usure

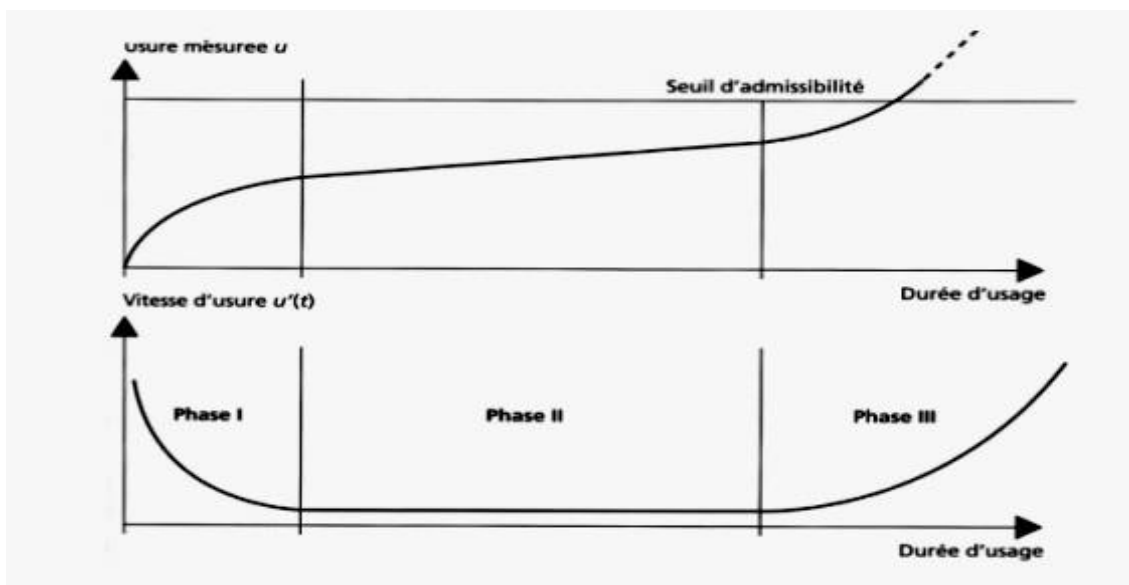


Figure 2.41 : phases de dégradation par usure d'une pièce ou d'un mécanisme

II .3.3.6.1 Mécanisme d'usure

On distingue plusieurs types d'usure, auxquels la tribologie s'intéresse :

- Usure par abrasion ou abrasive, où des particules extérieures, par frottements ou chocs, arrachent de la matière en surface ;

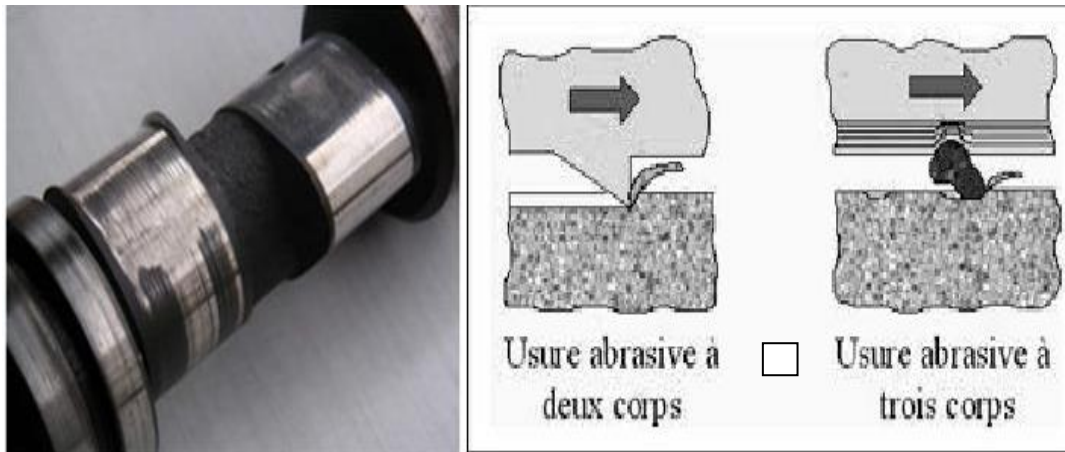


Figure2.42: Exemple d'usure abrasive

- Usure par adhésion ou adhésive (arrachement de matériaux adhérents l'un à l'autre) ;



Figure2.43 : exemple d'usure par adhésion

- Usure par corrosion ou corrosive ;



Figure 2.44 : exemple d'usure par corrosion

- usure par fatigue, due à l'action répétée de contraintes à la surface, typiquement des pressions ou chocs [39]



Figure 2.45 : exemple d'usure par fatigue

II .3.3.6.2 Lois d'usure

Si l'usure est un phénomène bien identifié, elle n'a en revanche pas d'unité légale puisque ce n'est pas une grandeur physique, mais un phénomène. Elle représente la dégradation d'un contact, entraînant, dans un certain nombre de cas, une perte de fonction. Une étude, datant du XVIIème siècle, sur l'usure des pièces de monnaies écossaises établit une équivalence directe entre perte de masse et perte de fonction [38]. Au milieu des années 1950, ARCHARD (1918-1989) proposa une loi d'usure, portant son nom [39]. Plusieurs formes de la loi d'ARCHARD peuvent être évoquées. La première, originale, issue de l'expérimentation, indique que le

volume de matière usée ou perdue par usure V_u est proportionnel au produit de la distance de glissement parcourue L et de la force normale F_n appliquée au contact

$$V_u = b.F_n.L$$

b : coefficient d'usure fonction du matériau et du régime de frottement Une seconde forme de loi d'usure fait intervenir la nature du matériau le plus mou à travers sa contrainte d'écoulement σ_y (dureté) [40]:

$$V_u = k \frac{F_n L}{\sigma_y}$$

k : coefficient d'usure fonction du matériau et du régime de frottement Une forme dérivée de la première loi d'usure fait intervenir l'énergie dissipée dans le contact exprimée à travers le produit de la pression de contact et de la vitesse de glissement ($p.v$), proportionnel à la vitesse d'usure dh/dt (h étant la profondeur de la piste d'usure)

$$\frac{dh}{dt} = c.p.v$$

c : coefficient de calage Mais cette loi plus générale, essentiellement théorique, s'applique difficilement à la réalité des contacts dans leur diversité. La loi d'Archard sera par la suite adaptée de diverses façons par différents expérimentateurs pour coller aux expériences particulières qui les concernent. MENG et LUDEMA [41] citent une variété de lois d'usure dont la majorité est adaptée à la loi d'Archard. Dans certaines loi, le module de Young d'un matériau, apparait d'une loi à l'autre tantôt au numérateur tantôt au dénominateur. Les paramètres utilisés dans les lois empiriques dépendent des moyens d'investigations disponibles et des objectifs fixés par les chercheurs.

Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les différents techniques de caractérisation les protocoles de préparation des échantillons de chaque analyse ainsi que les méthodes expérimentales de caractérisation structurales MEB _ DRX _ EDS Les caractérisations tribologiques

Bibliographie & Références

- [1] présenté pour l'obtention du diplôme de magister en : génie mécanique spécialité : sciences et génie des matériaux par : mell e elmaouhab samiathemesoutenu publiquement, le 30/ 09/2013 élaborations et caractérisations de quelques nuances d'alliages à base de titane et d'aluminium contenant des additions de niobium
- [02] E. A. Gautier «les alliages de titane» école de mines de nancy (2013).
- [03] Wikipedia l'encyclopédie libre, titane, (modifier 2013)
- [04] Y. Combres «propriétés du titane et ses alliages» techniques de l'ingénieur, Traité matériaux métalliques, m557-2
- [05] Dominique Ottello «le titane et ses alliages» cours des métaux : marché des métaux (juin 2011).
- [06] Alliages d'aluminium spécialiste du stockage du négoce et de la découpe des métaux non ferreux, euralliage, France (2001-2013).
- [07] J. L. Murray «phase diagram of binary titanium alloys» ASM Int. Metal Park, Ohio (USA) p 12-24 (1987)
- [08] J. L. Murray «metallurgical and materials transactions» p19-243, (1988).
- [09] P. M. Hansen, A. Kurt «constitution of binary alloys» 2nd ed., New York (1958).
- [10] A. G. Noumet «effets du niobium sur les mécanismes réactionnels d'oxydation des aluminures de titane» docteur d'état de l'université Pierre et Marie Curie spécialité métallurgie (octobre 2006).
- [11] C. McCullough, J. J. Valencia, C. G. Levi, R. Mehrabian «phase equilibria and solidification in TiAl alloys» Acta Materialia, vol 37, p1321-1336 (1989).
- [12] S. A. Jones et M. J. Kaufman «phase equilibria and transformations in intermediate titanium-aluminum alloys» Acta Metallurgica and Materialia, vol 41, p 387-39 (1993).
- [13] P. Poupeau «diagrammes d'équilibre d'alliage binaires» technique d'ingénieur m70 p1-24 (2008).
- [14] J. Zollinger «influence de l'oxygène sur le comportement à la solidification d'aluminures de titane binaires et alliés au niobium basés sur le composé intermétallique γ TiAl » thèse doctorat de l'institut national polytechnique de Lorraine (juillet 2008).
- [15] <https://www.futura-sciences.com/sciences/dossiers/chimie-fer-tombe-masque-565/page/2/>
- [16] [file:///c:/users/ats/downloads/duret%20\(mat%20riau\)%20\(1\).pdf](file:///c:/users/ats/downloads/duret%20(mat%20riau)%20(1).pdf) [17]cole de technologie supérieure université du québec mémoire présenté à l'école de technologie supérieure comme exigence partielle à l'obtention de la maîtrise avec mémoire en génie mécanique M. Sc. A. Caractérisation du brasage du Ti-6Al-4V par le Ti-20Zr-20Ni-20Cu dans le cadre d'applications aéronautiques Montréal, le 8 janvier 2015
- [18] Robert L., étude des propriétés mécaniques du nickel utilisé dans la technologie, ligas – réalisation d'un micropréhenseur, thèse université de Franche Comté, 1997.
- [20] K. I. Dahm, W. G. Ferguson, R. Murakami, P. A. Dearnley, Carbon Coatings, Surface Engineering (1994) vol. 10 n° : 03 199.
- [19] Jean-Luc. Bucaille, simulation numérique de l'indentation et de la rayure des verres organiques, thèse de doctorat, école nationale supérieure des mines de Paris, 2001
- [21] mémoire présentée pour l'obtention du diplôme de magister en Physique option microstructure et mécaniques des matériaux présenté par Amir

Ben menacer soutenu le : //2012 universite de batna faculte des sciences departement de physique

22]caractérisation d'un matériau, wikipédia, 19 novembre 2017 413-ens-mineralo4.pdf, s.d

23]les rayons x: radiographie, mammographie et scanner,tpe-imagerie-medicale,2013-2014.

6eaglabs

Diffraction des rayons x, analyse xrd

24] universite des freres mentouri de constantine faculte des sciences exactes departement de physique these présentée pour

Obtenir le diplôme de doctorat en sciences en physique spécialité : physique énergétique theme par mounir sahli soutenu le : 26 /10 / 201 5 devant le jury : président : s.hamamda prof. Univ des freres mentouri de constantine rapporteur : n.bellel prof. Univ des freres mentouri de constantine co-rapporteur : k.chetehouna mc-hdr. Insa centre val de loire (france) examinateurs : t.boufendi prof. Univ des freres mentouri de constantine n.gascoin prof. Insa centre val de loire (france) s.boudebous prof. Université de constantine 3 synthèse, élaboration et caractérisation des nanocomposites à base de magnésium pour le stockage solide d'hydrogène

25] microscopie électronique à balayage (meb), microscopie électronique à transmission (tem) et balayage microscopie électronique à transmission (stem)

26]https://www.eaglabs.fr/cm/eds.html

27] https://eag.com/fr/techniques/spectroscopy/energy-dispersive-x-ray- spectroscopy-eds/ 28]; microscope zeiss ultra+ équipé d'un détecteur sdd (silicon drift detector) de marque bruker

30] http://neel.cnrs.fr/spip.php?rubrique285

Institut néel 2012 l webdesign chrisgaillard.com l propulsé par spip l dernière mise à jour : wednesday 10 june 2020 l webmaster@neel.cnrs.fr

[31] Conception et dessin (memontech) 7e edition rue michael faraday,78184 saint-quentin en yvelines les pages : 130.131.132.133.134.135.136.

[32] Bourbiamounira ,influence des procédés d'usinage sur les rugosités de surface et leurs répercussions sur un contact mécanique, thés magister 2009, département de mécanique, faculté des sciences de l'ingénieur ,universtébadji mokhtar.

[33] Manuel de construction mécanique 3eme edition guillaume sabatier françois ragusa hubert antz les pages 124.179

Badji mokhtar annaba-university universite badji mokhtar annaba faculte des sciences de l'ingeniorat departement de genie mecanique memoire presente en vue de l'obtention du diplome de master intitule domaine : sciences et technologie filiere : genie mecanique specialite : productique mecanique presente par : soualah mohssin directeur du memoire: dr. Nehal abd elaziz devant le jury président : pr. Bouchelaghem

Abd elazziz université badji mokhtar annaba examinateurs : dr. Mekhilef s. Université badji mokhtar annaba mr. Ayad a. Université badji mokhtar annaba année: 2016/2017 l'influence des paramètres de coupe sur l'état de surface lors de l'usinage de l'acier xc5

34]n° d'ordre : 2006evry0033 these presentee a l'universite d'evryval d'essonne ecole doctorale sitevry par asma jellad ingénieur enim pour obtenir le grade de docteur specialite : sciences des

Materiaux etude des proprietes mecaniques et tribologiques de couches minces nanostructurees : cas du carbure de chrome le
29 novembre 2006

[35] j.m georges, « frottement, usure et lubrification », edition eyrolles (1998)

36]<https://www.andilog.fr/definition-du-coefficient-de-friction.html>

37]caractérisation et modélisation des mécanismes tribologiques aux interfaces outils- pièces-copeaux en usinage à sec de l'acier c45 hamdi ben abdelali to cite this version: hamdi ben abdelali. Caractérisation et modélisation des mécanismes tribologiques aux interfaces outils- pièces-copeaux en usinage à sec de l'acier c45. Autre. Ecole centrale de lyon; ecole nationale d'ingénieurs de monastir, 2013. Français. Ffnt : 2013ecd10002ff. Fftel-00805316f

38]université des sciences et de la technologie d'oran mohamed boudiaf faculte de genie mecanique departement de genie

Mecanique thèse présentée en vue de l'obtention du diplôme de docteur en sciences en génie mécanique option : construction mécanique présenté par :djafri mohammed thème etude numerique et experimentale du comportement tribologique des contacts glissant - application aux

Freins à disques

[39] J.f. Archard, contact and rubbing of flat surfaces, journal of applied physics, n° 24(1953) 981-988.

[40] R.l. Burwell ,b.k.s.jr.shin, and h.c rowlinson, j. Am. Chem. Soc 79 (1957)5142. [56] d. Dowson, history of tribology. 2ndédition.londres et bury st edmonds, uk : professional engineering publishing, 1998

[41] T.mang, k.bobzin, t.bartels, industrial tribology, weinheim, germany,willey-Vch verlag gmbh, 2011

[42] F.pbowden, d.tabor, friction and lubrication of solids, part ii. Oxford: Clarendon press, 1964, 544 p

[43] H.c meng., k.c ludema. Wear models and predictive equations: their form and content. Wear 181-183(1995)443-457

Chapitre 03

Partie expérimentale

III .1 Introduction

Dans cette partie, nous présentons les différents résultats et leurs interprétations pour les alliages Ti-6Al-4Fe élaborés et caractérisés et l'alliage TA6V4 utilisé pour comparaison.

Matériels et méthodes

Processus de synthèse

Des poudres de Ti, Al, Fe et V avec une pureté de 99,94% et des tailles de particules moyennes de 10 à 50 μm sont utilisées. Les poudres ont été broyées respectivement à 2, 6, 12 et 18 h à l'aide d'un broyeur à boulets à haute énergie, Fritsch P7, sous atmosphère d'argon. Le milieu de broyage était constitué de billes d'alumine de 18 mm de diamètre confinées dans un flacon d'un volume de 350 ml. Le rapport pondéral de la bille à la poudre était d'environ 20. Le broyage a été effectué par cycles de 28 min avec une pause de 9 min entre les cycles. Les flacons ont été ouverts après une période de refroidissement de 35 à 40 minutes, après chaque opération de broyage.

Les poudres broyées de Ti-6Al-4Fe. (6% en poids d'Al, 4% en poids de Fe et le reste Ti) et Ti-6Al-4V. (6% en poids Al, 4% en poids V et le reste Ti) ,ont été pressés uni axialement à 100 MPa dans des disques circulaires de 15 mm de diamètre et d'une épaisseur de 5 mm par une matrice en acier rigide suivie d'un frittage dans un four à vide poussé à 3×10^{-5} mbar à des températures de 1150 ° C pendant 1 h à une vitesse de chauffage de 20 K min⁻¹ pour obtenir une porosité fermée [1]. Afin de produire un matériau nanocristallin de haute densité (densité de 99% mesurée selon le principe d'Archimède), les échantillons frittés ont ensuite été pressés iso statiquement à chaud (HIPed) en utilisant ASEA-HIP à 1050 ° C à une vitesse de chauffage de 20 K min⁻¹ et à une pression isostatique de 300 MPa pendant 30 min [2 , 3 , 4].

Caractérisation structurale

Pour la caractérisation de la microstructure, les échantillons ont été polis avec une pâte de diamant à 2 μm . Après avoir préparé les surfaces, les échantillons ont été gravés avec le réactif de Kroll (10HNO₃ -2HF-88H₂O) et caractérisés par microscopie électronique à balayage (SEM, JEOL JSM-3C) pour examiner la morphologie et la taille des particules. La microscopie

électronique à transmission a été utilisée pour observer et mesurer la taille moyenne des grains de la morphologie de la poudre de départ. L'identification de phase et l'évolution structurale ont été examinées en utilisant la diffractométrie des rayons X avec un rayonnement $\text{Cu } K \alpha$. De plus, la granulométrie des échantillons a été évaluée en utilisant l'équation de la formule de Williamson-Hall [5].

La dureté Vickers des alliages de titane nanostructures a été évaluée à l'aide d'une machine d'essais de dureté universelle (Zwik ZHV 2.5) avec un pénétrateur diamant Vickers pour lequel constante élastique $E_i = 1140 \text{ GPa}$ et coefficient de Poisson $\nu_i = 0,07$.

Caractérisation tribologique

Un tribomètre oscillant de type boule sur disque (TRIBOtester) a été utilisé pour des essais tribologiques, en conditions humides en utilisant solution physiologique conforme à la norme ISO7148 la norme. Les essais ont été effectués sous une charge normale de 6 N, avec une bille en acier de qualité AISI 52100 ($E = 210 \text{ GPa}$, $\text{HV}_{0,05} = 840$ et densité de $7,85 \text{ g / cm}^3$) comme contre face Évb,b chantillons de disques HIP d'un diamètre de 15 mm et l'épaisseur de 5 mm a été polie à 0,50 - 0,70 nm de surface . La rugosité a été utilisée pour les tests, avant chaque test Les balles et les échantillons ont été rincés aux ultrasons dans de l'acétone.

Après des tests de corrosion, la forme de la surface était usée. L'usure est observée par MEB. Les balles ont été pesées avant et après les tests, mais elles sont modestes. Une différence de poids est observée

Résultats et discussions

Caractérisation structural

A différents temps de broyage, les diagrammes de diffraction des rayons X (Fig. 2) des poudres d'alliage de titane broyées montrent l'existence de phases ($\alpha + \beta$) uniquement. Les diffractogrammes correspondant aux plans du réseau pour α -hcp (100), (002), (101), (102), (110), (101), (112), (004), (104) et pour β - bcc (100), (110), (004), (220) sont indiqués. Comme observé dans les motifs, les positions maximales des pics de toutes les poudres d'alliage de titane en fonction du temps de broyage sont similaires mais leur largeur augmente

progressivement avec l'augmentation du temps de broyage et leur intensité diminue en raison de l'affinement de la taille des cristallites [6].

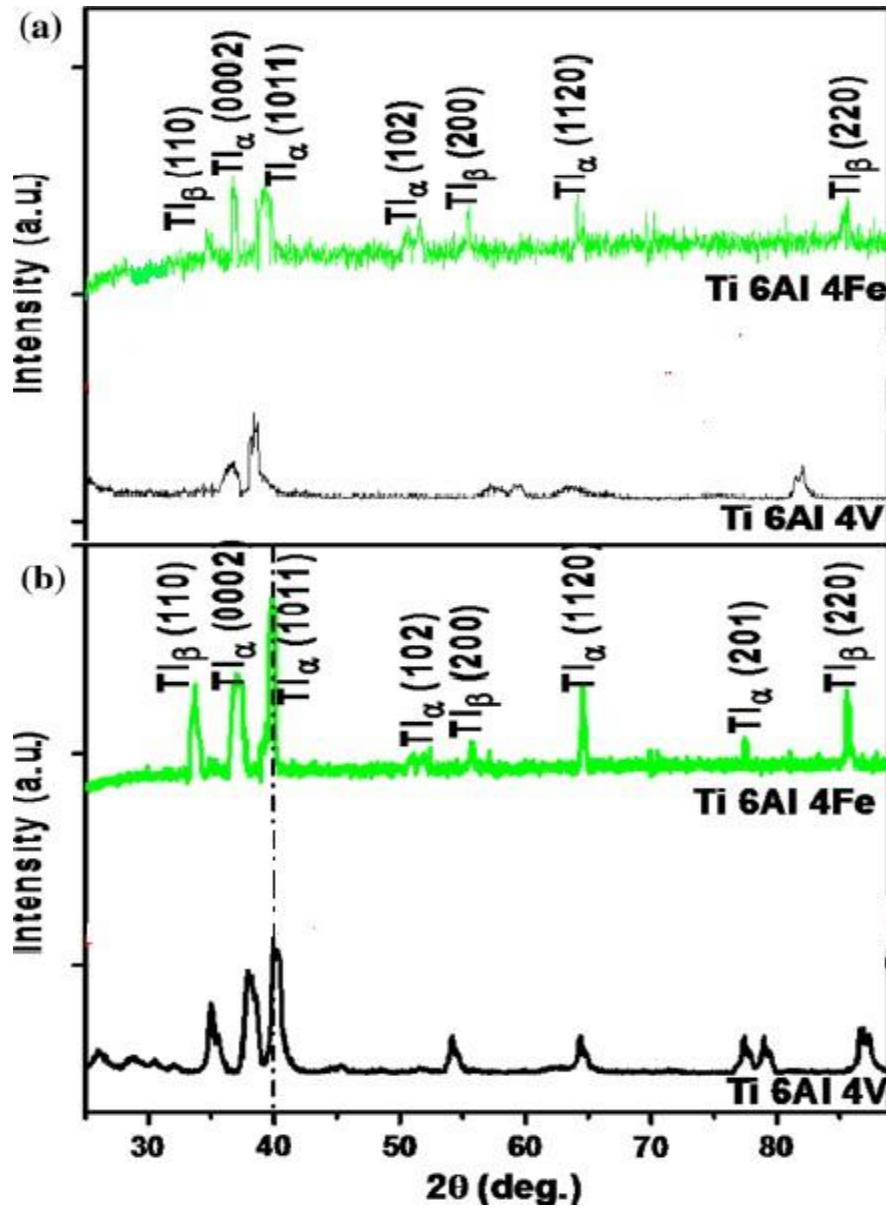


Figure 3.46 Modèles XRD d'alliages de poudres de titane broyés versus : un broyage 2 h et b 18 h

Après un broyage de 18 h, les pics correspondant à (100), (110), (004) et (220) ont disparu. Cela peut être dû à la diffusion progressive des atomes d'Al, V et de Fe dans la structure Ti, car ils ont suffisamment de solubilité à l'état solide dans Ti contrairement à une solubilité nulle de Ti dans Al, Fe et V [7].

Des études antérieures ont également conclu que la diffusion des atomes d'Al dans la structure du réseau Ti était la cause de la disparition des pics de diffraction d'Al après un broyage de 4 h [8]. Les tendances du décalage du pic Ti sont spécifiquement indiquées pour le pic Ti (101) au broyage de 2 h (Fig. 1). Ce décalage peut avoir été causé par une solution d'élément dans Ti. Le décalage des pics Ti vers des angles inférieurs se produit en raison de la diffusion des atomes d'Al ($r_{Al} = 1,82 \text{ \AA}$), V ($r_V = 1,43 \text{ \AA}$) et Fe ($r_{Fe} = 1,26 \text{ \AA}$) dans le Ti ($r_{Ti} = 2 \text{ \AA}$) espaces interstitiels. A la fin de ce décalage, les pics de diffraction α -Ti (002) et α -Ti (103) sont remplacés par des pics β -Ti (110) et β -Ti (211) ; par la suite, la stabilisation de la phase β -Ti dans la matrice α -Ti primaire est par conséquent garantie.

Pour évaluer les effets de la dissolution des atomes d'Al, Fe et V sur le décalage du pic Ti, la position du pic du titane pur (101) à différents temps de broyage a également été étudiée, et aucun déplacement n'a été observé. Dans la présente recherche, les solubilités à l'état solide d'Al, Fe et V pourraient donc être la seule cause du décalage des pics de Ti. Ainsi, après un broyage de 18 h, la synthèse in situ à l'état solide d'alliages nanostructures Ti-6Al-4Fe et Ti-6Al-4V avec une granulométrie nanostructures d'environ 21,21 et 30,11 nm, respectivement, a été obtenu.

Les positions des pics et les données FWHM qui ont été extraites des motifs XRD ont été utilisées pour calculer la taille de cristallite de l'alliage en utilisant l'équation de Debye-Scherrer. Les résultats sont présentés ci-dessous :

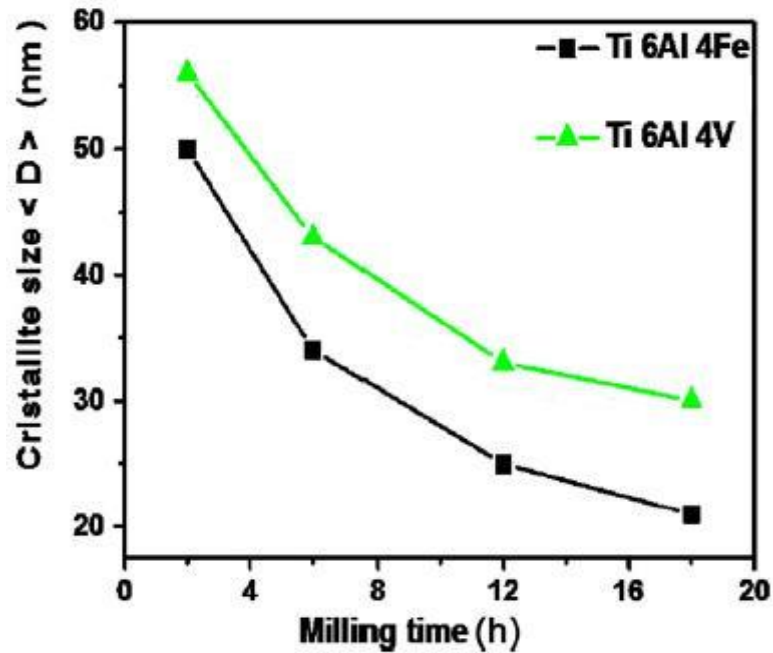


Figure 2. 47 .Tailles moyennes des cristallites $\langle D \rangle$ (nm) des mélanges d'alliages de poudre de titane en fonction du temps de broyage

Tableau 3.10: Taille de cristallite en fonction des temps de broyage

Temps de broyage (h)	Tailles des cristallites (nm)	
	Ti-6Al-4V	Ti-6Al-4Fe
2	56,20	50,02
6	42,30	33,27
12	33,03	24,12
18	30,11	21,21

Comme le montre la figure 2 , la taille des cristallites diminuait lentement avec le temps de broyage. Les tailles de cristallite de poudre mélangée à 2 h sont de 50,02 et 56,20 nm, qui diminuent ensuite à 24,12 et 33,03 nm après 12 h pour atteindre les valeurs de 21,21 et 30,11 nm après 18 h pour Ti-6Al-4Fe et Ti-6Al-4V, respectivement.

Caractérisation mécanique

Les tests de micro dureté $HV_{0,05}$ Vickers d'alliages de titane broyés après un broyage de 2, 6, 12 et 18 h sont illustrés à la Fig.5 . Tel que présenté, avec l'augmentation du temps de broyage, la micro dureté augmente. Les valeurs les plus élevées de 660 et 535 $HV_{0,05}$ ont été obtenues après 18 h et les valeurs les plus faibles de 335 et 304 $HV_{0,05}$ ont été obtenues après 2 h de broyage, pour Ti-6Al-4Fe et Ti-6Al-4V, respectivement. Il est important de souligner que la réduction de la taille des cristallites peut avoir contribué à l'augmentation de la dureté des alliages de titane, en raison du mécanisme de renforcement par raffinement des grains.

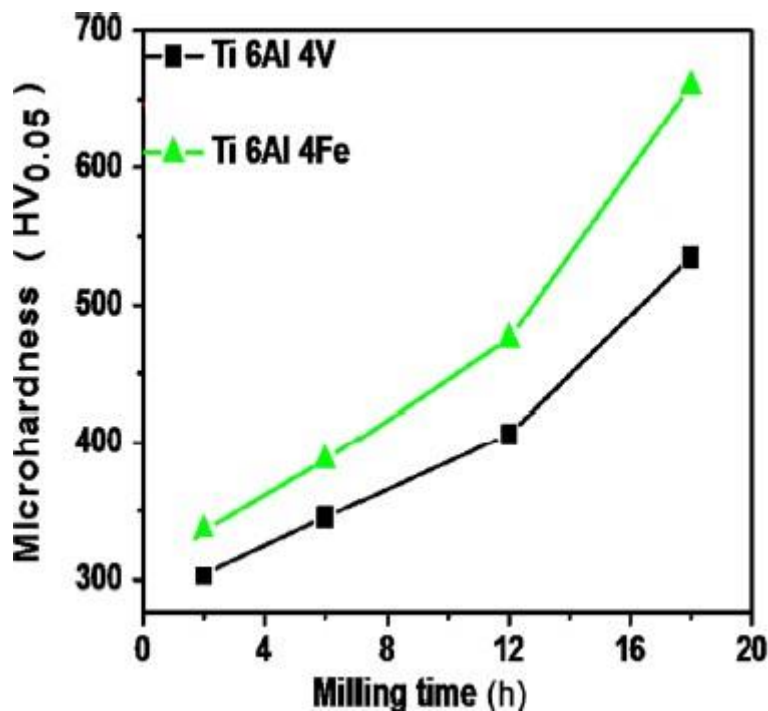


Figure2.48: Valeurs de dureté Vickers des alliages de titane en fonction du temps de broyage

Caractérisation tribologique

Évolution du coefficient de frottement

Les évolutions des coefficients de frottement des alliages de titane nanostructures broyés à des temps différents (2, 6, 12 et 18 h), à une charge appliquée de 6 N et une vitesse de glissement

de 15 mm s^{-1} , sont enregistrées et affichées sur la Fig.6 . Comme observé sur la figure 6 , les alliages Ti-6Al-4F et Ti-6Al-4V présentent un comportement de frottement similaire dans les présentes conditions expérimentales. Le coefficient de frottement augmente rapidement sur les premiers mètres puis diminue. Après cette étape, les variations deviennent moindres et le coefficient de frottement augmente légèrement en continu tout au long de la fin de l'essai.

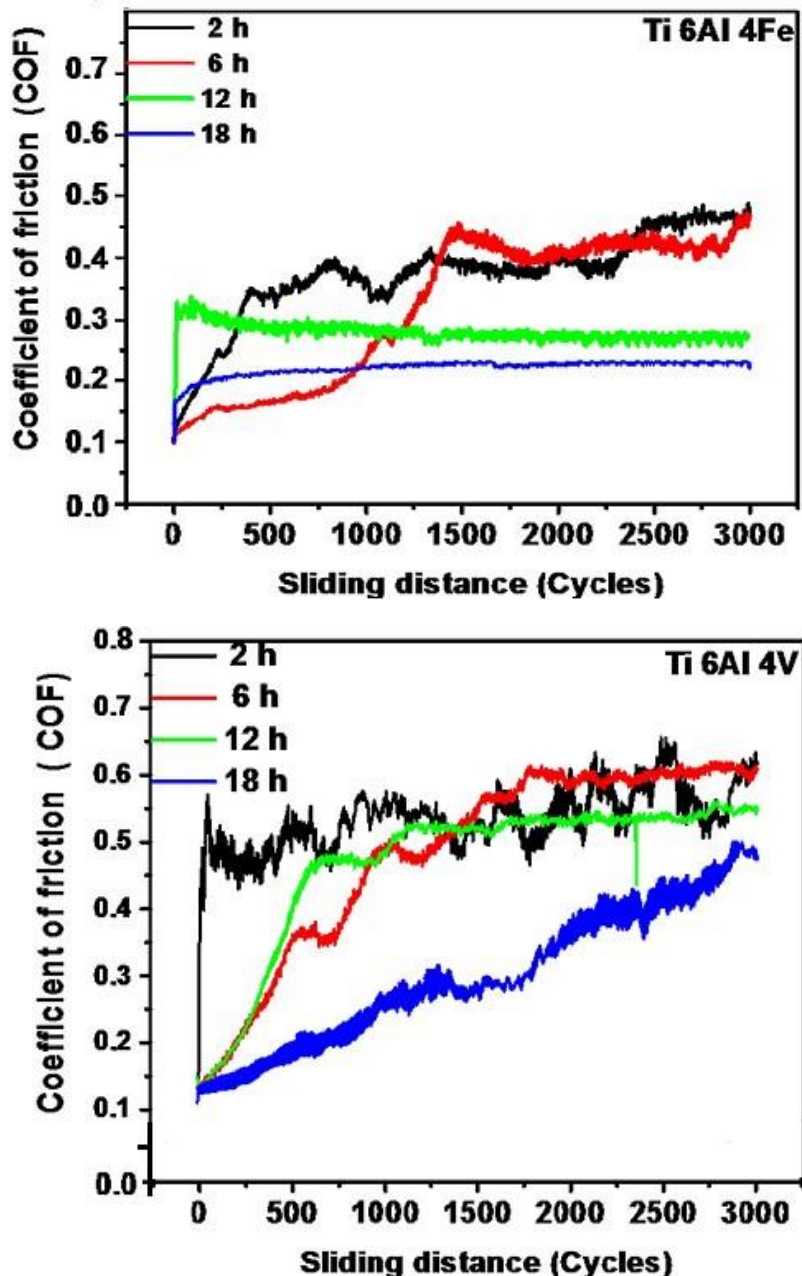


Figure 3.49 Coefficients de frottement des alliages de titane broyés en fonction de la distance de glissement

À un stade avancé, les chenilles sont lissées et le coefficient de frottement atteint un état stationnaire. Au broyage de 2 h, les échantillons présentent plus de fluctuations, ce qui peut être attribué à la rugosité plus élevée des échantillons. De plus, avec l'augmentation de la dureté de surface en fonction du temps de broyage, la surface de contact réelle diminue ; par conséquent, le coefficient de frottement diminue. Il est clair d'après la figure 6 que le coefficient de frottement a montré une tendance à la baisse en fonction du temps de broyage, et il était moindre pour les échantillons de Ti-6Al-4Fe pour tous les temps de broyage. À 18 h de broyage, tous les échantillons ont montré le coefficient de frottement le plus bas et le plus élevé à 2 h.

Comme le montre la figure 7, les valeurs moyennes du coefficient de frottement sont comprises entre 0,402-0,226 pour Ti-6Al-4Fe, alors qu'elles varient entre 0,586 et 0,423 pour Ti-6Al-4V en fonction du temps de broyage de 2 à 18 h, respectivement. On observe clairement que le coefficient de frottement diminue avec l'augmentation du temps de broyage, ce qui peut être attribué à l'amélioration des propriétés mécaniques par le raffinement du grain

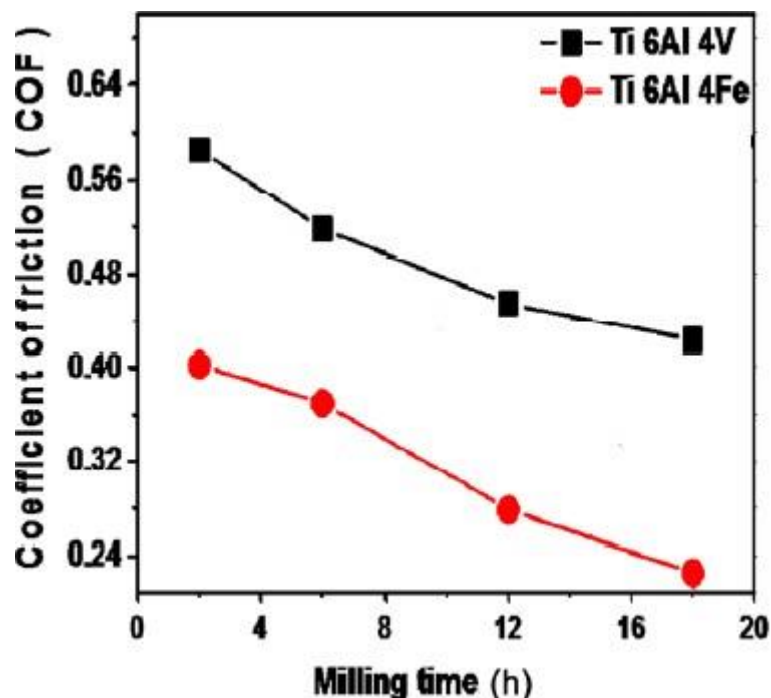


Figure3.50 : Coefficients de frottement moyens des alliages de titane sous différents temps de broyage

Évolution du volume et du taux d'usure

Comme le montre la figure 8 , la vitesse d'usure des alliages de titane HIP a tendance à diminuer avec l'augmentation du temps de broyage de 2 à 18 h. Elle variait dans la plage de $1,34 \times 10^{-2}$ - $0,66 \times 10^{-2}$ et $1,92 \times 10^{-2}$ - $1,51 \times 10^{-2} \mu\text{m}^3 \text{N}^{-1} \mu\text{m}^{-1}$ pour Ti-6Al-4Fe et Ti-6Al-4V, respectivement. Il semble que le temps de broyage ait une influence significative sur le volume d'usure et le taux d'usure des alliages de titane HIPed. Toutes les estimations faites vont de 10^{-1} à $10^{-2} (\mu\text{m}^3 \text{N}^{-1} \mu\text{m}^{-1})$.

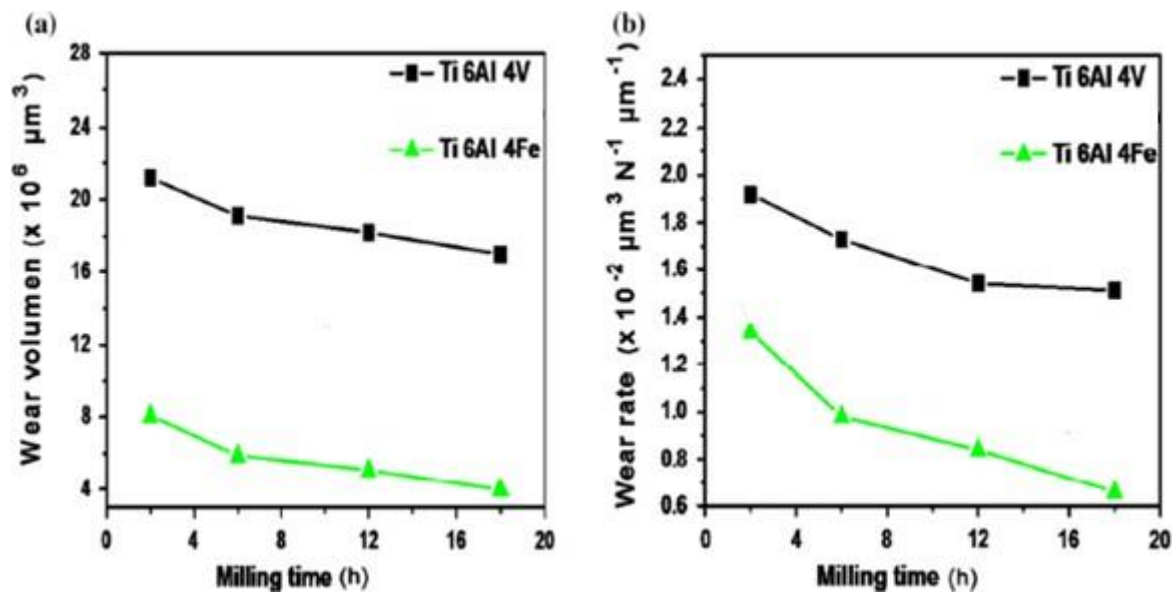


Figure 3.51 : Evolution du volume d'usure ($\times 10^6 \mu\text{m}^3$), b du taux d'usure ($\times 10^{-2} \mu\text{m}^3 \text{N}^{-1} \mu\text{m}^{-1}$) des alliages de titane broyés sous différents temps de broyage

Les résultats ci-dessus confirment que le comportement tribologique des alliages de titane dépend non seulement du temps de broyage, mais aussi de leur composition chimique. Comme le montrent les Fig. 7 et 8, les échantillons broyés pendant 18 h présentent une bonne résistance à l'usure et un bon comportement tribologique. Ce comportement des alliages de titane (en particulier ceux alliés au Fe) broyés à 18 h peut être attribué au raffinement granulométrique et à l'amélioration des propriétés mécaniques. Après 3100 m de glissement, la morphologie de la surface a été examinée par MEB pour évaluer les mécanismes d'usure.

Comme on peut le voir, le coefficient de frottement et les taux d'usure diminuent avec l'augmentation du temps de broyage (figures 7 et 8). Cela peut être attribué au meilleur compactage de la couche de transfert en raison de l'augmentation de la chaleur de frottement. Dans le même temps, l'étendue de la couverture de la couche de transfert augmente également, ce qui entraîne une diminution du frottement et du taux d'usure. Les résultats du taux d'usure pourraient également être expliqués sur la base de la dureté des échantillons broyés et des mécanismes de renforcement, car la dureté des échantillons broyés pendant 2 et 6 h est inférieure et, par conséquent, ils montrent un taux d'usure relativement plus élevé en comparaison avec d'autres temps de broyage de 12 et 18 h

La figure 9 montre les morphologies de surface usée des alliages de titane et des alliages de titane tels que reçus typiques préparés après broyage pendant 18 h. Une trace d'usure modérée a été observée à partir des échantillons de micrographie MEB. De plus, des particules de débris d'usure de petite taille sont également observées, qui se sont presque certainement détachées par déformation plastique. L'amélioration de la résistance à l'usure des alliages de titane fraisés 18 h peut être attribuée à ses valeurs de dureté élevées. Un dommage important de surface avec un aspect déformé et maculé a été observé dans tous les échantillons testés.

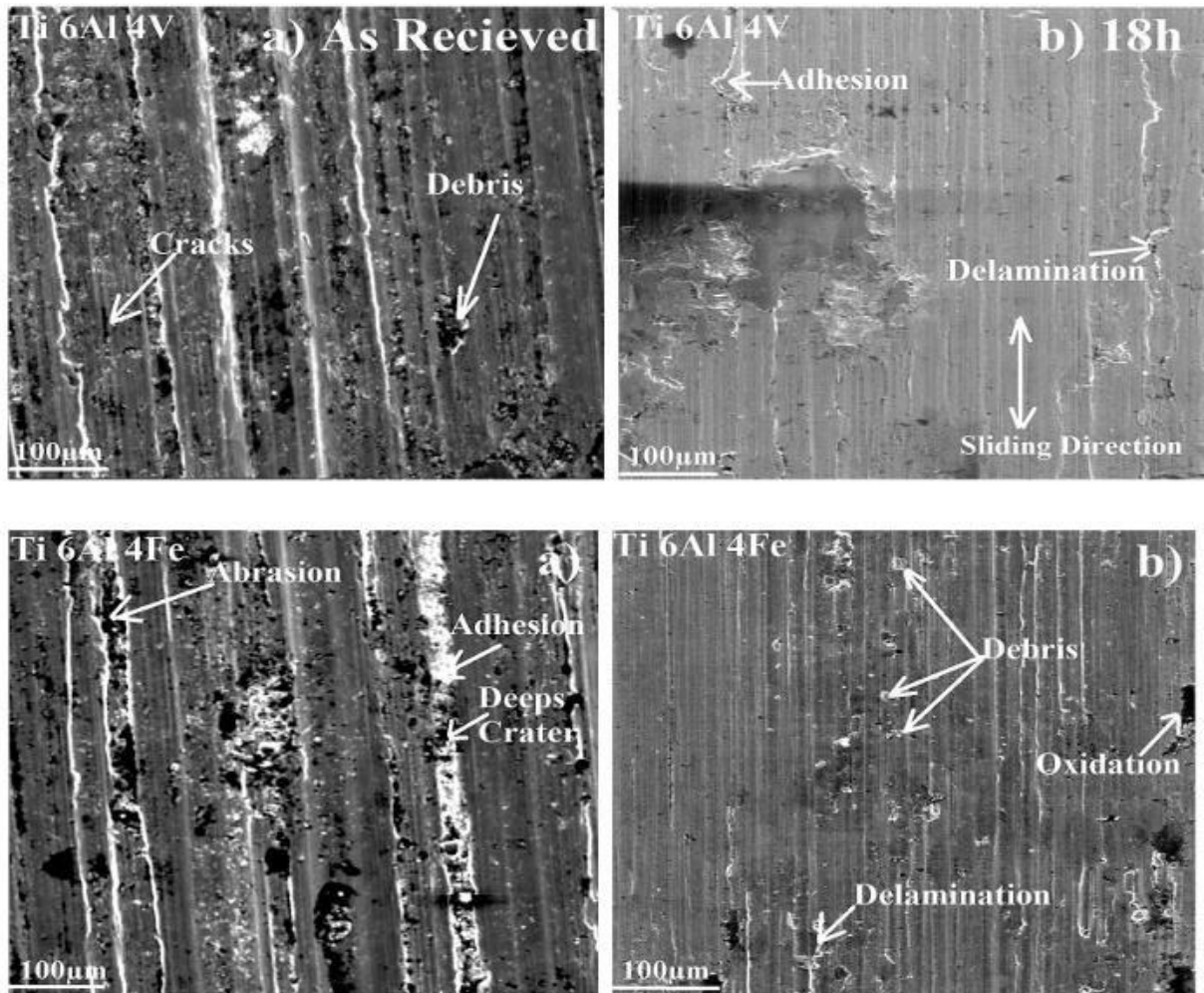


Figure3. 52 : Micrographies MEB correspondant aux surfaces usées d'un alliage de titane broyés de 18 h tel que reçu

Un important débris d'usure qui s'est accumulé à l'intérieur et à la périphérie externe (figure 52) de la piste d'usure a été observé. Dans la plupart des cas d'alliages de titane, il a été observé que la perte de poids était causée par l'usure de l'adhésif et un défaut de stratification.

Comme le montre la 52 , les larges rainures dans le cas d'échantillons tels que reçus et HIPed peuvent être vues (figure 52a), suggérant un mécanisme d'usure abrasive. Dans le cas d'alliages à base de titane broyés pendant 18 h, le mécanisme d'usure de l'adhésif et le défaut de stratification ont été observés (figure 52 b). La formation étendue de bandes de glissement conduit éventuellement à la fissuration observée dans tous les matériaux étudiés.

Dans le cas du Ti-6Al-4Fe, la sévérité de l'abrasion est bien moindre par rapport à l'alliage Ti-6Al-4V étudié. De plus, l'aspect lisse de la surface usée est bien corrélé au faible coefficient de frottement obtenu avec ce matériau. On peut observer que dans toutes les traces d'usure (figure 52), des mécanismes d'usure adhésifs et abrasifs existaient. À un temps de broyage inférieur (figure 52 a), le mécanisme d'usure prédominant était l'abrasion, tandis qu'à 18 h, c'était l'adhérence (figure 52 b). Comme indiqué, la résistance à l'usure améliorée de l'alliage à base de titane (en particulier Ti-6Al-4Fe) usiné à 18 h peut être attribuée à ses bonnes propriétés (figure 50). La microstructure de l'alliage de titane a également une grande influence sur les propriétés du matériau, conduisant également à un effet significatif sur les propriétés tribologiques. Il est tout à fait possible que les alliages à base de Ti subissent une oxydation pour former une couche riche en TiO_2 pendant le processus d'usure. De plus, les débris d'usure en acier sont transférés du contre-corps. Cependant, le caractère non protecteur du tribofilm d'oxyde conduit à une usure sévère des matériaux étudiés [9 , 10].

Après les tests d'usure, les débris d'usure correspondant aux échantillons de poudre tels que reçus de Ti-6Al-4V sont un mélange de particules métalliques plus grosses ressemblant à des copeaux et de quelques particules d'usure fines, probablement composées d'éléments d'échantillon avec des particules de fer mélangées de la face de comptoir. Cependant, dans ce cas, la taille des particules est un peu plus fine et les puces sont également de taille relativement plus petite. Les débris d'usure de l'échantillon broyé pendant 18 h (Fig. 9b) présentent des agglomérats plus gros écaillés de la couche de transfert à l'exception des particules de débris fines. Des grumeaux plus gros composés de très fines particules de couleur blanche probablement d'Al pourraient également être observés sur la micrographie. Dans les conditions utilisées dans le glissement humide, le mécanisme d'usure semble être un mélange d'adhérence et d'oxydation, comme le montre la présence de certaines particules métalliques en forme de copeaux et de fines particules d'oxyde comme le montre la figure 9b.

Les particules de débris d'usure sont générées par transfert de métal ou mécanisme de délaminage ou par labour par les aspérités de la contre-face. Certains d'entre eux sont éjectés de l'interface, tandis que d'autres peuvent se coincer entre les surfaces de glissement. Les particules piégées subissent des déformations répétées avant d'être oxydées. Comme les particules de débris d'usure sont fragmentées et oxydées à plusieurs reprises, les fines particules

générées adhèrent aux surfaces d'usure et s'agglomèrent dans certaines régions, en particulier dans les rainures. Ces agrégats de particules agglomérés sont soumis à une compression et un compactage pendant un glissement supplémentaire, ce qui donne une couche compactée de débris d'usure.

Les débris générés lors de l'usure oxydative peuvent affecter le processus d'usure de deux manières différentes : (1) les particules d'oxyde peuvent se bloquer entre les surfaces de glissement et favoriser l'usure à trois corps, ce qui devrait améliorer la perte de volume par usure, et (2) ces particules être compacté sur la surface de glissement pour former une couche de transfert protectrice, de sorte qu'il n'y ait pas de marques de rayures dessus. Une couche de transfert d'oxyde compacté relativement plus brillante pourrait être observée dans la micrographie MEB des surfaces usées comme le montre la figure 9 . Cependant, la couche de transfert est profondément déchirée à la surface de l'alliage de base.

On peut déduire que le rôle bénéfique des débris d'usure dans la promotion de la résistance à l'usure par la formation de la couche de transfert est plus important que sa contribution à l'augmentation de la perte de volume par l'usure à trois corps, car seules quelques rayures ont été observées sur la surface des échantillons. La présence d'une couche de transfert a été observée à la surface de tous les échantillons broyés, mais elle semble plus compacte à la surface des échantillons broyés à un temps de broyage élevé. Par conséquent, ils montrent un taux d'usure et un frottement inférieurs par rapport aux échantillons broyés à un temps de broyage inférieur (2 et 6 h). Cela démontre clairement le rôle du temps de broyage dans le raffinement de la granulométrie, les mécanismes de renforcement et la résistance élevée à la friction et à l'usure.

Bibliographie & Références

- [49] J. Wu, r.p. guo, l. Xu, z.g. lu, y.y. cui, r. Yang, j. Mater. Sci. Technol. 33(2), 172 (2017)
- [50] M. Fellah, l. Aissani, m. Labaiz, c. Nouveau, synthesis, microstructural and tribological characterization of calcined nano-bioceramic α - Al_2O_3 , sintered at different temperatures, in proceeding de colloque indentation 2016. Lille groupe d'indentation multi echelle nord pas-de-calais, 12–14 oct 2016
- [51] C. Suryanarayana, t. Klassen, e. Ivanov, j. Mater. Sci. 46, 6301 (2011)
- [52] R. Amini, h. Shokrollahi, m.j. hadianfard, m. Marasi, t. Sritharan, j. Alloys compd. 480, 617 (2009)
- [53] F. Lukać, m. Vilećmovać, b. Nevrlać, j. Klećcka, t. Chraćska, metals 7(3), 1 (2017)
- [54] M. Razavi, m.r. rahimipour, a.h. rajabi, j. Alloys compd. 436, 142 (2000)
- [55] C. Suryanarayana, g.h. chen, a. Frefer, f.h. froes, mater. Sci. Eng., a 158, 93 (1992) [56] j. Morales-hernańdez, j. Velaćzquez-salazar, l. Garcí'a-gonzaćlez, j. Alloys compd. 388(2), 266 (2005)
- [57] D. Mareci, d. Sutiman, a. Cailean, environ. Eng. Manag. J. 7(6), 701 (2008)
- [58] M. Ghadimi, a. Shokuhfar, int. J. Adv. Des. Manuf. Technol. 5(5), 25 (2012)
- [59] M.r. farhang, a.r. kamali, m. Nazarian-samani, mater. Sci. Eng., b 168(1), 136 (2010) [60] m. Fellah, m. Abdul samed, m. Labaiz, o. Assala, l. Dekhil, a. Iost, tribol. Int. 91, 151 (2015)
- [61] j.w. elmer, t.a. palmer, s.s. babub, e.d. specht, mater. Sci. Eng., a 391, 104 (2005) [62] m. Fellah, sliding friction and wear performance of the nanobioceramic α - Al_2O_3 prepared by high energy milling, in ed. By a. Vencl proceedings of the 14th international conference on tribology -serbiatrib'15, published by serbian tribology society, kragujevac, 13–15 may 2015, pp. 485–498
- [63] m. Fellah, l. Aissani, m. Abdulsamed, trends biomater. Artif. Organs 30(2), 106 (2016)
- [64] p. Xie, h.y. zhao, b. Wu, s.l. gong, acta metall. Sin. 28(7), 922 (2015)
- [65] G.s. zhang, d.f. guo, m. Li, j.t. li, q. Zhang, x.h. li, x.y. zhang, acta metall. Sin. (engl. Lett.) 30(5), 493 (2017)

Conclusion générale

Conclusion générale

Des alliages de poudre de titane nanostructures ont été préparés avec succès avec des temps de broyage variables. L'effet du remplacement de (V) par (Fe) sur les propriétés tribologiques du HIPed Ti-6Al-4V est évalué. Des granulométries nanométriques ont été produites afin d'améliorer ses propriétés structurelles et tribologiques. Une attention particulière a été portée à l'évaluation des effets du temps de broyage sur le comportement de frottement de ces alliages. Les conclusions suivantes peuvent être tirées de l'étude :

- ✓ Les tailles des cristallites ont diminué jusqu'à 21,21 et 30,11 nm pour Ti-6Al-4Fe et Ti-6Al-4V, respectivement.
- ✓ Le broyage de la poudre de titane pendant 18 h a considérablement amélioré la dureté et la résistance à l'usure en raison du raffinement de la taille des grains.
- ✓ Avec l'augmentation du temps de broyage, le taux d'usure a diminué, ce qui est attribué aux propriétés mécaniques améliorées des poudres en raison de leur raffinement de la taille des particules.
- ✓ Au temps de broyage plus long, le taux d'usure et le coefficient de frottement ont considérablement diminué. À 18 h, le Ti-6Al-4Fe présentait le taux d'usure et le coefficient de frottement les plus faibles par rapport au Ti-6Al-4V qui présentait les valeurs les plus élevées.
- ✓ La composition chimique, la taille des grains et la cristallite ont joué un rôle important dans le contrôle du taux d'usure. La résistance plus élevée des échantillons broyés à 18 h (en particulier Ti-6Al-4Fe) est attribuée à ses propriétés mécaniques et structurelles améliorées.

Les mécanismes d'usure des alliages de titane nanostructures ont été établis comme étant des défauts d'adhérence, d'abrasion et de délaminage

Résumé

Cette étude vise à examiner l'effet du remplacement du vanadium par le fer sur le comportement tribologique du biomatériau en alliage de titane pressé isostatique à chaud (Ti-6Al-4V), à l'aide d'un tribomètre oscillant de type boule sur disque, en conditions humides en utilisant une solution physiologique conforme aux normes ISO7148. Les essais ont été réalisés sous une charge normale de 6 N, avec une bille d'acier de qualité AISI 52100 comme contre face. Les changements morphologiques et l'évolution structurale des poudres de nanoparticules en utilisant différents temps de broyage (2, 6, 12 et 18 h) ont été étudiés. La caractérisation structurale indique que la taille des particules et de la cristallite diminue continuellement avec l'augmentation du temps de broyage. Le coefficient de frottement et le taux d'usure étaient inférieurs dans les échantillons broyés à 18 h ($0,226$, $0,423$; et $0,66 \times 10^{-2}$ $1,51 \times 10^{-2} \mu\text{m}^3 \text{N}^{-1} \mu\text{m}^{-1}$) pour Ti-6Al-4Fe, et Ti-6Al-4V, respectivement. Cette amélioration du frottement et de la résistance à l'usure est attribuée au raffinement du grain lors d'un fraisage de 18 h. Les échantillons Ti-6Al-4Fe ont montré de bonnes performances tribologiques pour tous les temps de fraisage.

Mots clés : Comportement tribologique ; Alliages de titane ; Test d'usure ; Temps de broyage ; Pressage isostatique à chaud (HIPing).

ملخص

تهدف هذه الدراسة إلى فحص تأثير استبدال الفاناديوم بالحديد على السلوك الميكانيكي للمادة الحيوية لسبائك التيتانيوم

المضغوطة الساخنة المتولدة (Ti-6Al-4V) ، باستخدام مقياس تريبومتر من النوع الكروي المتأرجح على الرأس ، في ظروف رطبة باستخدام محلول فريولوجي يتوافق مع معيار ISO7148. تم إجراء الاختبارات تحت حمولة عادية من 6 نيوتن ، مع كرة فولاذية عالية الجودة AISI 52100 كواجهة مضادة. تمت دراسة التأثيرات المورفولوجية ولتطور البنى لمساحيق الجسيمات الزاوية باستخدام أوقات طحن مختلفة (2 ، 6 ، 12 ، 18 ساعة). يشير التصوير الميكانيكي إلى أن حجم الجزيئات والبلورات يتناقص بزيادة وقت الطحن. كان معامل الاحتكاك ومعدل التآكل أقل في عينات

الأرض عند 18 ساعة (0.226 ، 0.423 ؛ و 0.66 x 10⁻² - 1.51 x 10⁻² ميكرومتر 3 نيوتن - 1

ميكرومتر - 1) بالزئبق لـ Ti 6Al-4Fe و Ti-6Al-4V على التوالي. يُعزى هذا التحسن في مقاومة الاحتكاك والتآكل

إلى صقل الجيوب خلال عملية طحن لمدة 18 ساعة. أظهرت عينات Ti-6Al-4Fe أداءً ميكانيكيًا أفضل

لجميع

أوقات

الطحن.

الكلمات المفتاحية: السلوك التريبولوجي. سبائك التيتانيوم اختبار ارتداء وقت الطحن الضغط المثلوي الساخنة (HIPing)

Abstract

This study aims to examine the effect of replacing vanadium by niobium and iron on the tribological behavior of hot-isostatic-pressed titanium alloy (Ti-6Al-4V) biomaterial, using a ball-on-disk-type oscillating tribometer, under wet conditions using physiological solution in accordance with the ISO7148 standards. The tests were carried out under a normal load of 6 N, with an AISI 52100 grade steel ball as a counter face. The morphological changes and structural evolution of the nanoparticle powders using different milling times (2, 6, 12 and 18 h) were studied. The morphological characterization indicated that the particle and crystallite size continuously decrease with increasing milling time to reach the lowest value of 4 nm at 18-h milling. The friction coefficient and wear rate were lower in the samples milled at 18 h (0.226, 0.297 and 0.423; and 0.66×10^{-2} , 0.87×10^{-2} and 1.51×10^{-2} $\text{mm}^3 \text{N}^{-1} \text{m}^{-1}$) for Ti-6Al-4Fe, Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, respectively. This improvement in friction and wear resistance is attributed to the grain refinement at 18-h milling. The Ti-6Al-4Fe samples showed good tribological performance for all milling times.

KEY WORDS: Tribological behavior; Titanium alloys; Wear testing; Nanotribology; Milling time; Hot isostatic pressing (HIPing)