



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ ABBES LAGHROUR DE KHENCHELA
FACULTÉ DES SCIENCES ET DE TECHNOLOGIE



Département des Sciences de la Matière

Mémoire de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme de Master (L.M.D)

Spécialité: Sciences de La Matière

Option: Chimie des Matériaux

Intitulé :

*Comportement structural et propriétés lastiques
des alliages $Ti-6Al-xFe$
Pour des applications biomédicales*

Réalisé par :

- Trad Imane
- Bouzidi Nadjoua

Dirigé par :

- Mme. Hammadi Fouzia

Membres du jury:

- Fellah Mamoun MCA : président
- Reguai Sabrina MCB : examinatrice

Année universitaire : 2018-2019

Remerciment

Avant tout, nous remercions ALLAH tout puissant, de nous avoir donné la force, le courage, la volonté et la patience pour terminer ce modeste travail.

Nos sincères remerciements à notre chère enseignant HAMMADI FOUZAI pour avoir accepté de diriger notre thèse de MASTER.

Nous la remercions vivement pour le temps qu'il a consacré pour notre thèse
Merci pour vos explications, pour votre conseil et pour votre patience.

Nous sommes sincères remerciements à tous les professeurs, intervenants et toutes les personnes qui par leurs paroles, leurs écrits, leurs conseils et leurs critiques ont guidé notre réflexions et ont accepté à nos rencontrer et répondre à nos questions durant de notre recherche.

Nous remercions notre famille (frères), surtout notre très chers parents merci pour le soutien financier, moral, psychologique et matériel .

Si nous sommes ici aujourd'hui, c'est grâce à vous !

Enfin, nous remercions notre amis et camarades de promotion pour les années passées ensemble, dans les meilleurs moments comme dans les pires.

DÉDICACE:

Je tiens tout d'abord à remercier ALLAH le tout puissant et miséricordieux.

Je dédie ce modeste travail :

A mes chers parents qui sont décédés trop tôt,

A mon **cher père**, qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études.

J'espère que, du monde qui est sein maintenant, il apprécie cet humble geste comme âme. Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde.

A ma **chère mère**, affable, honorable, aimable : tu représentes pour moi le symbole de la bonté par excellence, la source de tendresse et l'exemple du déroulement qui n'a pas cessé de m'encourager et de prier pour moi.

A ma très chère sœur ,

je vous remercie pour votre hospitalité sans égal et votre affection si sincère. je vous dédie ce travail avec tous mes vœux de bonheur, de santé et de réussite.

A mon cher frère **Walid** et adorables sœurs **Beauty, Karima.**

A Mme **Dr Malki Asma**, qui a été toujours gentille et serviable.

A mon binôme **Imene**, pour les efforts qu'elle a fournis.

A mes chères amies : **Sara, Souad ,Bahia ,Samia, Saida,**

Rahima

A toute la promotion de master Chimie des matériaux kenchela 2019-2020

A tous mes chers enseignants et enseignantes, que ce travail soit un témoignage de ma gratitude et mon profond respect à vous.

A tous ceux qui, par un mot, m'ont donné la force de continuer

Bouzidi Nadjoua

Dédicace

L'amour, le respect, la reconnaissance,
c'est tous simplement que:

Je dédie cette thèse de Master à :

À ma chère Mère ALIA.

Tu représente pour moi la source de tendresse et l'exemple de dévouement
qui n'a pas cessé de m'encourager

À mon Père ABED ALKADER.

Aucune dédicace ne saurait exprimer l'amour, l'estime, le respect que j'ai
toujours

pour vous. Rien au monde ne vaut les efforts fournis jour et nuit pour mon
éducation. Ce travail est le

fruit de tes sacrifices que tu as consentis pour mon éducation et ma formation le
long de ces années.

À mes chers frères « MOHAMMED, OUSSAMA »

À ma chère sœur « SAJA »

À ma GRANDE -MERE

À mes ONCLES et mes TANTES

À mes COUSINS et mes COUSINES

À mes chères amies

« IBTESSAM, SOUHILA, AMANI, AMEL, IMANE, NAJOUA »

**À toutes mes chères collègues surtout les étudiants de chimie des matériaux et
analytique Mercie pour tous**

IMANE

Table des matières

<i>Remerciment</i>	
<i>Dedicaces</i>	
<i>Liste des figures</i>	
<i>Liste des tableaux</i>	
<i>Liste des abreviations</i>	
<i>Résumé</i>	
<i>Introduction générale</i>	
Chapitre I : Etude bibliographique	
Partie 01: l'articulation de la hanche	
I.1.1- Introduction	Page 1
I.1.2-Pathologie des articulations	Page 1
I.1.2.1- L'arthrose	Page 1
I.1.2.2- L'arthrite rhumatoïde	Page 1
I.1.2.3- Le spondylose rhizomélique	Page 2
I.1.2.4- La Nécrose a vasculaire	Page 2
I.1.3- Anatomie de la hanche	Page 2
Partie 2: Prothèse de hanche et leurs problèmes	
I.2.1- Définition	Page 5
I.2.2-Description des éléments composant une prothèse de hanche	Page 5
I.2.3- Fixation de la PTH	Page 7
I.2.3.1-Prothèses non cimentées	Page 7
I.2.3.2-Prothèses cimentées	Page 9
I.2.3.3-Prothèses hybrides ou semi cimentée	Page 11
I.2.4- Ciment chirurgicale	Page 11
I.2.5- Les couples de frottements d'une prothèse totale de hanche	Page 12
I.2.6-Problématique du choix de la prothèse	Page 17
I.2.7-Examens utiles au choix de la prothèse	Page 18
I.2.7.1-Examens radiologiques	Page 18

I.2.7.2-Qualité de l'os	Page 18
I.2.7.3-Interrogatoire clinique	Page 18
I.2.7.4-Qualité de vie	Page 19
I.2.8- choix de la prothèse selon le type de fixation	Page 19
I.2.9-Choix de la prothèse selon le couple de frottement	Page 19-20
I.2.10-Problèmes liés à l'usure mécanique des surfaces articulaires	Page 20
I.2.10.1- Luxation	Page 20
I.2.10.2-Descellement	Page 20
I.2.10.3-Usure	Page 20-21
I.2.11- Notion de biocompatibilité	Page 21
I.2.11.1- Introduction	Page 21-22
I.2.11.2- Les différents types de biocompatibilité	Page 22-23
Partie 3: les biomatériaux	
I.3.1- Généralités sur les biomatériaux	Page 24
I.3.2- Définition	Page 24
I.3.3-Impact des Biomatériaux	Page 24-25
I.3.4- Les champs d'application des biomatériaux	Page 25-26
I.3.5- Différents classes des biomatériaux	Page 27-29
I.3.6- Les nanostructures	Page 30
I.3.6.1- Introduction	Page 30
I.3.6.2- Spécificités des nanomatériaux	Page 30-31
I.3.6.3- Procédés d'élaboration des nanomatériaux	Page 32
I.3.6.3.1- Méthode de broyage à haute énergie ou mécano-synthèse	Page 32
I.3.6.3.1.1-Introduction	Page 32
I.3.6.3.1.2- Définition	Page 33
I.3.6.3.1.3- Appareillage	Page 33-34
I.3.6.3.1.4- Les paramètres impliqués dans la mécanosynthèse	Page 34-35

I.3.6.3.1.5- Mécanisme de broyage mécanique haut énergie	Page 36
Partie 4: Généralité sur les matériaux étudiés	
I.4-Le titane et ces alliages	Page 37
I.4.1-Le titane pur	Page 37
I.4.2- Influence des éléments d'addition	Page 37-38
I.4.3- Structure	Page 38-40
I.4.4- les alliages de titane	Page 41
I .4.5- Caractéristique des microstructures	Page 42
I .4.5.1-Microstructure lamellaire	Page 42-43
I .4.5.2- Microstructure martensitique	Page 43
I .4.5.3- Microstructure équiaxe	Page 43
I .4.5.4 Microstructure bimodale	Page 44
Conclusion	Page 45
Références	Page 46-51
<i>Chapitre II : Techniques expérimentales</i>	
Introduction	Page 52
II.1- Techniques de caractérisation	Page 52
II.1.1- Analyse par diffraction des rayons X	Page 52-55
II.1.2- Définition de la largeur de pic	Page 55-56
II.1.3- Microscopie électronique à balayage (MEB)	Page 56-60
II.1.4-Teste d'élasticité	Page 60-61
II.1.3.1.2-Exploitations de l'essai	Page 64
II.1.3.1.3-Constantes d'élasticité	Page 64-69
CONCLUSION	Page 70
<i>Chapitre III</i>	
<i>III.1-Elaboration</i>	<i>Page 71</i>
<i>III.1.1-Objectif de travail</i>	<i>Page 71</i>
<i>III.1.2- Elaboration par broyage</i>	<i>Page 71</i>

<i>III.1.3- Caractérisation microstructurale</i>	<i>Page 72</i>
<i>III.1.4-Test d'élasticité</i>	<i>Page 72</i>
<i>III.2- Résultats et discussions</i>	<i>Page 73</i>
<i>III.2.1- Caractérisation microstructurale</i>	<i>Page 73</i>
<i>III.2.2-Propriétés d'élasticité</i>	<i>Page 76</i>
<i>Références</i>	<i>Page 84</i>
<i>Conclusion générale</i>	

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau 1: Les différentes tailles disponibles d'une prothèse totale de hanche non cimentée sur le marché Marocain.

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

Tableau 3: Composition du ciment imprégné d'antibiotique.

Tableau 4: Domaine d'applications des biomatériaux.

Tableau 5: L'utilisation des métaux.

Tableau 6: Les procédés de la fabrication des nanostructures.

Tableau 7: classification des éléments d'addition des alliages de titane.

Tableau 8 : Quelques caractéristiques physico-chimiques du titane pur.

Chapitre II

Tableau 9: Règles géométriques pour qu'il y ait diffraction.

Tableau 10: les valeurs de module d'Young de quelque métal.

Chapitre III

Tableau11: Les compositions chimiques (%en poids) d'alliages Ti-6Al-xFe.

Tableau12: Phase, Structure cristalline et paramètre de réseau (a et c) de la phase α dans les alliages Ti-6AL-xFe.

Liste des figures

Chapter I
Figure 1: Articulation coxo-fémorale de la hanche.
Figure 2: Ligaments du bassin et de l'articulation coxo-fémorale, vues postérieure (à gauche) et antérieure (à droite).
Figure 3: Eléments constituant une prothèse totale de hanche modulaire.
Figure 4: Exemples de tiges fémorales monobloc courte et longue (+ tête).
Figure 5: Schéma montrant l'intégration osseuse optimale de la tige d'une prothèse totale de hanche non cimentée.
Figure 6: prothèse non cimentée.
Figure 7: prothèse cimentée.
Figure 8: La structure de la tige d'une prothèse totale de hanche cimentée.
Figure 9: prothèse hybride.
Figure 10: Couple Polyéthylène-Métal.
Figure 11: Couple céramique-polyéthylène.
Figure 12: Couple Céramique-Céramique.
Figure 13: Couple Métal-Métal.
Figure 14: Schéma d'implantation d'une prothèse de hanche scellée.
Figure 15: Biomatériaux dans un corps humain.
Figure 16: les différentes classes de nanomatériaux en fonction de leur dimensionnalité.
Figure 17: Broyeur à boulets (a), broyeur attriteur (b), broyeur planétaire (c).
Figure 18: Cristallographie du titane pur en fonction de la température.
Figure 19: les structures cristallines de titane.
Figure 20: diagramme pseudo-binaire, influence des éléments d'addition et phases induites.
Figure 21: Exemple microstructure lamellaire.
Figure 22: Exemple de microstructure équiaxe.
Figure 23: Exemple de microstructure bimodale.
Chapitre II
Figure 24 : (a) Diffractomètre en méthode des poudre Philips PW3710, (b) Schéma de principe de la diffraction des rayons X.
Figure 25: Représentation de l'intensité diffractée en fonction de la position 2θ du détecteur ;

grandeurs associées au pic de diffraction.

Figure 26: (a) Schéma des produits des interactions entre le faisceau d'électrons et la matière, (b) du volume concerné par chacune de ces interactions.

Figure 27: Spectre énergétique de l'émission électronique.

Figure 28: Coupe d'une colonne Jeol 35CF (document CMTc) et schéma de principe du microscope électronique à balayage.

Figure 29: Microscope électronique à balayage (MEB).

Figure 30: La machine d'extensomètre .

Figure 31: le principe de l'essai.

Figure 32: diagramme de déformation.

Figure 33: les dimensions d'éprouvette avant et après la rupture.

Figure 34: courbe de module d'Young.

Figures 35: a, b et c des courbes de rupture.

Figure 36: courbes (a) et (b) de traction des aciers.

Figure 37: La limite élastique.

Chapitre III

Figure 38: Diagrammes XRD pour les alliages Ti-6Al-xFe.

Figure 39: Micrographies MEB d'alliage Ti-6Al (a), Ti-6Al-1Fe (b), Ti-6Al-2Fe (c) et Ti-6Al-4Fe (d).

Figure 40 : Micrographes optiques d'alliage Ti – 6Al – 4V: (a) faible grossissement et (b) répartition uniforme de la phase α primaire équiaxe dans la limite de la structure de transformation β lamellaire.

Figure 41: Module de young et résistance/modules des alliages Ti-6Al-xFe.

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES

GPa: Le giga pascal, une unité de [pression](#) valant un milliard de [pascals](#) (10 000 fois la [pression atmosphérique](#)).

u.m.a : Unité de masse atomique

MPa : Méga pascal unité de [pression](#) ou de [contrainte](#) valant un million de [pascals](#) (10^6 Pa)¹.

µg: [microgramme](#), [unité de mesure](#) de [masse](#) du [Système international](#) (SI), valant [10⁻⁶ gramme](#)

H. C : Structure hexagonal compacte

KV : 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 Materials.

I_{max} : intensité maximale

JCPDS : est une dans le DRX

MEB : Microscope électronique à balayage

DRX : Diffraction des rayons X

FWHM : la largeur a mi-hauteur

PTH : Prothèse totale de hanche

Ppm : une fraction massique (1 ppm = 1 mg/kg)

IRM : L'imagerie par résonance magnétique

RA : L'arthrite rhumatoïde

AVN : La nécrose a vasculaire

(CC) : cubique centré

B_f: bruit de fond

L₁: La largeur intégrale

IR : infrarouge

UV : ultra violet

L : la longueur de la ligne de balayage horizontale de l'écran de MEB

OM : microscope optique

V : Vitesse de la machine

L₀ : est 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 traction

R_m: la charge maximale

S₀ : section initiale

S_u : section après rupture.

v: le coefficient de Poisson,

G : le module d'élasticité transversal ou de cisaillement.

Résumé

La présente étude porte sur les caractéristiques de microstructure, le comportement électrochimique à la corrosion et les propriétés d'élasticité d'alliages Ti – 6Al – xFe avec addition de Fe. Pour une application biomédicale, un alliage Ti – 6Al – 4V avec une microstructure à deux phases (α β) est également étudié à titre de comparaison.

La caractérisation microstructurale révèle que la phase et la structure cristalline sont sensibles à la teneur en Fe. L'alliage Ti – 6Al présente une phase α hexagonale en forme de plume, tandis que Ti – 6Al – 1Fe présente une structure à lattes grossières de phase α hexagonale et une petite quantité de phase β .

Les alliages Ti – 6Al – 2Fe et Ti – 6Al – 4Fe sont dominés par la phase α allongée et équiaxe et la phase β retenue, mais la taille de la particule de la phase α dans l'alliage Ti – 6Al – 4Fe est bien inférieure à celle dans Ti – 6Al – 2Fe alliage.

Des expériences d'élasticité sont effectuées pour évaluer la propriété d'élasticité à la température ambiante. L'alliage Ti – 6Al – 4Fe a le module de Young le plus faible (112 GPa) et présente les rapports de résistance / module les plus élevés, allant jusqu'à 8,6, ce qui est similaire à celui de c.p. Ti (8,5).

Mots clés : Alliages de Ti-6Al-xF, Titanium, Microstructure, Elasticité, Application de biomatériau.

Abstract

The present study is to investigate the microstructural characteristics, and elasticity properties of Ti–6Al–xFe alloys with Fe addition for biomedical application, and Ti–6Al–4V alloy with two-phase ($\alpha + \beta$) microstructure is also studied as a comparison. Microstructural characterization reveals that the phase and crystal structure are sensitive to the Fe content. Ti–6Al alloy displays feather-like hexagonal α phase, and Ti–6Al–1Fe exhibits coarse lath structure of hexagonal α phase and a small amount of β phase.

Ti–6Al–2Fe and Ti–6Al–4Fe alloys are dominated by elongated, equiaxed α phase and retained β phase, but the size of α phase particle in Ti–6Al–4Fe alloy is much smaller than that in Ti–6Al–2Fe alloy.

Elasticity experiments are performed to evaluate the elasticity property at room temperature. Ti–6Al–4Fe alloy has the lowest Young's modulus (112 GPa) and exhibits the highest strength/ modulus ratios as large as 8.6, which is similar to that of c.p. Ti (8.5).

Keywords : Ti–6Al–xFe alloys ,Microstructure , Elasticity ,Biomaterial application

ملخص

تتناول الدراسة الحالية خصائص البنية المجهرية وسلوك التآكل الكهروكيميائي وخصائص مرونة سبائك xFe-Ti - 6Al مع إضافة Fe.

للتطبيق الطبي الحيوي ، تتم دراسة سبيكة 4V - 6Al - Ti ذات البنية المجهرية ثنائية الطور (α β) للمقارنة.

يكشف التوصيف المجهرى أن الطور والهيكل البلوري حساسان لنسبة الحديد المضافة ، حيث تتميز سبيكة Ti - 6Al ببنية سداسية على شكل ريشة ، بينما يعرض Ti - 6Al - 1Fe هيكل شبكي خشن سداسي طور α وكمية صغيرة من الطور β .

تهيمن سبائك Ti - 6Al - 2Fe و Ti - 6Al - 4Fe على طور α المطولة والمتشابكة والمحافظة على الطور β ، ولكن حجم الجسيمات في الطور α في سبيكة Ti - 6Al - 4Fe أصغر بكثير. لذلك في Ti - 6Al - 2Fe سبيكة. يتم إجراء تجارب المرونة لتقييم خاصية المرونة في درجة حرارة الغرفة. حيث تشتمل سبيكة Ti - 6Al - 4Fe على معامل يونغ الأدنى (112 GPa) كما لديها أعلى نسبة مقاومة / معامل تصل إلى 8.6 ، وهو ما يشبه Ti (8.5)pp.

كلمات مفتاحيه : سبائك Ti-6Al-xFe, التيتانيوم, المجهرية المرونة.

Introduction General

Introduction générale

L'utilisation du titane et de ses alliages pour des applications biomédicales dans les domaines orthopédiques et dentaires est en augmentation constante en raison de leur poids léger, de leur résistance élevée à la corrosion, de leur biocompatibilité et de leurs propriétés mécaniques, y compris leur faible module, par rapport à d'autres biomatériaux métalliques conventionnels.

A ce jour, les alliages de titane largement utilisés pour les applications biomédicales comprennent principalement les alliages de titane commercialement purs (c.p. Ti) et les alliages Ti – 6Al – 4V.

Cependant, il existe encore plusieurs inconvénients de c.p. Ti et Ti – 6Al – 4Fe. Par exemple, faible résistance, difficulté de polissage et faible résistance à l'usure de c.p. Ti limite son utilisation dans les applications à fortes contraintes ; un module d'élasticité supérieur (110 GPa) en alliage Ti – 6Al – 4V conduit à un «effet de protection contre les contraintes» entre le matériau de l'implant et l'os environnant pour les pièces implantées chirurgicalement (comme les remplacements du genou, de la hanche et de l'épaule).

De plus, la libération des ions aluminium (Al) et vanadium (V) de la dissolution passive du film et de la corrosion par usure à la surface de l'alliage a un effet potentiellement toxique pour ses performances à long terme, du fait des concentrations élevées d'ions Al et V (plus de 106 mg / L et 1,51 µg / L) dans le sang va induire un problème de santé. Par conséquent, les recherches sur les alliages de titane pour les applications biomédicales sont principalement axées sur la réduction du module et le contrôle de l'ajout d'éléments d'alliage toxiques

Il est bien connu que le titane peut être allié à une variété d'éléments d'alliage pour modifier ses propriétés, telles que la résistance, la résistance à la corrosion, les performances à haute température et la formabilité. L'élément β -eutectique Fe est non toxique, non allergique et peu coûteux. Il a été choisi comme élément d'alliage sûr pour développer des alliages de titane à faible module d'élasticité et à haute résistance pour les biomatériaux .

Dans la présente étude, l'effet de l'ajout de Fe sur les propriétés d'élasticité des alliages Ti – 6Al est systématiquement étudié, et l'alliage Ti – 6Al – 4V est également étudié à titre de comparaison. De plus, la relation entre les propriétés de microstructure et d'élasticité sera également discutée.

Ce travail est présenté en trois chapitres :

- ✓ Dans le chapitre I, quelques aspects généraux ayant trait au titane et à ses alliages sont exposés. Ainsi que leurs application dans le domaine biomédicale (prothèse de

hanche) et quelques notions de rappels sur les biomatériaux, la biocompatibilité et les différents types de biocompatibilités sont énoncés ainsi que les différentes classes de biomatériaux.

- ✓ Les différentes techniques de caractérisation et la méthode expérimentale de synthèse utilisés et leurs principes de fonctionnement sont présentés dans le second chapitre parmi lesquels l'élaboration par mécanosynthèse, essai de traction.

Des analyses par rayon X et des photos MEB nous confirment la nature et la morphologie des phases formées.

- ✓ le dernier chapitre, consacré à l'interprétation des différents résultats obtenus.

Chapitre 01

Etude bibliographique

Partie N° : 01
l'articulation de la hanche

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, spondyloserhizomélique 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].

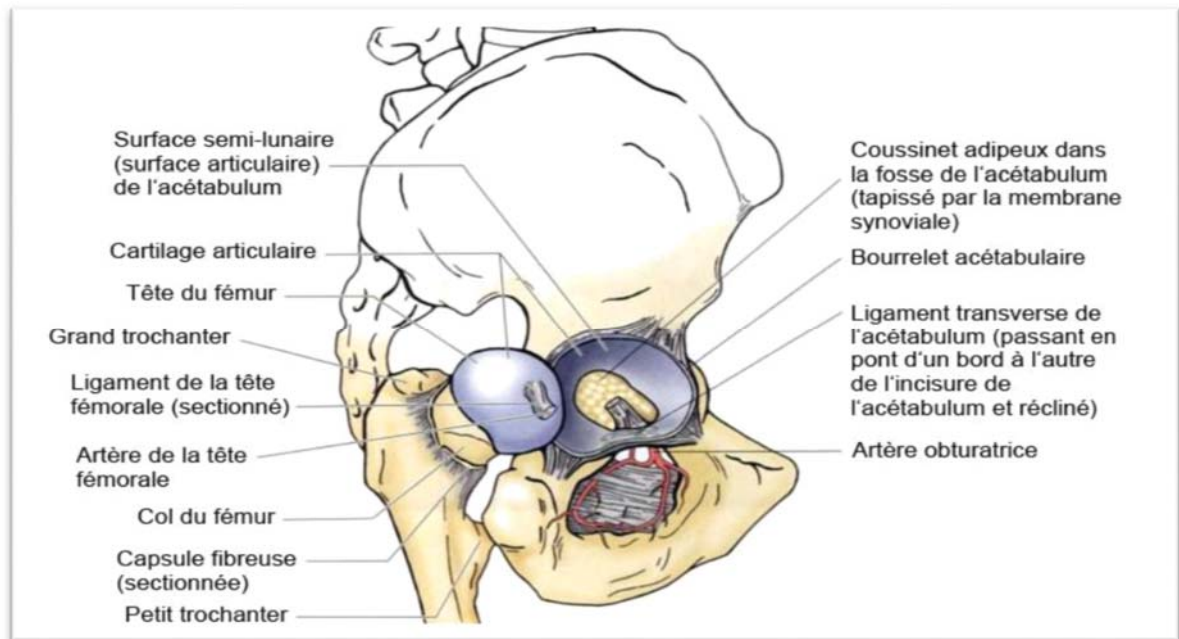


Figure 1 : Articulation coxo-fémorale de la hanche

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 articulaire, c'est là où la pression est la plus élevée [2].

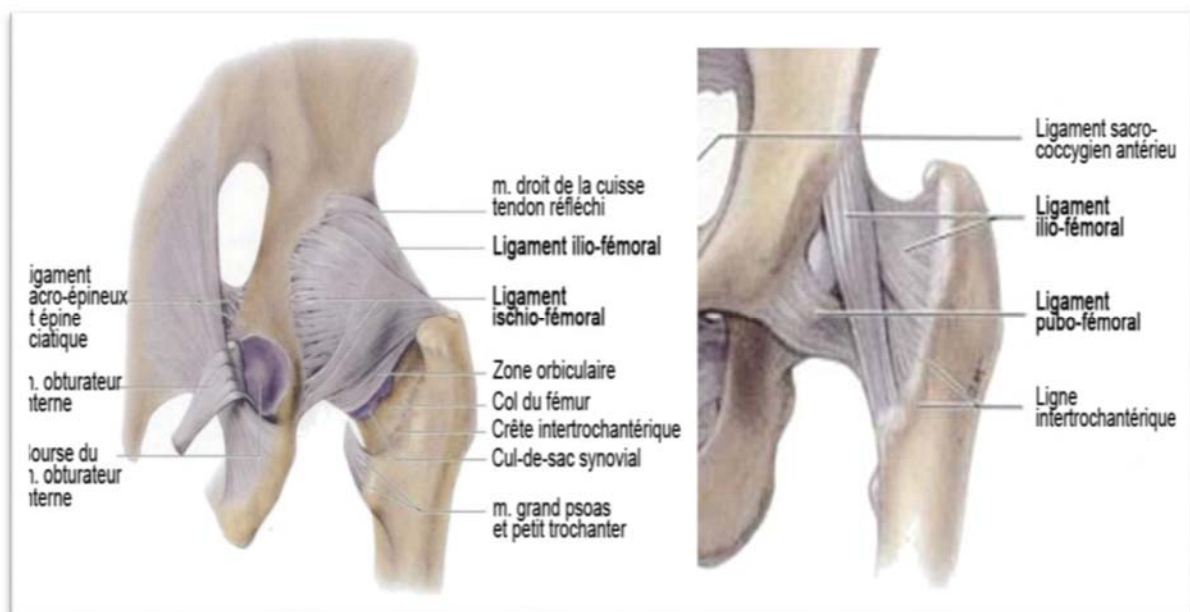


Figure 2 : Ligaments du bassin et de l'articulation coxo-fémorale, vues postérieure (à gauche) et antérieure (à droite).

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 nourrit 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 N°: 02

Prothèse de hanche et leurs problèmes

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].



Figure 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)

Figure 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 du 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 un emicro-mobilité qui entraine des douleurs à l'appui et à la mobilisation. Parfois la prothèse serecale 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.

Tableau 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

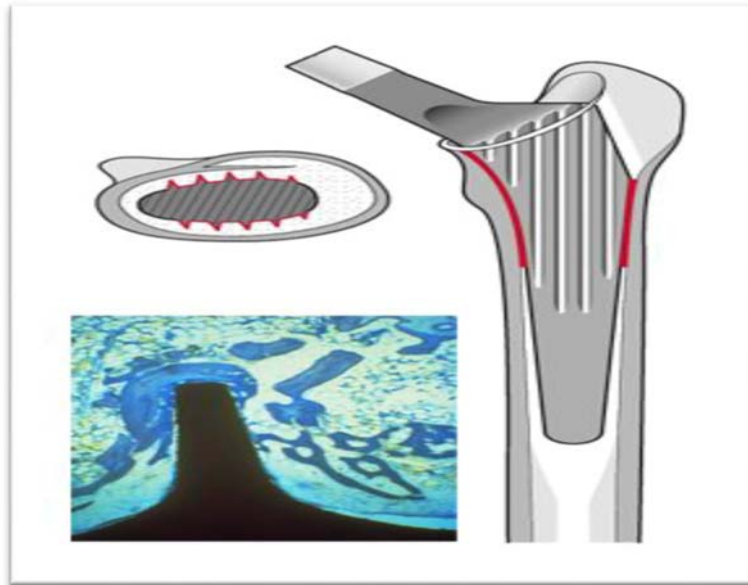


Figure 5 : Schéma montrant l'intégration osseuse optimale de la tige d'une prothèse totale de hanche non cimentée [7].



Figure6 : 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 apparaitre 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.

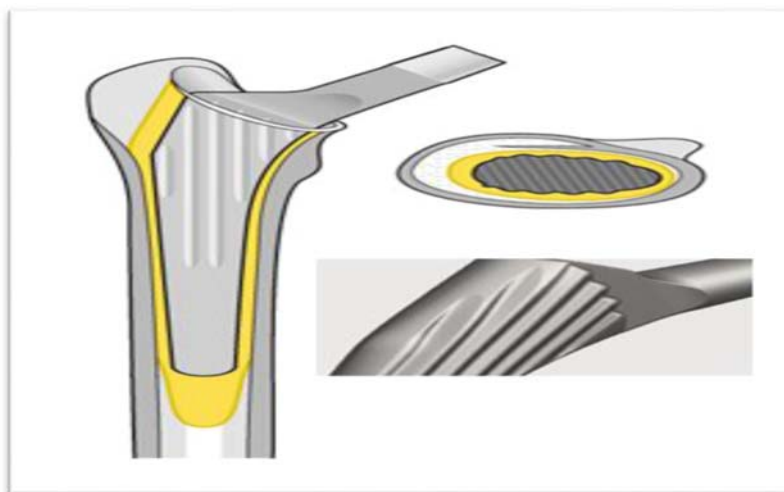


Figure 8 : La structure de la tige d'une prothèse totale de hanche cimentée [7].

Tableau 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]



Figure 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 (polyméthylméthacrylate) 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]

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

Poudre		Liquide	
Composition	Taux	Composition	Taux
Polyméthylméthacrylate	86,5	Méthylméthacrylate	84,4
Benzoyl peroxide	2,4	Buthyl méthacrylate	13.2
Barium sulphate	9,9	N.N-diméthyl-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 un 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 du 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 du 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]



Figure 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 $<$ à 32mm. 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]



Figure 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 bioinerte 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]



Figure 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 un 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 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 a 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 laqueuse 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, apprécié l'étendue de la nécrose et vérifier l'état de la hanche opposée. Le scanner est un examen utilisé quand la géométrie du 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 étude 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 périprothétique par les réactions macrophagiques 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 dans 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]

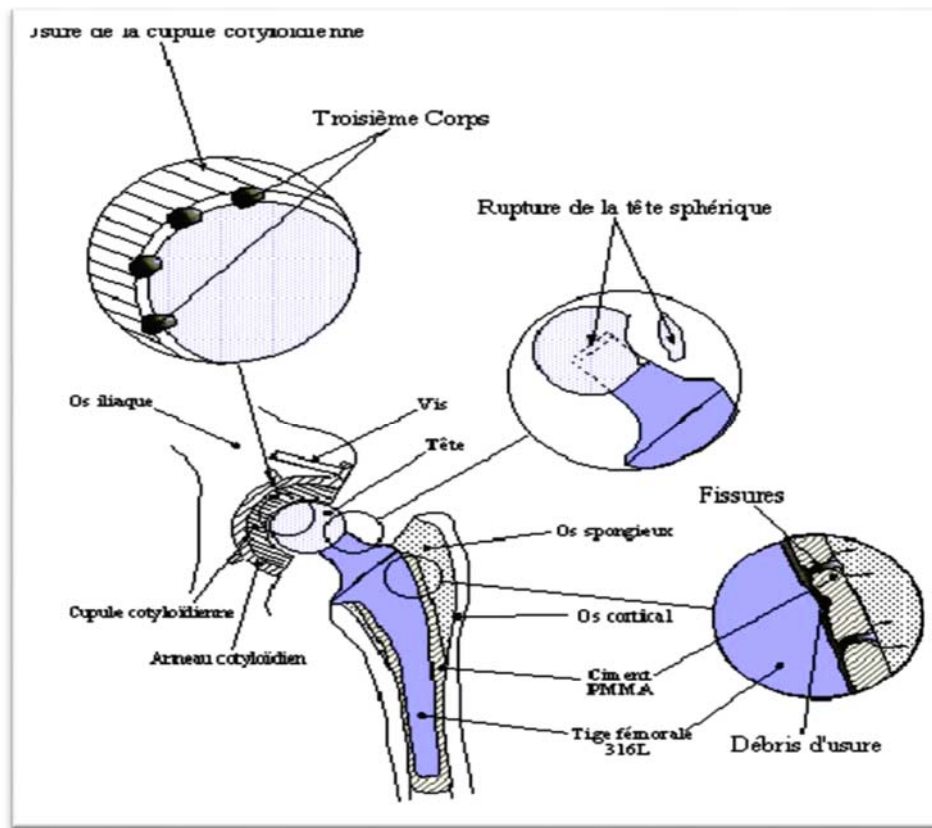


Figure 14 : Schéma d'implantation d'une prothèse de hanche scellée

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 :03

Les biomatériaux

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.

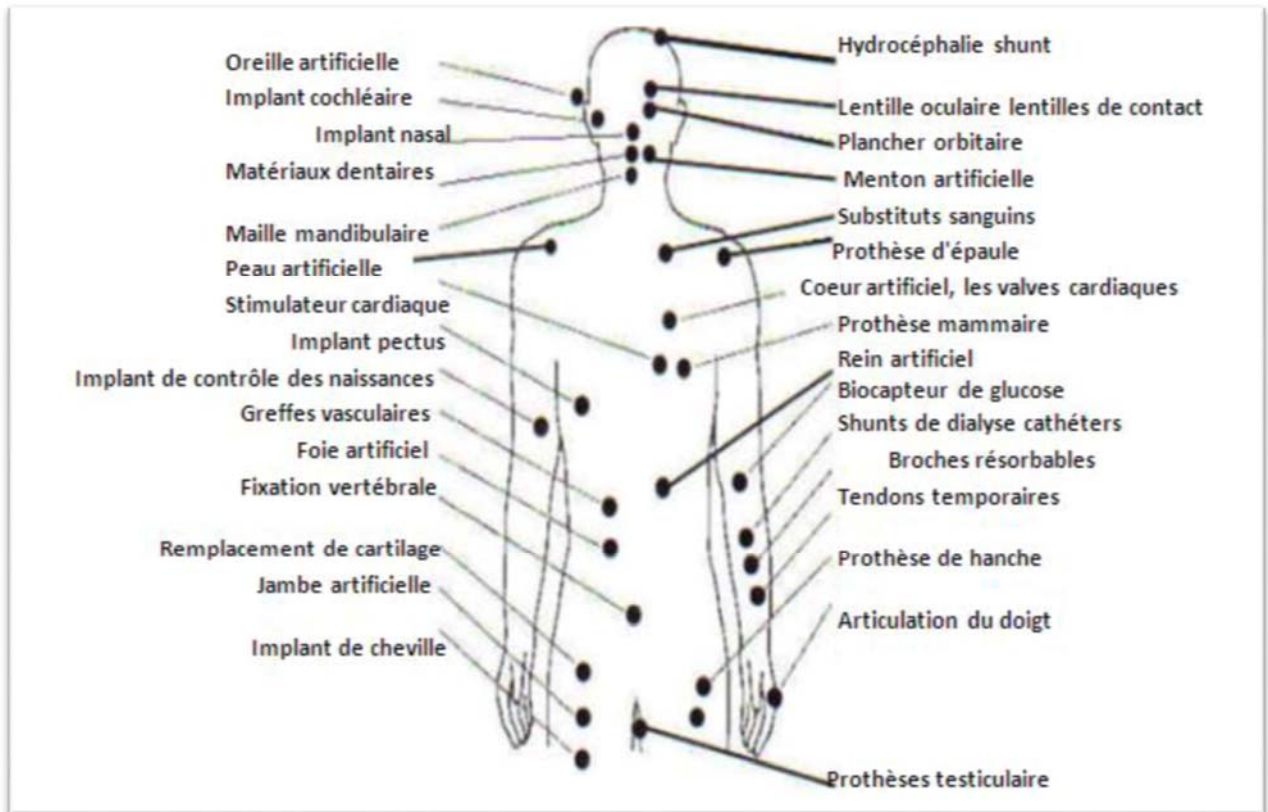


Figure 15 : Biomatériaux dans un corps humain

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].

Tableau 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.

Tableau 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'hydrox apatite, mais dont l'agencement spatial en diffère notablement puisque des cristaux d'hydrox apatite 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 mécanosynthèse (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 décroissance 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 « hyperdurs » 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 mécanosynthèse. 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].

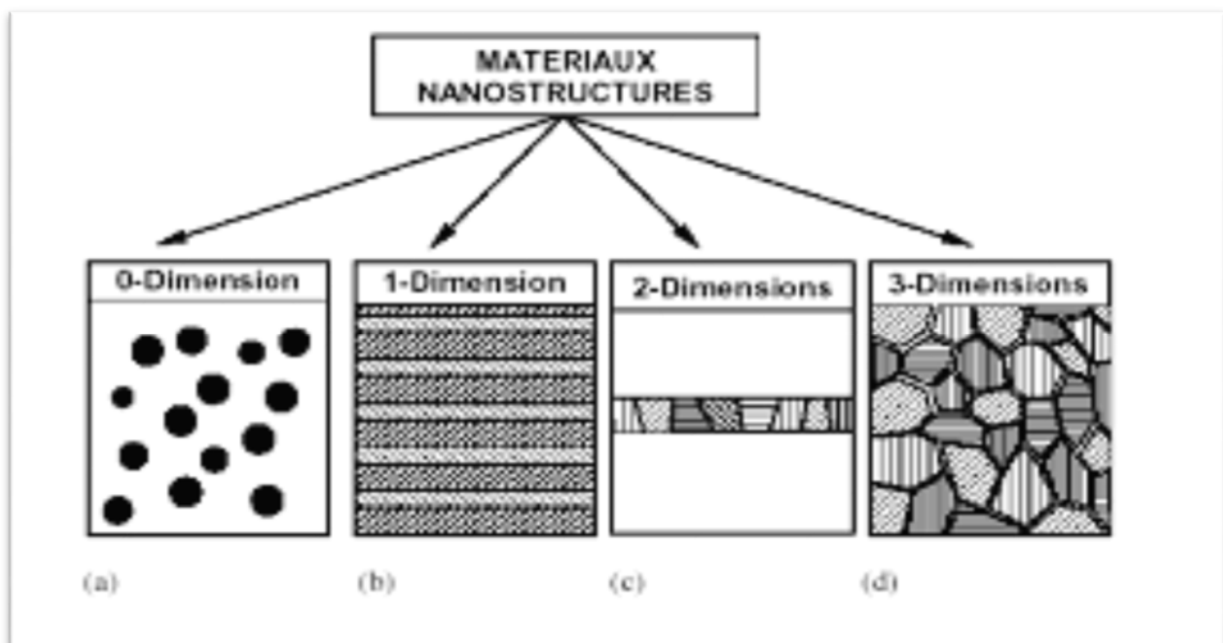


Figure 16 : les différentes classes de nanomatériaux en fonction de leur dimensionnalité [33].

I.3.6.3-Procédés d'élaboration des nanomatériaux

Tableau 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.3.6.3.1.1 Introduction

Parmi les techniques d'élaboration des matériaux nanostructures, la technique dite : mécanosynthèse 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

La 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 mécanosynthèse 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 ;

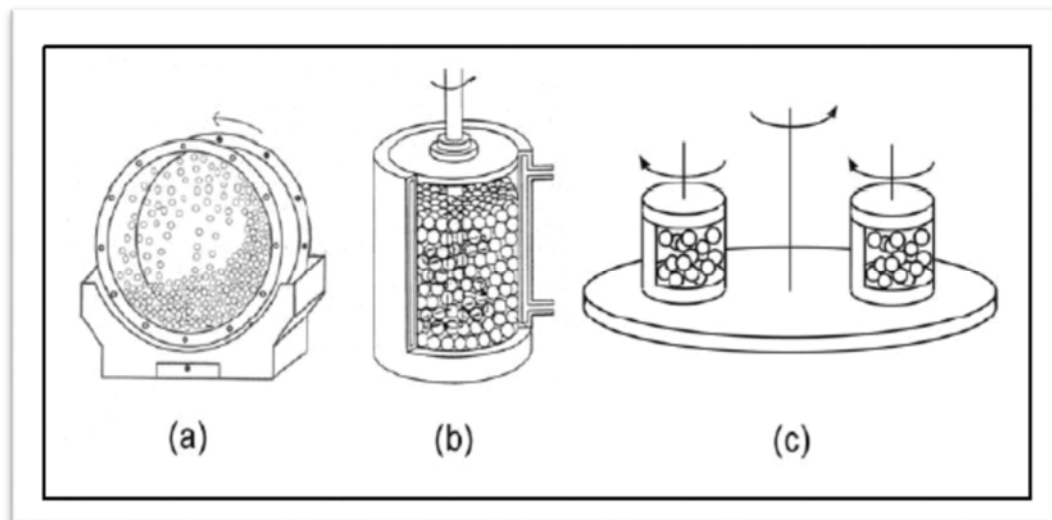


Figure 17 : Broyeur à boulets (a), broyeur attriteur (b), broyeur planétaire (c).

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.

e) 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 attriteur ; le broyeur planétaire est un broyeur de haute énergie.

- f) 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 la mécanosynthèse

- 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 mécanosynthèse, 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 in désirés ;

- 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 N°4:
Généralité sur les matériaux étudiés

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 aérospatiale. 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 y a 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].

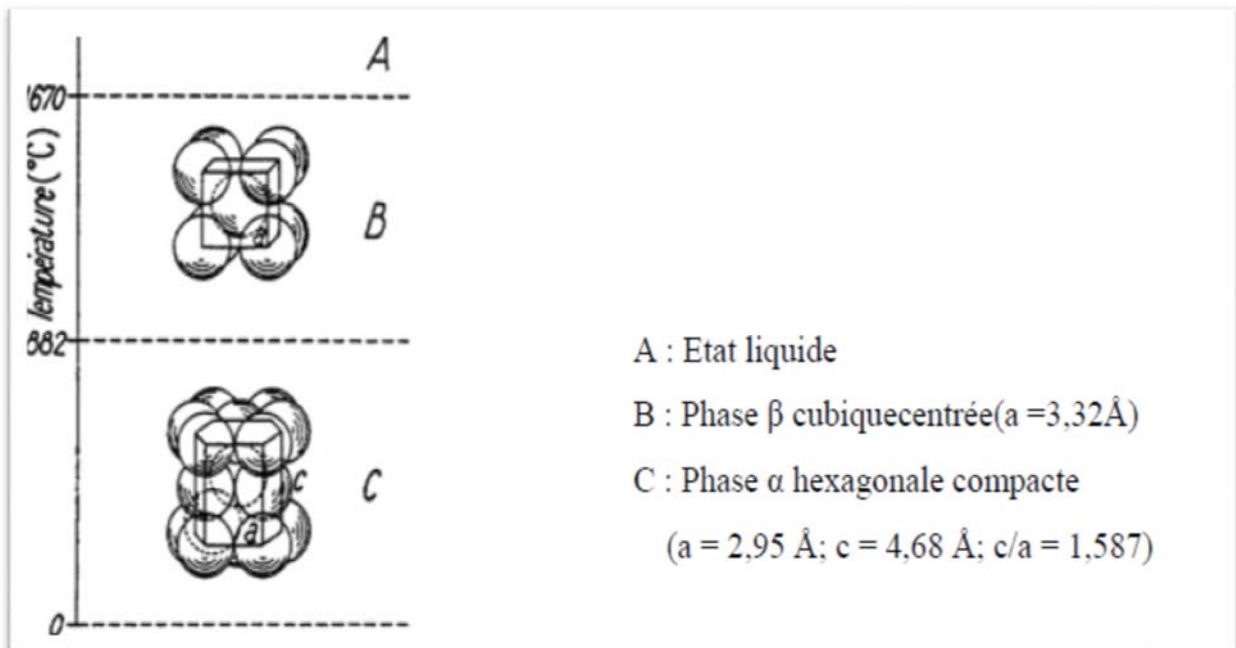


Figure 18: Cristallographie du titane pur en fonction de la température.

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 (Tableau 7).

- a) **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.
- b) **Les éléments alpha gènes** ; tendent à étendre le domaine de stabilité de la phase α et par conséquent à augmenter la température de transformation 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).
 - **Eutectoïdes** 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].

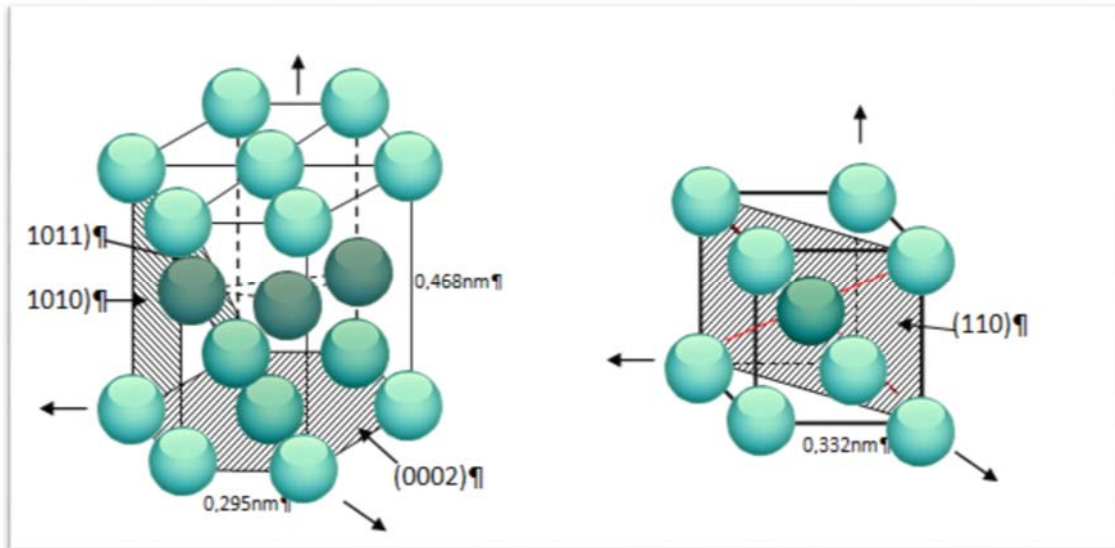
Tableau 7 : classification des éléments d'addition des alliages de titane.

Caractère		Insertion	Substitution
Alphagène		O N B C	Al
Betagène	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 ($Ti \alpha$) 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 ($Ti \beta$) 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 19 : les structures cristallines de titane

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

Tableau 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 Tβ)	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 Ωm
Coefficient de dilatation	8.5.10 ⁻⁶ m/°C
Magnétisme	Non
Résistance maximale à la Traction	350 MPa

La température du transus 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 transus 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]

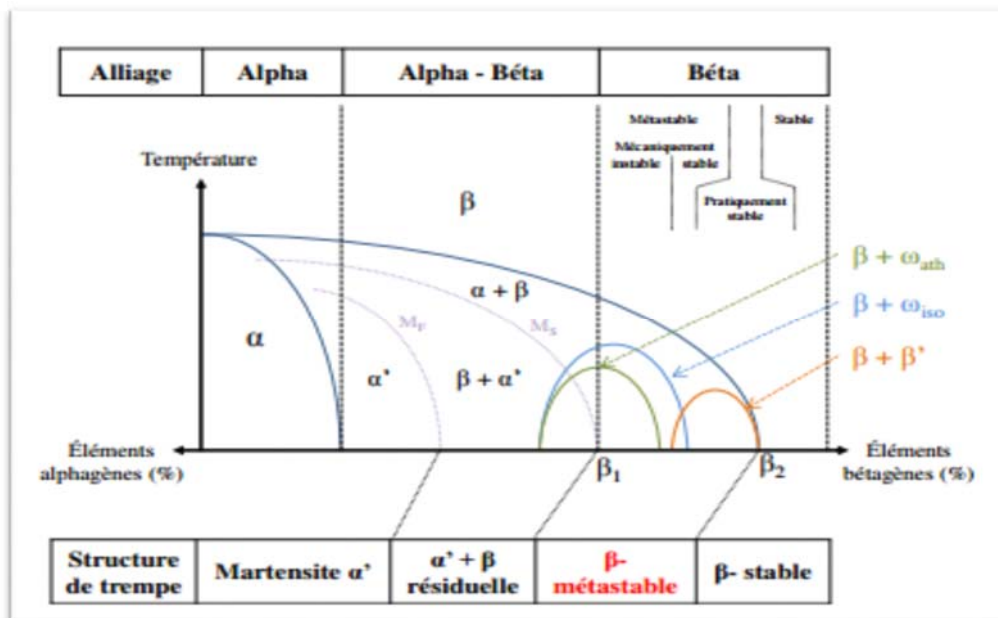


Figure 20 : diagramme pseudo-binaire, influence des éléments d'addition et phases induites [52]

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 ont peu de phase α stable et qui sont proches des alliages β . De faibles quantités d'éléments α -gènes ce type d'alliage a des bonnes propriétés mécaniques 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 β , suivie d'un refroidissement à température ambiante. Au-dessus du transus β , les grains β connaissent une croissance rapide. Lors du refroidissement, la phase α précipite préférentiellement aux joints de grains β . A partir de cette précipitation, se développent des colonies de lamelles α . Simultanément, la phase α se développe dans la matrice, formant des sous-colonies pour des vitesses de refroidissement rapides (Figure 21).



Figure 21: Exemple microstructure lamellaire [56]

I.4.5.2- Microstructure martensitique

La transformation de type martensitique, se produit après trempe dans le domaine β , donnant naissance à la phase α' . Elle se présente sous forme de très fines aiguilles qui ont précipité à partir des grains β . La composition de la phase α' est la même que celle de la phase β mais sa structure correspond à celle de la phase α 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 α/β proche α suivi d'une mise en solution. Les lamelles α déformées dans le domaine α/β se fractionnent. 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 (Figure 22) [59].

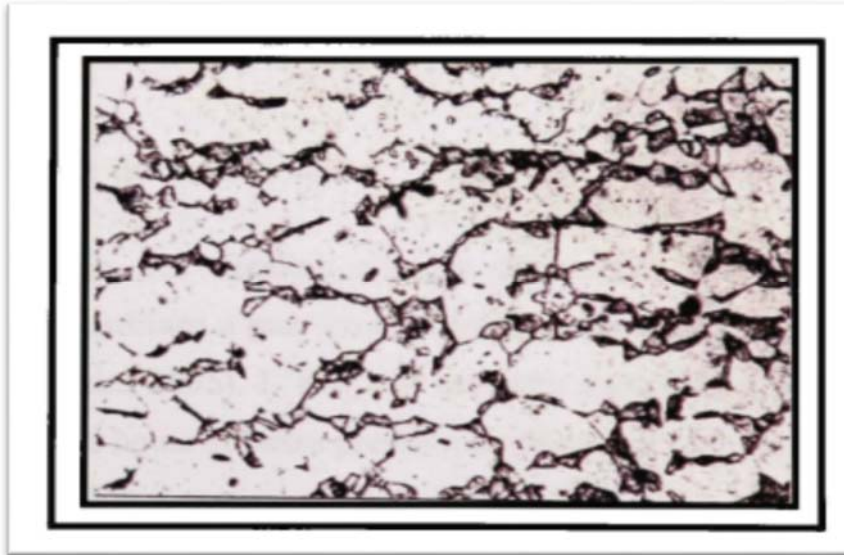


Figure 22 : Exemple de microstructure équiaxe

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].

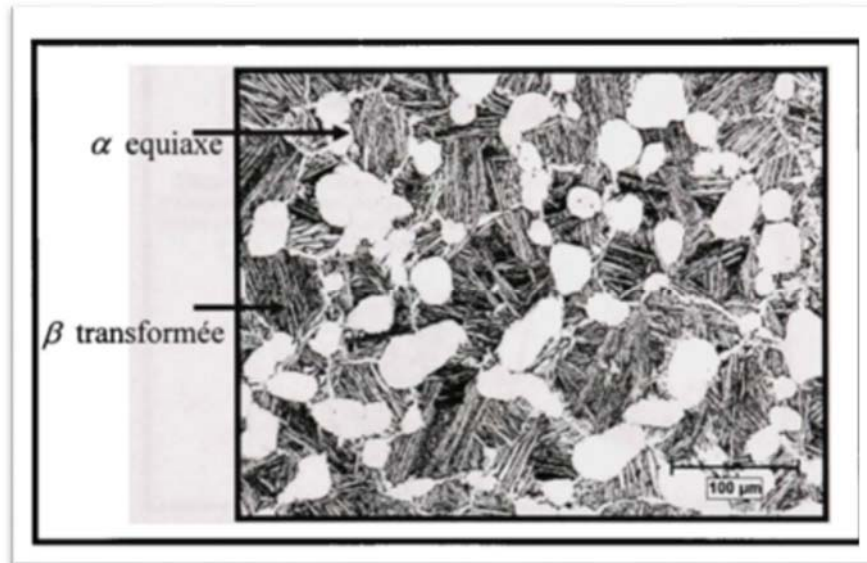


Figure 23 : Exemple de microstructure bimodale.

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 leur 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 à 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.

Référence

[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-symptomes-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).

Chapitre :02

Techniques expérimentales

Introduction

Ce chapitre traite les techniques de caractérisation utilisées pour la caractérisation des poudres broyées et les modalités de calcul de la taille de grains à partir des diffractogrammes de rayons X et MEB sont présentées.

II.1- Techniques de caractérisation

➤ Morphologie :

Selon leur morphologie, on peut trouver des nanomatériaux à 0, 1, 2 ou 3 dimensions. Si aucune des dimensions n'est supérieure à quelques 10 ou 100 nanomètres, il s'agit de nanomatériaux à 0 dimension : c'est le cas d'une poudre fine dont les grains sont quasiment sphériques. Si l'une des dimensions est supérieure au micromètre (poudre fine dont les grains monocristallins sont des bâtonnets), on a un nanomatériau à 1 dimension. Si le matériau se présente sous forme de précipités en plaquettes minces, c'est un nanomatériau à 2 dimensions. Des polycristaux massifs à grains très fins, nanométriques, sont des nanomatériaux à 3 dimensions [1].

➤ Microstructure

La microstructure des nanomatériaux est formée par les défauts de structure (joints de grains, parois de dislocations, porosité, différentes phases ...) séparés par des régions cristallines (cristallites) distordues élastiquement, c'est donc une structure hétérogène très différente de celle des solides désordonnés homogènes ou des verres.

Ces matériaux possèdent une grande densité de joints de grains environ $10^{19}/\text{cm}^3$. Cette caractéristique leur donne des propriétés particulières. Ainsi dans les nanomatériaux dopés, les atomes de dopant vont s'insérer préférentiellement dans les joints de grains où la densité atomique est très faible (ségrégation). Cette aptitude des joints de grains donne aux nanomatériaux une grande diversité de propriétés et les rend très intéressants [1].

Dans le cas des nanomatériaux, la notion classique de "microstructure" doit être remplacée par celle de "nanostructure". Ce terme recouvre les nombreux défauts de structure, tels que les défauts ponctuels, les joints de grains ou les joints d'interphases.

II.1.1- Analyse par diffraction des rayons X

a) Définition

La diffraction des rayons X (DRX) est une des techniques communément utilisées pour identifier les différentes phases présentes au sein d'un matériau ainsi que leurs paramètres de mailles. Elle peut aussi être utilisée pour accéder à des informations quantitatives comme la proportion relative de chacune des phases dans un alliage multi phase par exemple. Elle peut

également nous renseigner sur d'éventuels états de contrainte et de textures cristallographiques [2,3].

b) Principe de fonctionnement de DRX

Le diffractomètre utilisé est un Philips PW3710 en configuration de type Bragg-Brentano (montage θ - 2θ) : la source de rayons X est fixe, l'échantillon parcourt un angle θ tandis que le détecteur se déplace d'un angle 2θ (figure 23). Le rayonnement X est produit par une anode en cuivre dont les raies $K\alpha_1$ (0,15406nm) et $K\alpha_2$ sont isolées par utilisation d'un monochromateur « arrière » en graphite. Les caractéristiques d'alimentation du tube sont une tension de 30 kV et une intensité de 20 mA.

Le faisceau monochromatique de rayon X utilisé en cristallographie a une longueur d'onde de même ordre de grandeur que la distance inter-réticulaire notée d_{hkl} . La diffraction de ce faisceau n'est obtenue que si la famille de plans d'indices de Miller (h k l) est en position de diffraction définie par l'angle de Bragg (figure 23). Cette loi de Bragg est traduite par la formule suivante :

$$2d \sin\theta = \lambda n$$

Avec,

- θ l'angle d'incidence appelé angle de Bragg
- d la distance inter-réticulaire
- n l'ordre de diffraction (nombre entier)
- λ la longueur d'onde des rayons X

L'intensité diffractée par une famille de plans dépend de la valeur du facteur de structure, F (h, k,l). Ce facteur prend en compte la position et la nature des atomes dans la maille ce qui se traduit par des réflexions d'intensités différentes voire des extinctions. Le tableau 9 permet de répertorier les règles géométriques pour quelques symétries cristallines.

Tableau 9: Règles géométriques pour qu'il y ait diffraction.

Structure du cristal	Condition de réflexion
Primitif	Tous les h, k, l
Cubique centré	$(h^2 + k^2 + l^2)$ pair
Cubique à faces centrées	h, k, l tous pairs ou impairs
Hexagonal compact	$h + 2k = 3n$, l pair
	$h + 2k = 3n \pm 1$, l impair
	$h + 2k = 3n \pm 1$, l pair

Cette méthode peut être appliquée à un échantillon massif polycristallin formé de petits grains. Les grains de nos échantillons étant orientés au hasard, il existe toujours une famille de plans $\{d_{hkl}\}$ donnant lieu à diffraction.

Les diffractogrammes sont présentés sous forme d'une courbe donnant l'intensité en fonction de l'angle 2θ . La position, l'intensité et la forme des pics sont analysées et comparées avec celles de base de données (ASTM). Ces informations renseignent ainsi sur le type de structure cristalline, les paramètres de maille et la nature de la ou des phases. Les différentes phases en présence dans l'échantillon pourront être identifiées si celles-ci sont en quantité suffisante (on estime qu'une fraction volumique inférieure à 5% sera difficilement détectable en diffraction X) et si la taille des objets diffractant n'est pas trop petite.

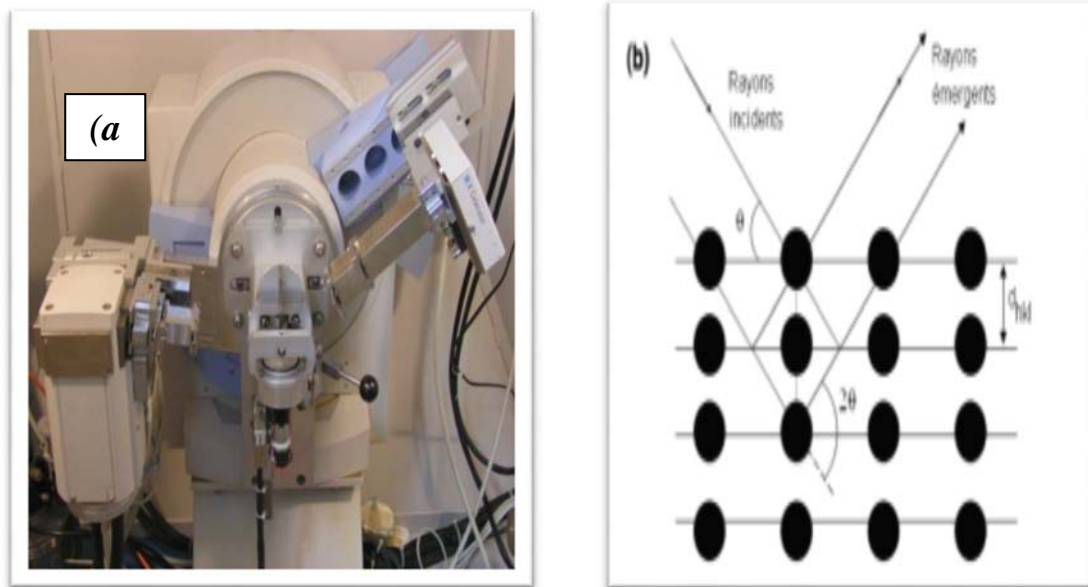


Figure 24 : (a) Diffractomètre en méthode de la poudre Philips PW3710, (b) Schéma de principe de la diffraction des rayons X

II.1.1.2- Définition de la largeur de pic

Lorsqu'un spectre monochromatique de rayons X balaye une surface diffractant, une famille de plans favorablement orientés diffracte, selon la loi de Bragg définie précédemment. L'intensité diffractée peut être représentée en fonction de la position angulaire 2θ du détecteur, par un pic de diffraction, dont la position 2θ est représentative du cristal analysé (figure 22). On définit la hauteur maximale du pic par son intensité maximale I_{\max} . Ce pic de diffraction peut être perturbé par un bruit de fond (B_f) issu de la fluorescence X émise par l'échantillon, par la diffusion incohérente ou encore par la diffusion des systèmes optiques, des supports de l'échantillon, de l'air, etc. La hauteur nette du pic d'intensité I_{net} est définie alors par la différence entre I_{\max} et B_f , pour la position 2θ correspondant à I_{\max} .

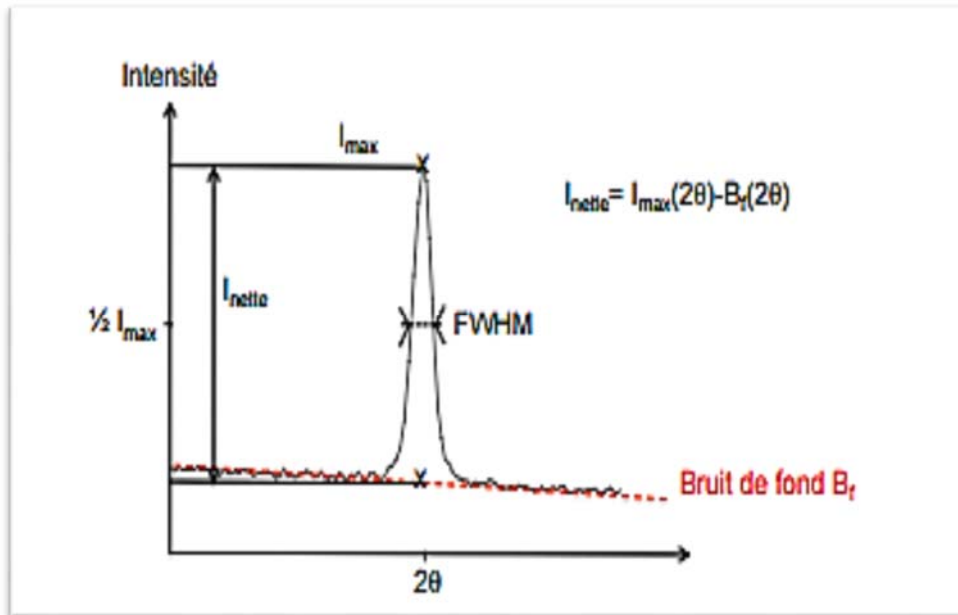


Figure 25 : Représentation de l'intensité diffractée en fonction de la position 2θ du détecteur ; grandeurs associées au pic de diffraction.

Pour quantifier la largeur du pic de diffraction, deux grandeurs sont généralement utilisées :

La largeur à mi-hauteur, définie par FWHM (Full Width Half Maximum), et la largeur intégrale (L_I). La première (FWHM) correspond à la largeur en degré du segment qui intercepte la raie à la moitié de sa hauteur nette ($1/2 I_{\max}$) (figure 25). La largeur intégrale (L_I) représente la surface sous le pic, pondérée par son intensité nette.

II.1.2- Microscopie électronique à balayage (MEB)

a) Définition

La microscopie électronique à balayage est une technique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en utilisant le principe des interactions électrons-matière.

b) Principe de fonctionnement du MEB

Le principe du microscope électronique à balayage est de faire correspondre le déplacement d'un faisceau d'électrons focalisé sur un échantillon de façon synchrone avec le déplacement d'un faisceau d'électrons sur un écran cathodique.

Lorsque le faisceau d'électrons d'énergie E_0 pénètre dans un échantillon solide, il subit un certain nombre d'interactions, élastiques et inélastiques. Les interactions élastiques, principalement avec le noyau, induisent en outre des variations plus ou moins brutales de la direction des électrons incidents (« diffusion »). La résultante de ces interactions induit pour

chaque électron une « trajectoire électronique », de longueur finie et de forme aléatoire. Les interactions inélastiques provoquent une perte progressive de son énergie, pour une grande part par transfert aux électrons des orbitales atomiques, provoquant excitation et ionisation des atomes présents, et pour une moindre part par perte radiative lors de l'interaction avec le noyau (rayonnement de freinage appelé souvent Bremsstrahlung).

Parmi la vaste gamme de signaux, on peut distinguer [4-7] :

- les électrons secondaires qui sont issus de l'interaction inélastique des électrons primaires avec les électrons orbitaux (en particulier les électrons de valence). Les électrons secondaires possèdent en moyenne une énergie de l'ordre de quelques électrons-volts
- les électrons rétrodiffusent qui proviennent du faisceau primaire et qui ont une énergie comprise entre 0 et E_0 , la plupart n'ayant subi qu'un nombre limité de chocs élastiques ou quasi élastiques
- les électrons Auger, absorbés, transmis,
- les photons : X, visible, UV, IR...
- les paires électrons-trous (semi-conducteurs)

La brillance du spot à l'écran est proportionnelle au courant provenant d'un capteur spécifique de l'un quelconque des signaux résultant de l'interaction du faisceau primaire avec le matériau : électrons secondaires, rétrodiffusés, photons.... A priori n'importe quel signal engendré par l'interaction peut-être utilisé pour former une image, dans les limites imposées par 3 conditions :

1. Signal assez intense pour sortir du bruit (détecteur approprié...),
2. Signal produit ou enregistré dans un temps assez court (par rapport à la vitesse de balayage)

3. Signal traduisant une caractéristique utilisable et identifiable du point bombarde

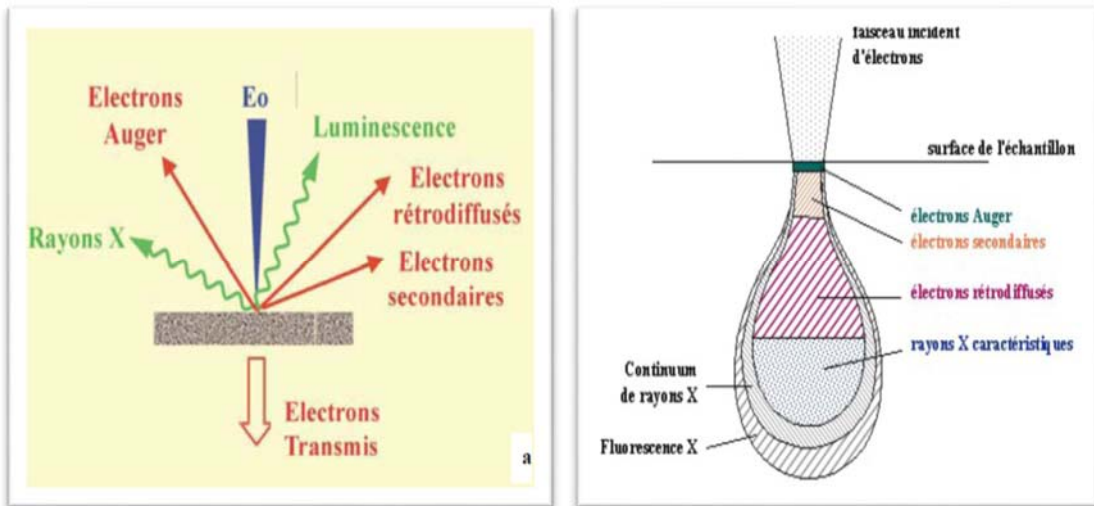


Figure 26: (a) Schéma des produits des interactions entre le faisceau d'électrons et la matière, (b) du volume concerné par chacune de ces interactions

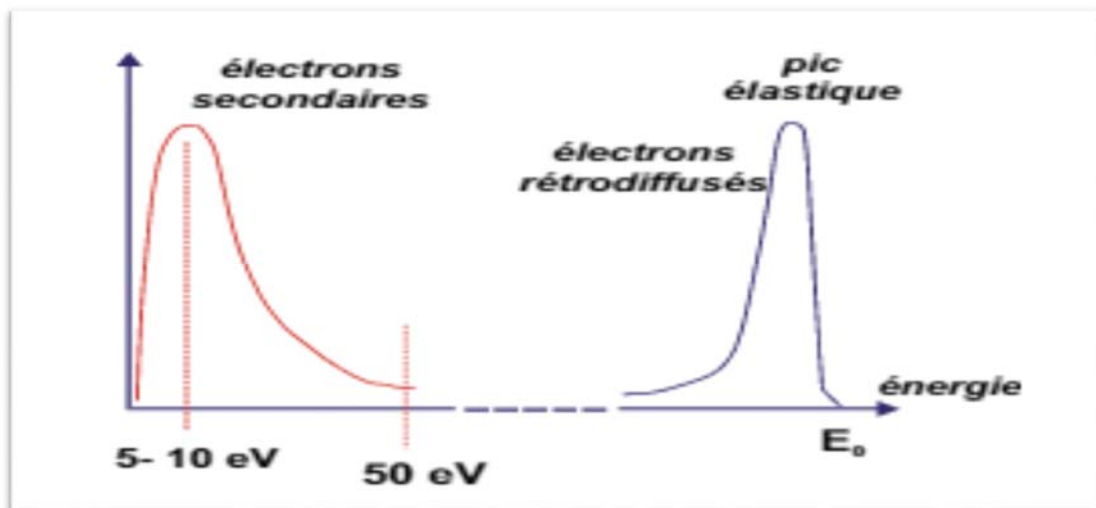


Figure 27: Spectre énergétique de l'émission électronique.

Comme le montre (la figure 27), le grandissement obtenu dans un MEB est donné par le rapport de la longueur L de la ligne de balayage horizontale de l'écran (L étant une grandeur fixe) à la longueur l de la ligne horizontale balayée par le faisceau d'électrons primaire sur l'échantillon (l étant variable).

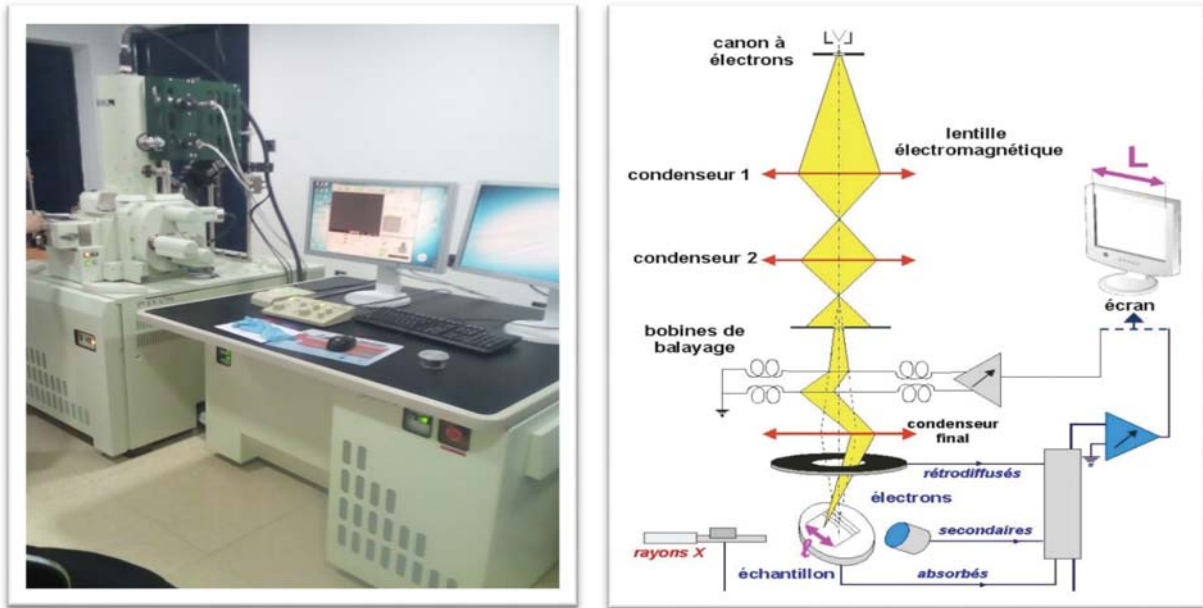


Figure 28 : Coupe d'une colonne Jeol 35CF (document CMTC) et schéma de principe du microscope électronique à balayage.

Comme le schématise la (figure 28), un microscope électronique à balayage est constitué Principalement par :

- une colonne maintenue sous un vide secondaire.
- une source d'électrons appelée canon et d'un dispositif de haute tension, accélérateur désélections
- un ensemble de lentilles électromagnétiques appelés condenseurs destine à former un pinceau fin et intense.
- une lentille électromagnétique finale appelée « objectif » qui permet de focaliser le faisceau sur la surface a examiné.
- un diaphragme objectif.
- un dispositif de flexion pilote par un générateur de balayage.
- un platine porte-objet mobile.
- des détecteurs
- !un système de visualisation d'image couple de manière synchrone au même générateur de balayage.



Figure 29: Microscope électronique à balayage (MEB)

II.1.3-Etude des caractéristiques classiques

II.1.3.1-Teste d'délasticité

II.1.3.1.1-Description de l'essai de traction (euro-norme 10002)

a) La machine

Un extensomètre mesure l'allongement de l'éprouvette et un dynamomètre mesure l'effort. Le résultat est visualisé sur un écran ou une table traçante via un système d'acquisition de données [8].



Figure 30 : La machine de traction

b) Principe de l'essai

Cet « essai destructif », pratiqué à température ambiante 20°C, consiste à imposer une déformation croissante à vitesse constante et à mesurer l'effort nécessaire pour imposer cette déformation.

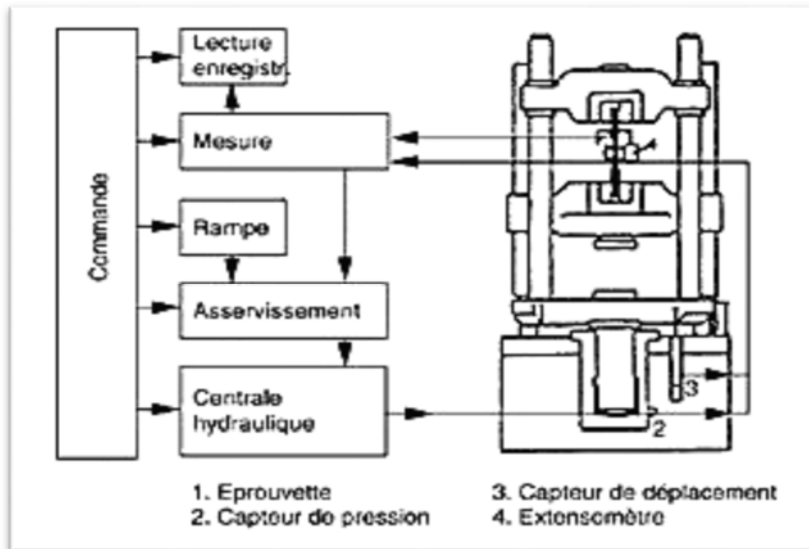


Figure 31 : le principe de l'essai

La vitesse de l'essai est limitée et dépend du matériau :

- Acier $V_{MAX} \leq 0,15.L_0$ (mm/mn) ou $\leq 30N/mm^2/sec$
- Aluminium $V_{MAX} \leq 0,009.L_0$ (mm/mn) ou $\leq 10N/mm^2/sec$
- Cuivre $V_{MAX} \leq 0,006.L_0$ (mm/mn) ou $\leq 10N/mm^2/sec$

II.1.3.1.2-Exploitations de l'essai

a) Interprétation qualitative

Sur un diagramme effort-déformation, on observe les phases successives suivantes :

Zone OA : domaine des déformations élastiques ou réversibles (zone parfois linéaire) si l'on cesse la charge, l'éprouvette retrouve ses dimensions initiales

Zone AB : la déformation n'est plus complètement réversible. La déformation est plastique (ou permanente) homogène ; appelée aussi déformation plastique répartie. Les allongements croissent plus vite que les charges. L'allongement a lieu avec une diminution régulière de la section tout au long de l'éprouvette.

Zone BC: la déformation plastique se localise dans une petite portion de l'éprouvette et n'est plus homogène, c'est la striction on aboutit à la rupture en C. les allongements croissent avec une diminution de la charge.

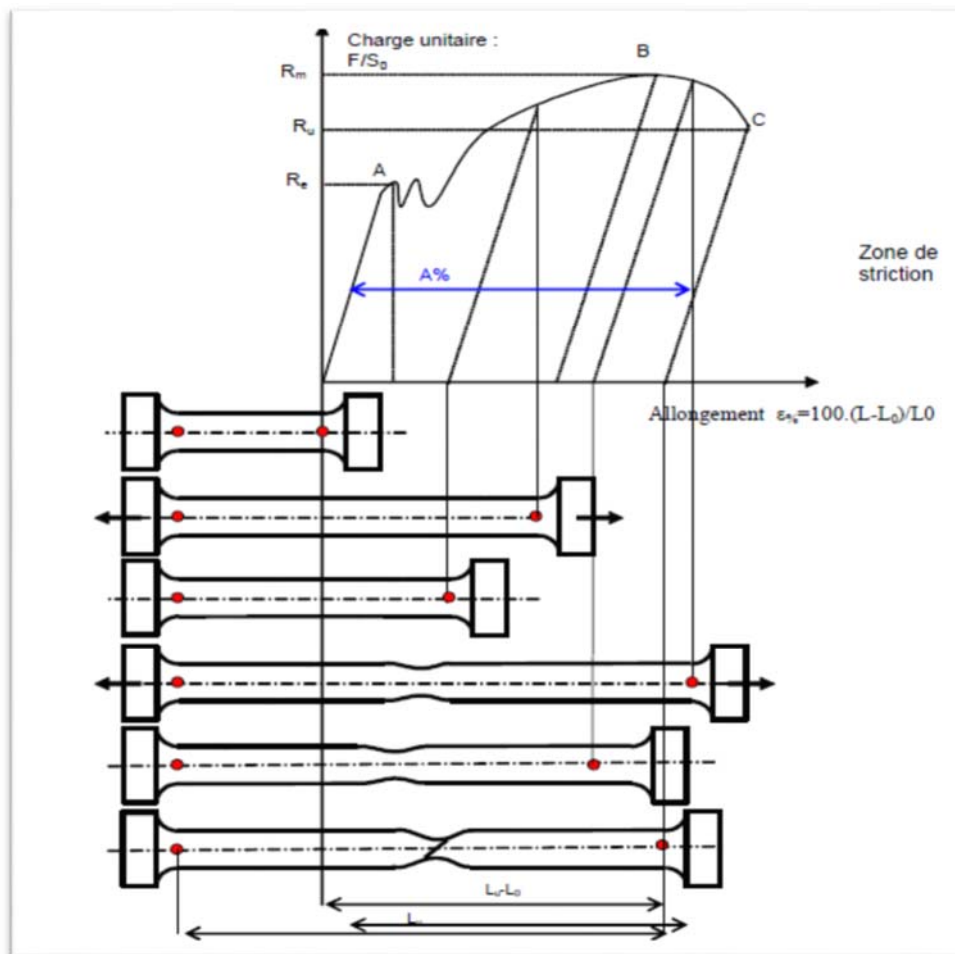


Figure 32 : diagramme de déformation

b) Définitions

Sur le diagramme charge-allongement, qui peut être enregistré ou tracé par points, on utilise les coordonnées suivantes :

- En abscisse, l'allongement relatif $\Delta L/L_0$ de l'éprouvette ou plutôt d'une certaine base de mesure L_0 (L_0 est la longueur initiale de l'éprouvette) :

$$\varepsilon \% = 100 \cdot L - L_0 / L_0$$

- En ordonnée : la charge unitaire, définie à tout instant de l'essai, c'est le quotient de la charge par la section initiale de l'éprouvette S_0 :

$$\sigma = F / S_0$$

Le point A est la limite d'élasticité (ou résistance élastique à la traction) :

$$R_e = F / S_0$$

Le point B correspond à la charge maximale, il est appelé résistance à la traction ou résistance à la rupture (bien qu'il n'y ait pas encore rupture) :

$$R_m = F_r / S_0$$

C'est la charge maximale atteinte durant l'essai de traction. A partir de ce point, la déformation commence à se localiser sous forme de striction, ce qui explique la décroissance de l'effort nécessaire aux déformations au delà du point B.

Un processus de mise en forme qui conduirait à franchir ce point se traduirait par des risques difficiles à contrôler de rupture ou de non-conformité géométrique. Le point C correspondant, lui, à la charge ultime.

Après rupture de l'éprouvette et reconstitution de celle-ci, on mesure L_U et S_U respectivement longueur entre repères et section minimale ultimes.

L'allongement relatif total ou A pour cent de l'éprouvette est l'allongement de rupture :

$$A\% = 100 \cdot \frac{L_u - L_0}{L_0}$$

Le point B correspond à la charge maximale ; il est appelé résistance à la traction où L_u est la longueur de l'éprouvette après rupture. Il caractérise la ductilité du matériau.

Cet allongement est la somme de l'allongement réparti A_r jusqu'au maximum de la charge et de l'allongement localisé de striction A_z :

$$A = A_r + A_z$$

La striction est la réduction de section maximale de l'éprouvette rompue c'est-à-dire dans la section de rupture. Le coefficient de striction traduit l'aptitude à la déformation à froid.

$$Z\% = 100 \cdot \frac{S_0 - S_u}{S_0}$$

Avec S_0 : section initiale et S_u : section après rupture.

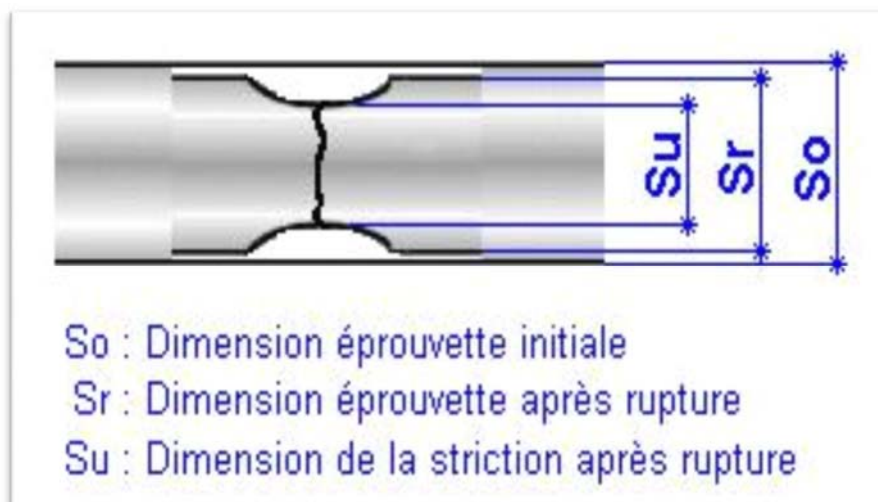


Figure 33 : les dimensions d'éprouvette avant et après la rupture

Cette déformation est également la somme de la déformation homogène répartie et de la déformation de striction proprement dite.

II.1.3.1.3-Constantes d'élasticité**a) Définitions**

Dans la première portion de la courbe, il y a proportionnalité entre charge unitaire et déformation, au moins en première approximation : c'est la « loi de Hooke ».

La caractéristique d'élasticité est la pente de cette droite qui est le module d'élasticité E (Coefficient d'élasticité longitudinal ou module d'Young) ; il exprime le rapport entre la charge unitaire appliquée et la déformation longitudinale de l'éprouvette.

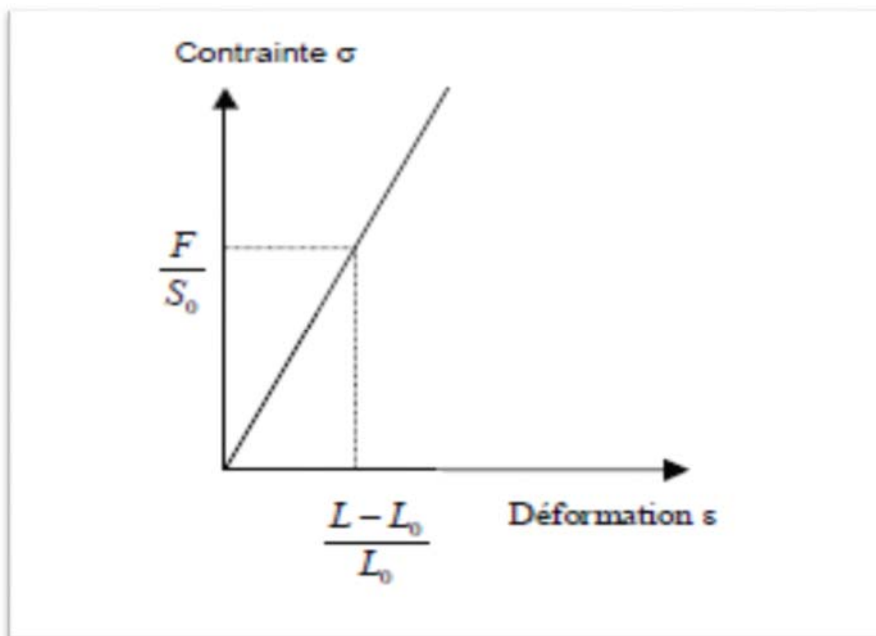


Figure 34 : courbe de module d'Young

Bien que l'essai de traction permette difficilement de les mesurer, il est intéressant de

rappeler les définitions des constantes élastiques et leurs relations.

Lorsqu'on trace la courbe de σ en fonction de ε dans la zone élastique, la pente de la courbe est donnée par $\tan \theta$.

$$E = F \cdot L_0 / S_0 \cdot \Delta L$$

Remarque

L'essai de traction n'est pas assez précis en général pour la mesure du module d'élasticité, car même si l'on amplifie suffisamment, et les techniques électroniques le permettent, de petites déformations parasites diminuent la valeur de la pente en plus des écarts à la loi de proportionnalité. Ces écarts sont attribués à des microdéformations plastiques pour les aciers doux et à des contraintes résiduelles pour certains aciers traités qui conduisent à une plastification progressive de l'éprouvette.

ν : le coefficient de Poisson,

G : le module d'élasticité transversal ou de cisaillement.

Le coefficient de Poisson exprime le rapport entre la déformation longitudinale de l'éprouvette et la déformation transversale. Pour les Aciers on a environ ($\nu = 0,3$).

Le module de cisaillement G exprime le rapport entre le couple et la déformation par cisaillement, par exemple dans un essai de torsion.

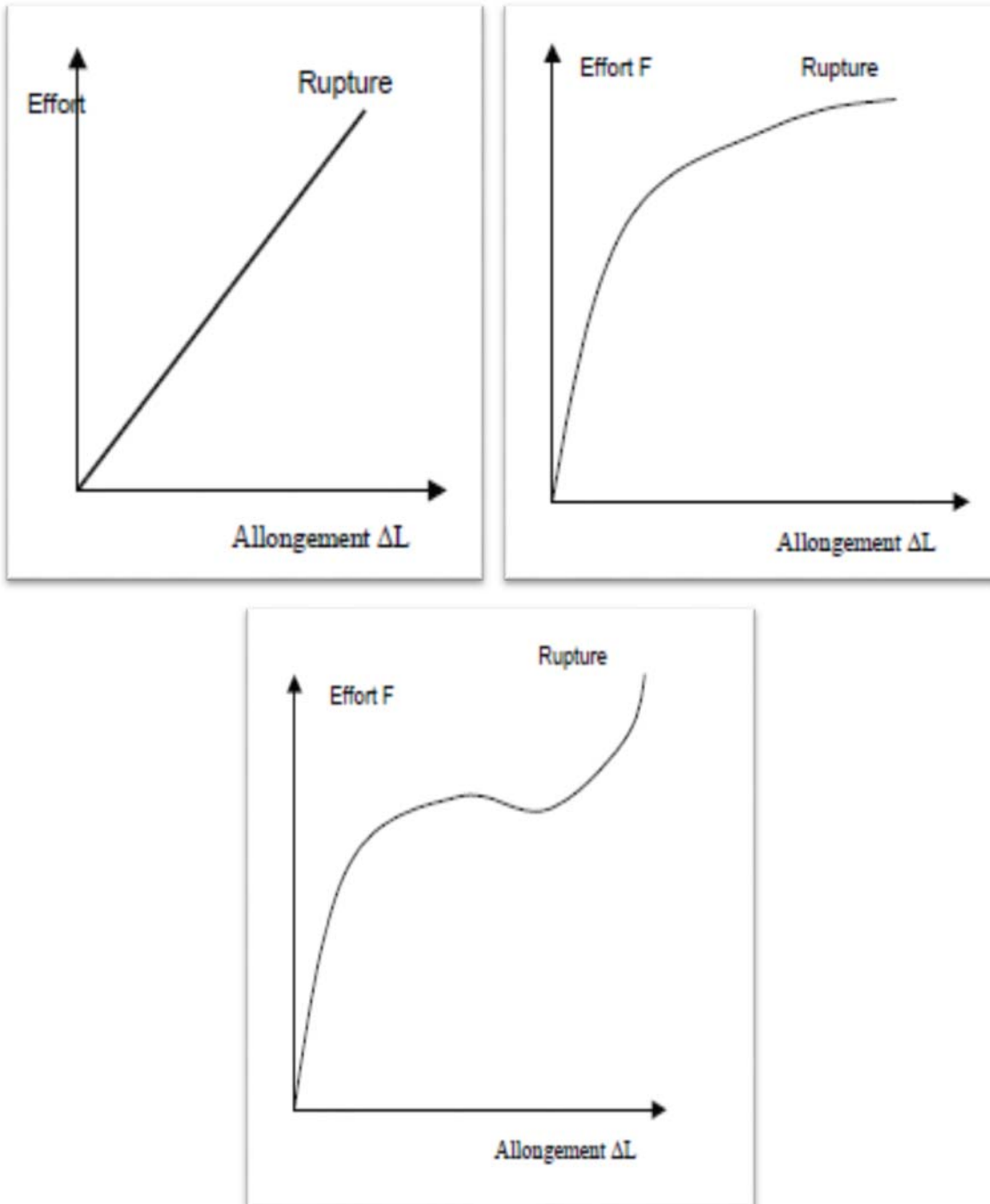
Ces trois grandeurs sont liées par la relation suivante :

$$G = E / 2(1 + \nu)$$

b) Limite d'élasticité

Cas général

Le diagramme de l'essai de traction peut présenter différentes formes de cour



Figures 35 : a, b et c

Figure 35-a : La rupture intervient très rapidement à l'issue de la période élastique. La période plastique est inexistante. C'est le cas de tous les matériaux fragiles tels que le verre, les céramiques, les bétons, les pierres à bâtir, les polymères thermodurcissables, la fonte grise et les aciers bruts de trempe (avant revenu).

Figure 35-b : Le passage de la période élastique à la période plastique est progressif. La striction est pratiquement inexistante en fin d'essai. C'est le cas des aciers peu ductiles (aciers

alliés et à fort pourcentage de carbone).

Figure 10c : Les périodes élastique et plastique sont très distinctes. La striction est importante. C'est le cas des aciers ductiles (aciers doux et à faible pourcentage de carbone).

L'élasticité n'est pas linéaire et le comportement sous contrainte dépend du temps. C'est le cas des élastomères et de certaines matières plastiques.

Cas des aciers

Pour les aciers, on est conduit à distinguer 2 types principaux de courbes de traction suivant la présence ou non d'un crochet à la limite d'élasticité.

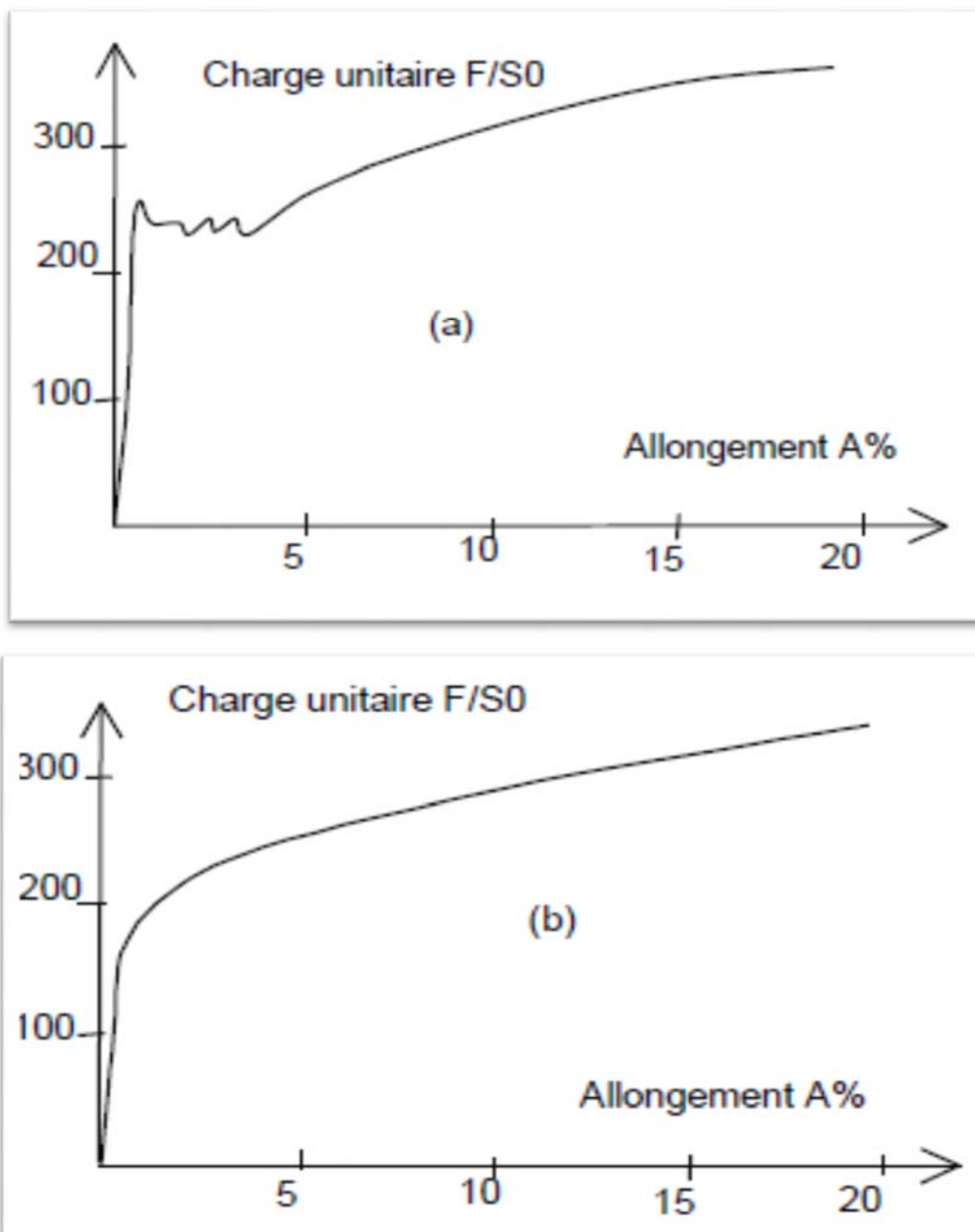


Figure 36 : courbes (a) et (b) de traction des aciers

c) Limites conventionnelles

Comme la montre la figure ci-dessus, il y a passage progressif de l'élasticité linéaire à la déformation plastique. La limite d'élasticité pourrait être prise égale à la limite de proportionnalité, mais au fur et à mesure que l'on amplifie l'enregistrement de l'allongement pour mieux voir cette limite, on met en évidence le manque de linéarité de la montée élastique pour des raisons d'imperfections d'éprouvette et de non obéissance rigoureuse à la loi de HOOKE.

Il est donc préférable de définir des limites conventionnelles où l'on apprécie un allongement permanent faible mais mesurable avec précision, comme 0,2 % par exemple.

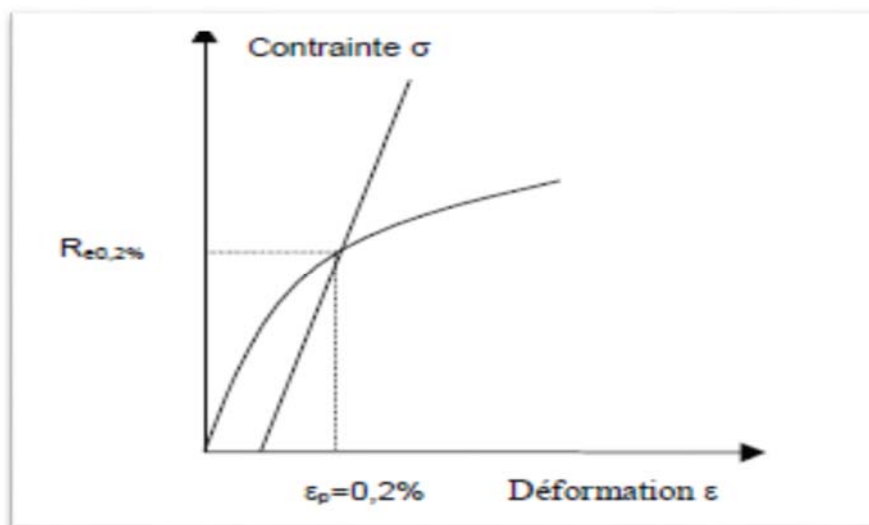


Figure 37 : La limite élastique

La limite élastique, notée $Re_{0,2\%}$ correspond au point où le comportement cesse d'être élastique pour devenir plastique. Pour certains matériaux, le passage d'une zone à l'autre pouvant être progressif, il est nécessaire de définir un critère permettant de fixer tout de même une valeur de Re . Ainsi on choisit souvent $Re_{0,2\%}$ qui correspond après décharge à un allongement plastique (ou rémanent) de 0,2%. On définit des limites conventionnelles à 0,2% - 0,1% - 0,02% ou 0,01% l'emploi le plus répandu de $R_{0,2}$ ($R_p 0,2\%$) est lié aux méthodes de mesure, puisque autrefois on soumettait l'éprouvette à des charges croissantes avec démontage et mesure de l'allongement rémanent ; il fallait donc que l'on puisse apprécier l'allongement rémanent avec une certaine précision dépendant des moyens métrologiques.

L'apparition des extensomètres mécaniques, puis des extensomètres électroniques à amplification forte, a amené à considérer de plus en plus l'allongement mesuré sur diagramme au détriment de l'allongement rémanent.

La limite conventionnelle s'obtient alors en traçant par la valeur d'allongement choisie une parallèle à la montée élastique ; la précision obtenue permet le cas échéant de prendre des valeurs plus petites que 0,2 %. Cette dernière est la plus fréquemment employée car elle est utilisable avec tous les types d'extensomètres. On admet généralement que la limite d'élasticité proportionnelle est voisine de $R_p 0,01 \%$ mais ce n'est qu'une approximation.

Tableau 10 : les valeurs de module d'Young de quelque métal [9].

Le métal	valeurs usuelles de E
Tungstène	420 000 MPa
Aciers	200 000 à 220 000 MPa
Aciers inox	198 000MPa
Fontes graphite sphéroïdal	160 000 à 190 000MPa
Cuivre	126 000 MPa
Fontes graphite lamellaire	120 000 MPa
Laitons	105 000 MPa
Alliages d'aluminium	70 000 à 75 000 MPa
Plomb	17 000 MPa

CONCLUSION

Dans ce chapitre, nous avons présenté les produits chimiques utilisés, le protocole de préparation des échantillons, ainsi que les méthodes expérimentales de caractérisation : MEB-DRX.

Chapitre :03

Résultat et discussion

III.1-Elaboration

III.1.1-Objectif de travail

Notre objectif dans ce travail est d'élaborer une série des biomatériaux à base de titane. Il s'agit de Ti-6Al-xFe (x=0,1,2 et 4% poids) (type implant) par broyage d'une part. D'autre part c'est la caractérisation structurale et microstructurale de celui-ci en comparaison avec un implant classique Ti6Al4V.

III.1.2- Elaboration par broyage

Les matériaux utilisés pour cette étude incluent les alliages Ti – 6Al – 4V et Ti – 6Al – xFe (x = 0, 1, 2 et 4% en poids). Tous les matériaux ont été préparés à partir de matières premières de titane (pur à 99,6%), aluminium (pur à 99,9%) et fer (pur à 99,9%) en utilisant un broyeur planétaire de type Fritsch. (Voir Tableau 11)

Dans une jarre en acier inoxydable de 80 ml, on introduit les réactifs, fer, aluminium et titane en poudre, ainsi que les billes en acier inoxydable, sous atmosphère inerte d'une boîte à gant à circulation d'argon purifié. La jarre est alors scellée par un couvercle muni d'un joint circulaire d'étanchéité en téflon. Ce joint permet de maintenir l'étanchéité de la jarre pendant le broyage et évite le contact entre l'atmosphère extérieure et la poudre lors du traitement mécanique. La jarre est ensuite placée sur le plateau d'un broyeur du type planétaire (**FRITSH PULVERISITTE 7...**). Les broyages ont été réalisés à température ambiante. Les conditions de broyage utilisées sont les suivantes :

- (Un rapport masse des billes/ masse des poudres de 10).
- La vitesse de broyage de broyage est de 300 tr/minutes à 18heures.

Le broyage des échantillons de poudres brutes de Ti-Al-Fe s'est effectué par des cycles de 20min de broyage et 10 min de pause. En fait, cette pause permet de prévenir les inconvénients dus à l'augmentation de la température au cours du broyage. Nous avons effectué quatre séries de broyage : Dans un premier temps, chaque échantillon a subit 27 cycle de broyage ce qui nous fait un temps de broyage total de 18h. Pour chaque broyage, les jarres ne sont ouvertes qu'après une période de refroidissement de 30 à 60 minutes. Il faut éviter le contact brutal avec l'oxygène des poudres fines pour ne pas les voir s'enflammer ou s'oxyder très rapidement, pour cette raison on ferme et on ouvre notre jarre dans une enceinte sous atmosphère contrôlé d'argon. Afin d'éliminer la concentration de contrainte, un traitement de recuit a été effectué à 1150C° pendant 1 h, suivi d'un refroidissement à l'air.

Afin de caractériser les quatre échantillons de poudres obtenus après le broyage, nous avons recouru à la diffraction des rayons X et à la microscopie électronique à balayage (MEB).

Tableau 11 : Les compositions chimiques (%en poids) d'alliages Ti-6Al-xFe.

Alliage	Composition		
	Al	Fe	Ti
Ti-6Al	0.293	/	reste
Ti-6Al-1Fe	0.274	0.04	reste
Ti-6Al-2Fe	0.294	0.106	reste
Ti-6Al-4Fe	0.299	0.207	reste

III.1.3- Caractérisation microstructurale

Pour l'étude microstructurale de la surface, un polissage mécaniquement a été effectué en utilisant un procédé métallographique standard, et ensuite gravée dans une solution d'eau, d'acide nitrique et d'acide fluorhydrique (5: 3: 1 en volume). L'identification de la phase et la mesure du paramètre de réseau ont été réalisées par analyse par diffraction des rayons X (XRD) fonctionnant à 30 kV et à 30 mA. L'analyse par diffraction des rayons X en utilisant le rayonnement Cu K α a été effectuée sur une plage de balayage comprise entre 30 et 90 ° C et à une vitesse de balayage de 5 ° / min, et les phases ont été identifiées en comparant chaque pic caractéristique aux fichiers JCPDS. La caractérisation microstructurale des alliages gravés a été examinée à l'aide d'un microscope optique (OM) et d'un microscope électronique à balayage avec détecteur à rayons X à dispersion d'énergie.

III.1.4-Test d'élasticité

Des essais d'élasticité ont été menés sur des éprouvettes cylindriques (longueur de jauge de 25 mm, section transversale de 5 mm de diamètre), et une machine d'essai Instron avec un extensomètre statique approprié a été utilisée sous une vitesse de déformation de 10^{-3} s^{-1} (essai de traction, GB / T 22315-2008 et GB / T 228.1-2010, Chine). Afin de confirmer la validité du résultat du test d'élasticité, le test d'élasticité de chaque alliage a été répété deux fois, et le module de Young, le rapport résistance / module et l'allongement ont donc été obtenus à partir de la moyenne de deux résultats de test en conventionnalité.

III.2- Résultats et discussions

III.2.1- Caractérisation microstructurale

Il a été trouvé que les quatre alliages sont constitués de phases α (structure hcp) et β (structure bcc) par diffraction des rayons X, comme illustré à la Fig.38. La composition en phases des alliages Ti-6Al-xFe est sensible à la teneur en Fe. Le tableau 12 présente la phase et la structure cristalline des alliages Ti-6Al-xFe. L'alliage Ti-6Al est principalement composé de phase α . On peut également voir d'après la figure 1 que la phase β avec la structure cristalline bcc apparaît lorsque 1% en poids de Fe est ajouté. On observe beaucoup plus de phase β avec une addition supplémentaire de Fe.. En outre, les paramètres de réseau de la phase α ont été mesurés par DRX pour les alliages Ti-6Al-xFe, comme indiqué dans le tableau 12. Les paramètres de réseau changent avec l'ajout de teneur en Fe, a augmente de 2,9275 nm et c diminue de 4,6781 nm avec une augmentation de 1% de Fe. Il est attribué au rayon atomique plus petit de Fe (1,27 Å) par rapport à Ti (1,47 Å) et Al (1,43 Å). Les microstructures typiques des alliages Ti-6Al-xFe sous SEM sont illustrées dans Figure 39.

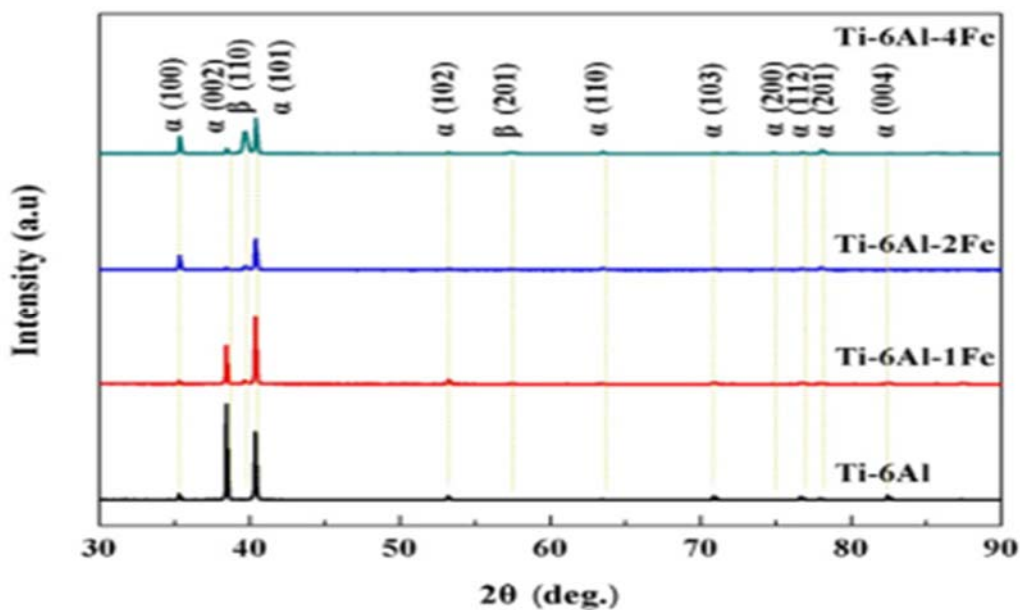


Figure38 : Diagrammes XRD pour les alliages Ti-6Al-xFe

Tableau 12 : Phase, Structure cristalline et paramètre de réseau (a et c) de la phase α dans les alliages Ti-6Al-xFe.

Alliage	Phase	Structure cristalline	a	c
Ti-6Al	α	Hexagonal	2.9275	4.6781
Ti-6Al-1Fe	α/β	Hexagonal/bcc	2.9303	4.6779
Ti-6Al-2Fe	α/β	Hexagonal/bcc	2.9307	4.6769
Ti-6Al-4Fe	α/β	Hexagonal/bcc	2.9315	4.6763

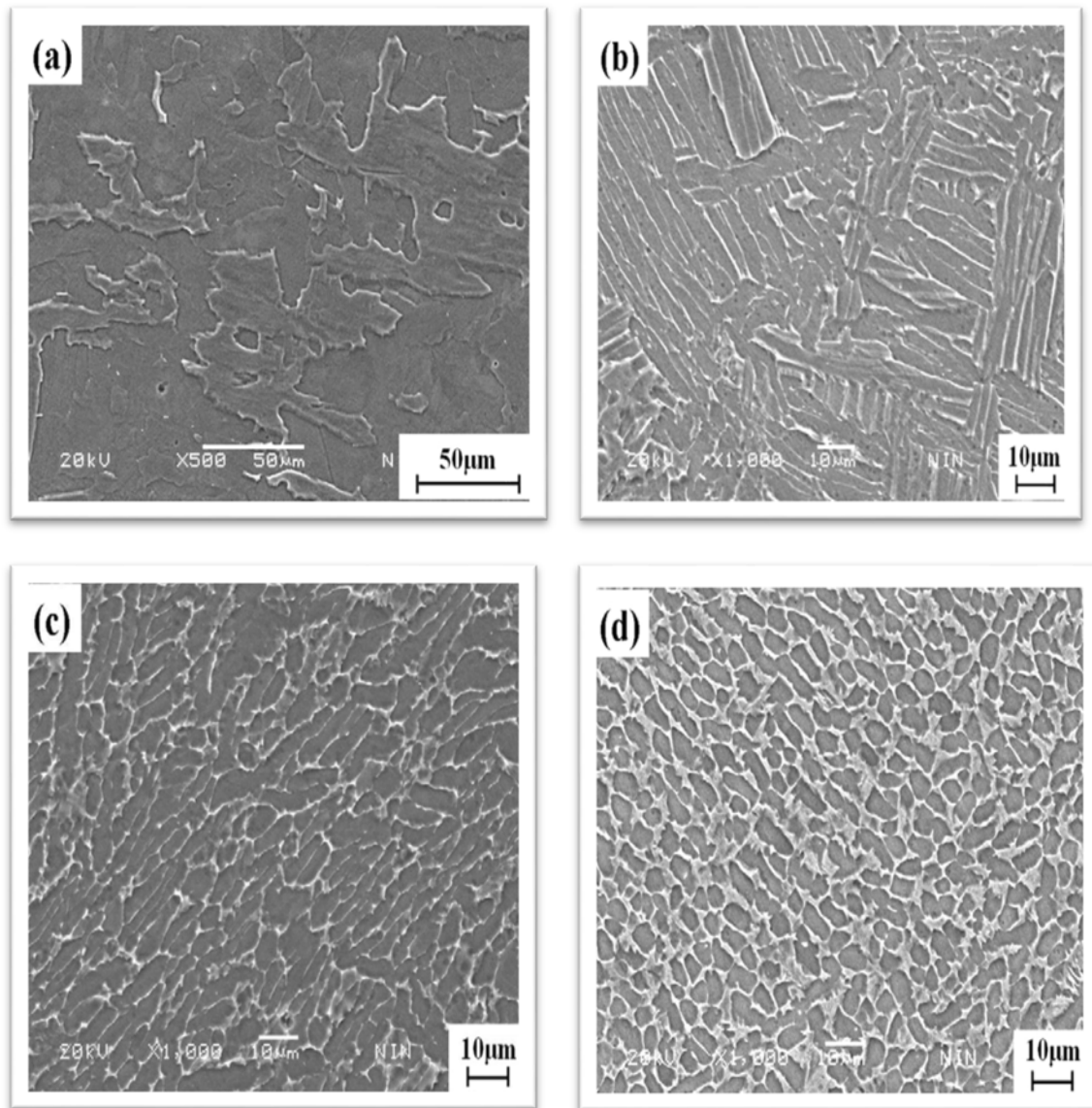


Figure 39 : Micrographies MEB d'alliages Ti – 6Al (a), Ti – 6Al – 1Fe (b), Ti – 6Al – 2Fe (c) et Ti – 6Al – 4Fe (d).

Comme le montre la Fig. 39, les micrographies de ces alliages concordent avec des résultats de XRD. L'alliage Ti-6Al est composé d'une phase α hexagonale ayant la forme d'une plume. Les structures à lattes grossières à phase α hexagonale et de petites quantités de phase β métastable se répartissant à l'interface de la phase α sont détectées lorsque 1% en poids de Fe est ajouté. La croissance de la phase α est largement supprimée et plus de phase β avec une structure bcc est retenue lorsque la teneur en Fe augmente. Les alliages Ti – 6Al – 2Fe et Ti – 6Al – 4Fe sont dominés par la phase α allongée et équiaxe et la phase β retenue, mais la taille de la particule de la phase α dans l'alliage Ti-6Al-4Fe est beaucoup plus petite que celui en alliage

Ti-6Al-2Fe. La microscopie optique typique de l'alliage Ti-6Al-4V est illustrée à la Fig.40. Comme un alliage de contraste, on peut voir à partir de la figure 40 (b) que l'alliage Ti-6Al-4V présente une microstructure typique ($\alpha + \beta$). Cette microstructure est dominée par la phase α primaire équiaxe et la structure de transformation β lamellaire, et par la phase α primaire équiaxe uniformément répartie dans la limite de la structure de transformation β aciculaire [4,3].

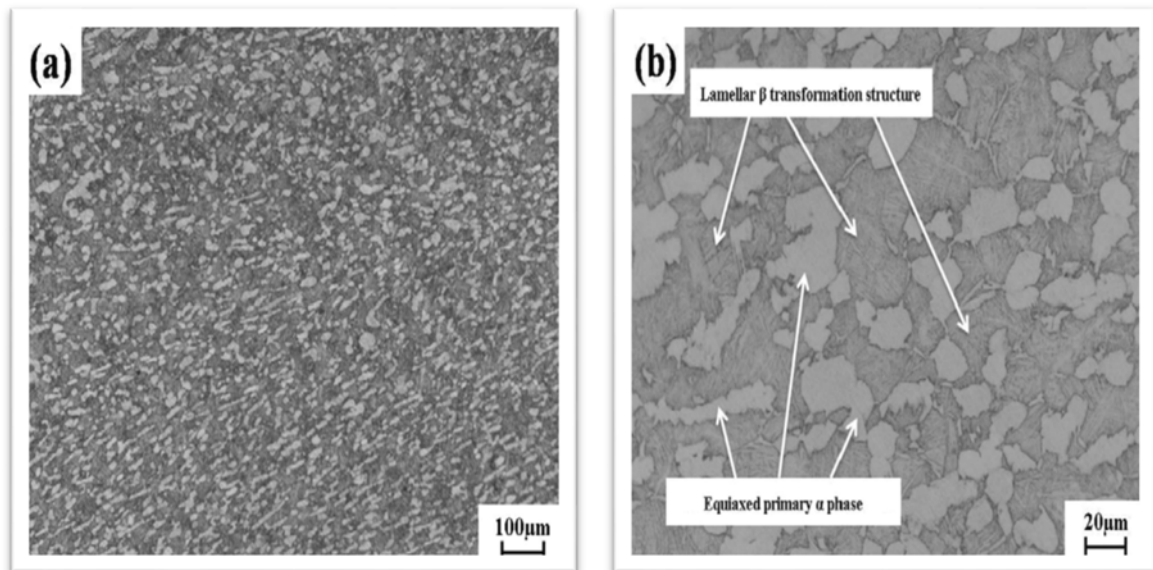


Figure 40 : Micrographes optiques d'alliage Ti – 6Al – 4V: (a) faible grossissement et (b) répartition uniforme de la phase α primaire équiaxe dans la limite de la structure de transformation β lamellaire.

III.2.2-Propriétés d'élasticité

Le module de Young des séries d'alliages Ti-6Al- xFe est présenté dans la Fig. 41 (ci-dessous).

Les alliages Ti-6Al et Ti-6Al-1Fe ont un module de Young nettement supérieur (130 et 125 GPa, respectivement) à ceux du c.p. Ti (105 GPa) et l'alliage Ti-6Al-4V (110 GPa), mais le module de Young des alliages Ti-6Al-2Fe et Ti-6Al-4Fe (110 et 112 GPa, respectivement) est similaire à celui du c.p. Ti et l'alliage Ti-6Al-4V. Ce résultat peut être associé au raffinement de la phase α . Dans la présente étude, la phase α se trouve dans la série des alliages Ti-6Al_xFe, qui est sphéroïdisée avec l'augmentation de la teneur en Fe [5, 6,7]. Il est bien connu que la phase α dans l'alliage de titane est plus fragile que la phase β et possède un module d'élasticité élevé.

L'alliage avec un module de Young plus élevé est important pour minimiser la déformation élastique des prothèses dentaires. En revanche, des résultats de module de Young faibles sont également nécessaires pour éviter l'effet de «protection contre le stress» lors de la non-concordance de rigidité entre le matériau d'implant et l'os environnant.

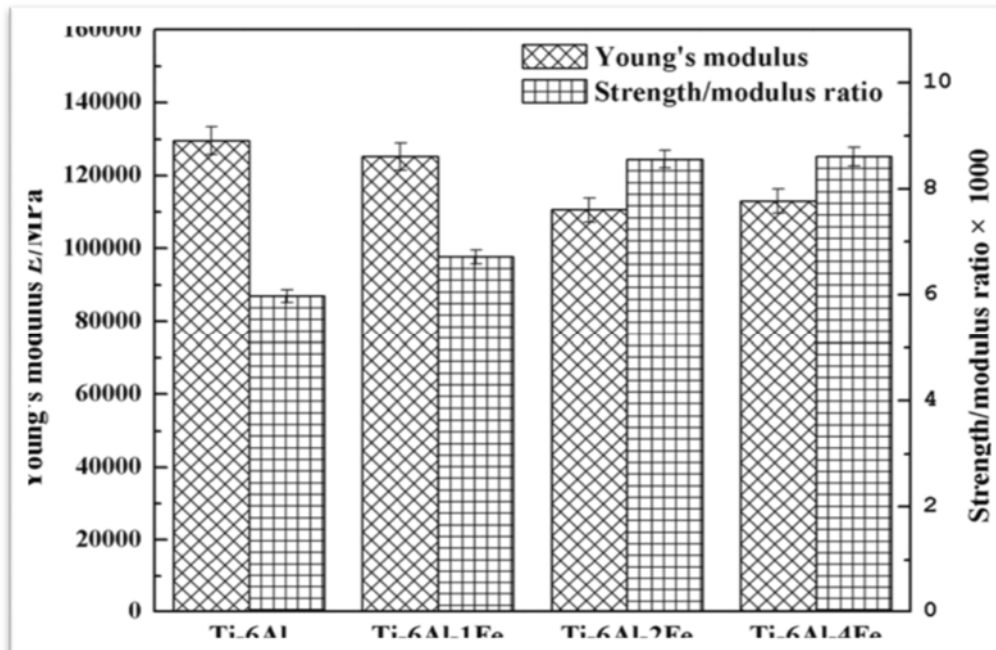


Figure. 41: module de Young et le rapport force / module des alliages Ti-6Al-xFe

Références

- [1] D.J. Lin, J.H.C. Lin, C.P. Ju, Structure and properties of Ti–7.5Mo–xFe alloys, *Biomaterials* 23 1723–1730,(2002).
- [2] X.H. Min, S. Emura, T. Nishimura, K. Tsuchiya, K. Tsuzaki, Microstructure, tensile deformation mode and crevice corrosion resistance in Ti–10Mo–xFe alloys, *Mater. Sci. Eng. A* 527, 5499–5506,(2010).
- [3] W.F.Ho, C.H. Pan, S.C.Wu,H.C.Hsu,Mechanicalproperties anddeformationbehaviorof Ti–5Cr–xFe alloys, *J. Alloys Compd.* 472 ,546–550, (2009).
- [4] W.F. Ho, C.H. Cheng, C.H. Pan, S.C. Wu, H.C. Hsu, Structure, mechanical properties and grindability of dental Ti–10Zr–X alloys, *Mater. Sci. Eng. C* 29 , 36–43, (2009).
- [5] C. Leyens, M. Peters, *Titanium and Titanium Alloys*, Wiley-VCH, Weinheim, Germany, (2003).
- [6] Y.L. Zhou, D.M. Luo, Corrosion behavior of Ti–Mo alloys cold-rolled and heat treated, *J. Alloys Compd.* 509 ,6267–6272, (2011).
- [7] P.J.S. Buenconsejo, H.Y. Kim, S.C.Miyazaki, Effect of ternary alloying elements on the shape memory behavior of Ti–Ta alloys, *Acta Mater.* 57 ,2509–2515, (2009).

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans la présente étude, les caractéristiques microstructurales, et les propriétés d'élasticité d'alliages Ti-6Al-xFe additionnés de Fe ont été étudiés et les principales conclusions suivantes peuvent être tirées :

- La composition en phase des alliages Ti-6Al-xFe est sensible à la teneur en Fe. L'alliage Ti-6Al présente une phase α hexagonale en forme de plume ; l'alliage Ti-6Al-1Fe présente une structure de type latte grossière avec une phase α hexagonale et une faible quantité de phase β ; les alliages Ti-6Al-2Fe et Ti-6Al-4Fe sont dominés par la phase α allongée et équiaxe et par la rétention de la phase β . Avec les alliages Ti-6Al-xFe additionnés de Fe, on obtient une fraction volumique minimale et un faible rapport longueur-largeur de la phase α en raison de l'augmentation plus importante de l'élément stabilisant β du soluté.
- Le module de Young des alliages Ti – 6Al – xFe diminue avec l'augmentation de la teneur en Fe, ce résultat peut être associé au raffinement de la phase α , et les alliages Ti-6Al-2Fe et Ti-6Al-4Fe (110 et 110) sont similaires à la c.p. Ti (105 GPa) et les alliages Ti-6Al-4V (110 GPa). Le rapport résistance/module et la limite d'élasticité des alliages Ti-6Al-xFe augmentent avec l'ajout de Fe. Ti-6Al-4Fe présente des rapports de résistance/module plus élevés, allant jusqu'à 8,6, et est similaire à c.p. Ti (8,5). La résistance de l'alliage Ti-6Al-4Fe est environ 1,8 fois supérieure que celle de c.p. Ti, mais les propriétés plastiques conservent un niveau supérieur. L'augmentation de la résistance est principalement due à l'effet de renforcement de la solution solide pour des teneurs en Fe plus élevées et à la résistance au raffinement de la phase α .
- L'ajout de Fe dans les alliages Ti-6Al-xFe peut être utilisé comme des moyens alternatifs pour améliorer les propriétés excellentes de combinaison, et les alliages Ti-6Al-xFe offrent une option prometteuse à utiliser comme implant porteur et dans les applications dentaires.

