



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



Département de Génie Mécanique

N° de série :

## Mémoire de fin d'études

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

**Spécialité: Génie Mécanique**

**Option: Génie Des Matériaux**

# Synthèse et caractérisation structurale et tribologique d'un composé nano structuré à base de titane Ti-Nb pour applications biomédicales

*Réalisé par :* - LAOUAR Haroun  
- BELAABED Fahima

*Dirigé par :* Dr. FELLAH Mamoun

*Membres de jury :*

- Mr. CHERMIME Brahim
- Mr. GHILANI Laala

*Présenté le :*

## REMERCIEMENTS

*En premier lieu nous remercions notre Dieu Allah le Tout Puissant, de nous avoir donné le savoir, et le courage pour réaliser ce travail.*

*Ce travail a été réalisé à l'université d'ABBAS LAGHROUR KHENCHÉLA. En premier lieu, nous tiens à exprimer nos profondes reconnaissances à notre encadreur de thèse, FELLAH Mamoun pour ces précieuses remarques et conseil et de sa disponibilité.*

*Que les amis et les collègues de promotion trouvent ici, l'expression de lui remerciements pour leur soutien moral.*

*Enfin, nous adresse nos plus chaleureux sentiments aux parents, et au reste de la famille pour leur soutien constant.*

*Remercie à toute personne ayant participé à la réalisation de ce travail de près ou loin.*

*Haroun et Fahima*

*Dédicace*

*Je dédis ce modeste travail*

*A ma mère*

*A mon père*

*Mon marie*

*A ma fille*

*A mes frères et mes sœurs*

*A tous les enseignants de département de génie mécanique*

*A tous mes amis*

*Fahima*

*Dédicace*

*Je dédis ce modeste travail*

*A ma mère*

*A mon père*

*A ma femme*

*A mes enfants*

*A mes frères et mes sœurs*

*A tous les enseignants de département de génie mécanique*

*A tous mes amis*

*Haroun*

**LISTE DES ABR2VIATIONS ET SIGLES**

- PTH*** : Prothèse total de hanche.
- HV*** : Dureté Vickers.
- N*** : Charge appliquée pour mesurer la microdureté (N).
- Ra*** : Moyenne arithmétique de rugosité ( $\mu\text{m}$ ).
- Ry*** : La somme de la hauteur.
- Rz*** : Hauteur des irrégularités.
- X*** : Distance totale parcourue (m).
- U*** : Taux d'usure.
- FT*** : Force tangentielle (N).
- ASTM*** : American Society For Testing Materials.
- DRX*** : Diffraction des rayons X.
- MEB*** : Microscope électronique à balayage.

# **LISTE DES FIGURES**

## LISTE DES FIGURES

## CHAPITRE I

<b>I-1</b>	: Classification des biomatériaux.....	<b>09</b>
<b>I-2</b>	: Cupule en zircon.....	<b>10</b>
<b>I-3</b>	: Cupule en alumine.....	<b>11</b>
<b>I-4</b>	: Cristallographie du titane pur en fonction de la température : <b>A</b> : Etat liquide, <b>B</b> : phase $\beta$ cubique centrée ( $a = 3,32 \text{ \AA}$ ), <b>C</b> : Phase $\alpha$ hexagonale compacte ( $a = 2,95 \text{ \AA}$ ; $c = 4,68 \text{ \AA}$ ; $c/a = 11,587$ ).....	<b>16</b>
<b>I-5</b>	: Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure.....	<b>22</b>
<b>I-6</b>	: Mécanisme conduisant à la formation d'une nanostructure lors de la mécanosynthèse (Gaffet – CNRS).....	<b>24</b>
<b>I-7</b>	: Evolution de la taille des grains avec le temps de broyage.....	<b>25</b>
<b>I-8</b>	: Schéma du phénomène de fragmentation lors du co-broyage.....	<b>26</b>
<b>I-9</b>	: Différentes étapes d'agglomération au cours du co-broyage : (a) soudure, (b) enrobage et (c) agglomération.....	<b>26</b>
<b>I-10</b>	: Les différents types de broyeurs.....	<b>27</b>
<b>I-11</b>	: Présentation schématique d'une PTH.....	<b>28</b>
<b>I-12</b>	: Schéma d'une prothèse totale de hanche et des différentes parties de la prothèse...	<b>29</b>
<b>I-13</b>	: Exemple de couple de frottement métal/UHMWPE.....	<b>31</b>
<b>I-14</b>	: Exemple d'un couple céramique/polyéthylène à droite.....	<b>31</b>
<b>I-15</b>	: Exemples de couples céramique-céramique).....	<b>32</b>
<b>I-16</b>	: Exemple de couple de frottement métal/métal.....	<b>33</b>
<b>I-17</b>	: Luxation d'une prothèse de hanche.....	<b>35</b>
<b>I-18</b>	: Descellement de la tige ; a) cimentée. b) non cimentée.....	<b>36</b>

## CHAPITRE II

<b>II-1</b>	: Broyeur planétaire - Pulverisette 7- de Fritsch.....	<b>45</b>
<b>II-2</b>	: Schématisation d'un broyeur à mouvement planétaire et de l'action des billes pendant le processus.....	<b>45</b>
<b>II-3</b>	: Schéma de la presse uniaxiale utilisée pour la compaction.....	<b>46</b>
<b>II-4</b>	: Représentation schématique des trois étapes de frittage.....	<b>47</b>
<b>II-5</b>	: Microscope optique type <i>LEIKA DMLM</i> .....	<b>49</b>
<b>II-6</b>	: MEB de marque HITACHI S-520 au MSMP Arts et Métiers ParisTech Lille....	<b>50</b>

<b>II-7</b> :	Microduromètre du type ZWICK ZHV 2.5 à pénétration Vickers .....	<b>51</b>
<b>II-8</b> :	Schéma des paramètres de mesure de la rugosité .....	<b>52</b>
<b>II-9</b> :	Conditions de réalisation des tests d'usure .....	<b>54</b>
<b>II-10</b> :	Principe de contacte tribologique ponctuel alternatif .....	<b>55</b>
<b>II-11</b> :	Système <i>Tribotester</i> de type <i>CSM</i> .....	<b>55</b>
<b>CHAPITRE III</b>		
<b>III-1</b> :	Micrographie MEB présente les particules des poudres de départ : a) Ti pure et B) Nb pure.....	<b>62</b>
<b>III-2</b> :	Graphes de distribution granulométrique d'alliage de titane binaire broyé, Ti-Nb en fonction de la teneur en Nb (% atomique) mesurée à l'aide de la méthode de diffraction / diffusion laser.....	<b>63</b>
<b>III-3</b> :	Diagrammes de diffraction des rayons X d'alliages Ti-Nb broyés en fonction de Nb (% atomique), teneur: a) 4, b) 8, c) 12, d), 15 et e), 20 (en. %)......	<b>64</b>
<b>III-4</b> :	Diagramme de phase binaire Ti – Nb en fonction de la teneur en Nb (% at).....	<b>65</b>
<b>III-5</b> :	Évolution de: a) la taille moyenne des cristallites {D}, (nm) et la micro- contrainte { $\mathcal{E}$ } de l'alliage binaire Ti-Nb en fonction de la teneur en Nb (at. %). Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD).....	<b>66</b>
<b>III-6</b> :	Evolution de: b) Paramètres de réseau {a et c}, (Å), de l'alliage binaire Ti-Nb en fonction de la teneur en Nb (at. %). Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD).....	<b>67</b>
<b>III-7</b> :	Evolution du module de Young de l'alliage Ti-15 Nb binaire broyé et fritté en fonction de la température de frittage. Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD).....	<b>68</b>
<b>III-8</b> :	Evolution de la microdureté de l'alliage Ti-15 Nb binaire fraisé et fritté en fonction de la température de frittage. Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD).....	<b>69</b>
<b>CHAPITRE IV</b>		
<b>IV-1</b> :	Principe de fonctionnement du tribomètre.....	<b>74</b>
<b>IV-2</b> :	Evolution de coefficient de frottement de l'alliage binaire Ti-Nb testé à 8 N, en fonction de teneur de Nb (at. %), contre distance de glissement (cycle).....	<b>75</b>
<b>IV-3</b> :	coefficient moyen de frottement de l'alliage binaire Ti-Nb en fonction de teneur de Nb (0 – 20 at. %) testés à différents charges de 2, 8, et 16 N, respectivement..	<b>76</b>

---

<b>IV-4 :</b>	Evolution de volume d'usure ( $\mu\text{m}^3$ ) de l'alliage Ti-Nb en fonction de la teneur de Nb (0-20 at. %) testés à différents charges de 2, 8, et 16 N, respectivement.....	<b>77</b>
<b>IV-5 :</b>	Evolution de taux d'usure ( $\mu\text{m}^3 \text{N}^{-1} \mu\text{m}^{-1}$ ) de l'alliage Ti-Nb en fonction de la teneur de Nb (0-20 at. %) testés à différents charges de 2, 8, et 16 N, respectivement.....	<b>78</b>
<b>IV-6 :</b>	Evolution de la morphologie de l'usure de l'alliage Ti-Nb en fonction de la teneur de Nb :a) 4, b) 8, c) 15 et d) 20 (at. %).	<b>79</b>
<b>IV-7 :</b>	Evolution de la morphologie de l'usure de l'alliage Ti-Nb en fonction de la charge appliquée : a) 2N, b) 8N, c) 16N.....	<b>80</b>

# **LISTE DES TABLEAUX**

**LISTE DES TABLEAUX****CHAPITRE I**

<b>I-1 :</b>	Domaines d'application des différents biomatériaux.....	<b>07</b>
<b>I-2 :</b>	Applications biomédicales des matériaux métalliques employés en médecine.....	<b>14</b>
<b>I-3 :</b>	Classification des éléments d'alliage selon leur influence sur les phases $\alpha$ et $\beta$ ...	<b>17</b>
<b>I-4 :</b>	Propriétés physiques du titane comparé à autres matériaux.....	<b>19</b>

**CHAPITRE II**

<b>II-1 :</b>	Paramètres de mesure de la rugosité.....	<b>52</b>
<b>II-2 :</b>	Conditions de travail des tests d'usure en contact alternatif (bille sur plan).....	<b>56</b>

**CHAPITRE III**

<b>III-1:</b>	Evolution de la –taille des cristallites et de microdéformation en fonction de teneur de Nb.....	<b>66</b>
<b>III-2:</b>	Quelques valeurs de Module de Young en fonction de la teneur de Nb (at %). ....	<b>68</b>

## TABLE DE MATIERES

RESUME	
ABSTRACT	
TABLE DES MATIERES	
LISTE DES TABLEAUX	
LISTE DES FIGURES	
LISTE DES ABREVIATIONS	
<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>02</b>
<b>CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	
<b>I INTRODUCTION.....</b>	<b>06</b>
<b>I.1 GENERALITES SUR LA SCIENCE DES BIOMATERIAUX.....</b>	<b>06</b>
I.1.1 La science des biomatériaux.....	06
I.1.2 Les biomatériaux.....	06
I.1.3 Impact et utilisation des biomatériaux.....	07
I.1.4 L'élaboration des biomatériaux.....	07
<b>I.2 NOTIONS DE BIOCOMPATIBILITE.....</b>	<b>08</b>
I.2.1 Introduction.....	08
I.2.2 Les différents types de biocompatibilité.....	08
I.2.2.1 La biocompatibilité structurale.....	08
I.2.2.2 La biocompatibilité des surfaces.....	08
<b>I.3 Classes des biomatériaux.....</b>	<b>09</b>
I.3.1 Introduction.....	09
I.3.2 Les Céramiques.....	10
I.3.2.1 Les classes des céramiques utilisées dans la médecine.....	10
I.3.2.1.1 Les céramiques inertes.....	10
I.3.2.1.2 Les céramiques réactives (résorbables ou non.....	11
I.3.3 Polymères.....	11
I.3.3.1 La recherche de polymères résorbables.....	11
I.3.4 Matériaux d'origine naturelle.....	12
I.3.5 Métaux et alliages métalliques.....	12
I.3.5.1 Métaux purs.....	12
I.3.5.2 Alliages métalliques.....	13
I.3.5.2.1 Les alliages cobalt-chrome.....	14
I.3.5.2.2 Les alliages à base nickel.....	15
I.3.5.2.3 Les alliages à base titane.....	15
I.3.5.2.3.1 Le titane pur.....	15
I.3.5.2.3.2 Les alliages de titane.....	16
I.3.5.2.3.3 Classification des alliages de titane.....	16
I.3.5.2.3.4 Présentation de l'alliage de titane étudié le Ti-6Al-4Nb.....	18
I.3.5.2.3.5 Les domaines d'application.....	18
I.3.5.2.3.6 Caractéristiques générales.....	19
I.3.5.2.4 Aciers inoxydables.....	20
<b>I.4 Les matériaux nanostructures.....</b>	<b>21</b>



II.3.1 Techniques de caractérisation.....	49
II.3.1.1 Analyse métallographique.....	49
II.3.1.2 Analyse par diffraction des rayons X .....	49
II.3.1.3 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	50
<b>II.4 CARACTERISATION MECANIQUE.....</b>	<b>51</b>
II.4.1 Microdureté.....	51
II.4.2 Détermination de la rugosité : la profilométrie.....	51
II.4.2.1 Profilométrie 2D: principe et dispositif expérimentale.....	51
<b>II.5 CARACTERISATIONS TRIBOLOGIQUES.....</b>	<b>53</b>
a) Généralité.....	53
b) Mécanisme d'usure.....	53
II.5.1 Evolution de coefficient de frottement .....	54
II.5.1.1 Contact tribologique ponctuel alternatif.....	54
II.5.2 Evolution de l'usure.....	56
II.5.2.2 Calcul du taux d'usure.....	56
<b>II.6 CONCLUSION.....</b>	<b>57</b>
<b>II.7 RIFFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>58</b>
 <b>CHAPITRE III. CARACTERISATIONS STRUCTURALS ET DISCUSSIONS</b>	
<b>III INTRODUCTION.....</b>	<b>61</b>
<b>III.1 SYNTHESE ET CARACTERISATION STRUCTURALE.....</b>	<b>61</b>
III.1.1 La taille et la distribution des grains.....	61
III.1.2 Analyse par DRX.....	64
III.1.3 Évaluation de paramètres de réseau et taille de cristallite.....	65
III.1.4 Morphologie des particules de poudre (paramètres de maille).....	66
III.1.5 Caractérisation Mécanique.....	67
III.1.5.1 Module de Young .....	67
III.1.5.2 Microdureté.....	68
<b>III.2 CONCLUSION.....</b>	<b>70</b>
<b>III.3 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>71</b>
 <b>CHAPITRE IV. CARACTERISATIONS TRIBOLOGIQUES ET DISCUSSIONS</b>	
<b>IV. INTRODUCTION.....</b>	<b>73</b>
<b>IV. 1 EVOLUTION DE FROTTEMENT.....</b>	<b>73</b>
IV.1.1 Evolution du coefficient de frottement.....	74
IV.1.2 Coefficient de frottement moyen.....	75

<b>IV.2 EVOLUTION DE L'USURE.....</b>	<b>76</b>
IV.2.1. Morphologie de l'usure.....	78
<b>IV.3 Conclusion.....</b>	<b>81</b>
<b>IV.4 RIFFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>82</b>
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>85</b>

# **INTRODUCTION GENERALE**

## I INTRODUCTION GENERALE

La science des matériaux étudie la relation entre les propriétés, la morphologie structurale et la mise en œuvre des matériaux qui constituent les objets qui nous entourent (métaux, polymères, semi-conducteurs, céramiques, composites, etc.). Elle est au cœur de plusieurs domaines techniques : en électronique, automobile, aéronautique, énergies renouvelables, nanosciences, nanotechnologies,...La connaissance et la maîtrise des phénomènes microscopiques tels que la diffusion, l'arrangement des atomes, la recristallisation, l'apparition de phases, etc., donnent la possibilité d'élaborer des matériaux aux propriétés et aux performances voulues [1].

Le développement et l'étude des biomatériaux a permis, depuis le milieu du XXème siècle, d'améliorer l'intégrité et le confort de vie de personnes souffrant de problèmes fonctionnels. Ils peuvent être implantés dans le cadre de la chirurgie orthopédique (prothèses de hanche, de genou), de la chirurgie vasculaire (remplacement e segments artériels) ou encore en dermatologie (greffe de peau) comme il a été présenté par *M. Fellah* [2]. La chirurgie orthopédique et notamment celle de la prothèse de hanche sont en perpétuel développement. 800000 prothèses totales de hanche sont implantées chaque année dans le monde dont 600 en Algérie [3].

Les matériaux nanocristallins sont actuellement au cœur du développement scientifique et technologique moderne. Leur utilisation est étendue à travers les champs d'applications les plus innovateurs dans le domaine biomédicale. La particularité de ces matériaux est qu'ils présentent des propriétés fondamentales nouvelles, par comparaison à celles du matériau massif. Le comportement des particules nanométriques apparait plus sensible au niveau des propriétés mécaniques, physiques, chimiques, ... etc. par rapport à celui d'un matériau massif. Ces propriétés spécifiques découlent notamment du nombre très important d'atomes appartenant aux surfaces (nanoparticules), aux interfaces (multicouches, nanocristallins) et aux joints de grains (poudres nanostructurées), et résultent de leur très faible taille (nanométrique) [4].

Cette étude vise à déterminer le comportent structural et tribologique des matériaux nanostructurés à base de Ti avec des différents teneurs en masse de Nb et examiner l'effet de se dernier sur les propriétés structurales et tribologiques, pour cela, quatre chapitres ont été développé comme expliqué ci-après.

Ce mémoire est subdivisé en quatre chapitres :

**Le premier chapitre** consiste en une étude bibliographique, dans laquelle on a présenté les types des biomatériaux, les définitions de base de la science des biomatériaux, l'historique, et

quelques procédés d'élaborations ont été évoqués dans ce manuscrit : on s'est intéressé donc aux notions de biocompatibilité et leur application en médecine.

Les prothèses orthopédiques sont définies en général et plus particulièrement les prothèses totales de hanche présentés. La synthèse des matériaux nanostructurés, leur propriétés et classification ont été décrites. On a répertoriés aussi les procédés de fabrications par des différentes voies précisément la mécanosynthèse avec une description détaillée des phénomènes induits lors de broyage mécanique des poudres. Enfin on a illustrés les problèmes liés à l'usure des prothèses totales de hanche.

**Le deuxième chapitre** présente les méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation de matériau étudié, plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour la caractérisation structurale et tribologique telles que : Microscope électronique à balayage (MEB), Diffraction des rayons X (DRX), Microduromètre, Rugosimètre en deux et trois dimensions, et enfin le tribomètre pour l'étude de l'usure en contact Bille/Plan en mouvement alternatif lubrifié.

**Le troisième chapitre** est consacré pour l'interprétation des résultats obtenus par les caractérisations structurales. Plusieurs études ont été exploités afin d'analyser la morphologie des poudres utilisés pour la synthèse tel que Analyse par Profil de microdureté, DRX,... etc.

Dans **Le quatrième chapitre**, nous allons présenter les méthodes de caractérisation tribologique, à savoir ; tribomètre par contact bille sur plan par un mouvement alternatif et on à déterminer le comportement de chaque mélange Ti-Nb en fonction de la teneur de niobium (at. %).

**II REFFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] K. YOUNSI, *Etude expérimentale et théorique des propriétés structurales et magnétiques des nanomatériaux Pr(Co,Fe)<sub>3</sub>*. Thèse, université Paris–Est. (2011).
- [2] M. Fellah, *Comportement électrochimique et tribologique des deux prothèses totales de hanche en acier AISI 316l et en alliage à base de Ti*. Thèse Annaba, (2014).
- [3] K. SAFI, S. HAOUES, *Synthèse et caractérisation structurale et tribologique d'un composé nanostructuré à base de titane Ti-6Al-4Fe pour applications biomédicales*. Mémoire de master, Université d'Abbes Laghrour Khenchela, (2018).
- [4] N. BOUKHERROUB, *Effet des conditions de broyage sur les propriétés structurales et magnétiques des nanomatériaux FeAl élaborés par mécanosynthèse*. Thèse Boumerdes, (2015).

**CHAPITRE I**

**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

## I INTRODUCTION

Les premiers biomatériaux implantés n'étaient pas spécialement adaptés, à l'origine, pour un long séjour en milieu biologique ; ces matériaux étaient au mieux bio tolérés et pouvaient avoir, à long terme, des effets néfastes sur l'organisme.

La plupart des biomatériaux utilisés aujourd'hui viennent d'autres secteurs d'activité et une importante part du travail des laboratoires biologiques consiste à évaluer des matériaux existants, parfois modifiés, de façon à remplir leurs nouvelles fonctions. Des procédures d'évaluation in vitro sur des systèmes de culture cellulaire ou in vivo ont été développées, mais bien des progrès restent à faire dans ce domaine, notamment en ce qui concerne la compréhension des interactions entre biomatériaux et milieu vivant. [1]

### I.1 GENERALITES SUR LA SCIENCE DES BIOMATERIAUX

#### I.1.1 La science des biomatériaux

La science de biomatériaux s'adresse à la fois aux processus de diagnostic, et aussi aux méthodes thérapeutiques. En incluant à la fois des renseignements du domaine de la biologie, de la physique, de la chimie, et aussi du domaine de génie et celui médical, la science des biomatériaux doit parcourir certaines étapes pour la facilitation de l'utilisation clinique des biomatériaux. Les plus importantes étapes qui devraient être parcourues pour que les biomatériaux soient intégrés dans les dispositifs médicaux sont (1) conception et création des biomatériaux ; (2) test in vitro ; (3) test in vivo sur les animaux et puis sur les gens v (4) l'approbation pour l'utilisation clinique ; (5) la production, le développement et la commercialisation industrielle des biomatériaux. [2]

#### I.1.2 Les biomatériaux

Dans l'année 1987, D.F. Williams a défini les biomatériaux comme étant « des matériaux non-viables utilisés dans des dispositifs médicaux, destinés pour interagir avec les systèmes biologiques». [2] Cette définition a été ultérieurement apprise par les experts du domaine.

Selon la définition du consensus de Chester (1991), un biomatériau est un matériau destiné à être en contact avec les tissus vivants et/ou les fluides biologiques pour évaluer, traiter, modifier les formes ou remplacer tout tissu, organe ou fonction du corps. [3]

### I.1.3 Impact et utilisation des biomatériaux

**Tableau I-1 : Domaines d'application des différents biomatériaux. [4]**

<b>Métaux</b>	Alliage chrome-cobalt	Implants articulaires, implants dentaires, valves cardiaques
	Alliage de titane	Implants articulaires et dentaire, plaques et vis d'ostéosynthèse, pacemakers, éléments de chirurgie reconstructive.
	Acier inoxydable 316L	Pacemakers (électrodes), plaques et vis d'ostéosynthèse, agrafes diverses, implants articulaires
	Alliage (nickel-chrome) et (nickel-titane)	Réparations dentaires
<b>Polymères</b>	Polyuréthane (PU)	Urologie, implants mammaires, valves cardiaques, pacemakers (isolant)
	Polyéthylène (LDPE ; UHWPE)	Sutures, chirurgie faciale et dentaires, tendons, prothèses de hanche et genoux.
	Le poly méthacrylate de méthyle (PMMA)	Lentilles intraoculaires, ciments orthopédiques.
	Polypropylène (PP)	Sutures, ligaments
	Polyamide	Sutures
	Silicone	Implants mammaires, urologie, implants testiculaires, pacemakers (isolant), chirurgies faciales, chirurgie des mains
	Polyester	Sutures, implants vasculaires
<b>Verres et céramiques</b>	Phosphate de calcium	Implants orthopédique, ciments, support de médicaments implantables, chirurgies maxillo-faciales, comblements osseux
	Alumine-Zircone (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -ZrO <sub>2</sub> )	Prothèse articulaire, ongles, têtes et cotyles pour prothèses des hanches, osselets de l'oreille moyenne, pacemakers (isolant), implants dentaires
	Bio verre	Implants orthopédiques et dentaires.

### I.1.4 L'élaboration des biomatériaux

Les procédés d'élaboration et de mise en forme des matériaux biologiques sont très divers en raison de la multitude des produits proposés. Comme pour tous les domaines récemment explorés, les modes de mise en forme des biomatériaux sont inspirés de ceux propres à d'autres domaines (frittage, coulée, forgeage, usinage, injection, projection plasma, etc...). Une attention particulière est portée à la présence d'impuretés ou à toutes formes de contamination ou de pollution qui peuvent avoir, même à de faibles concentrations, une grande influence sur le comportement biologique. Ainsi la stérilisation est une étape obligatoire. Différents procédés sont proposés mais l'irradiation aux rayons gamma sur le matériau préemballé est aujourd'hui recommandée (norme *NF/EN 552/A2*). [5]

---

## I.2 NOTIONS DE BIOCOMPATIBILITE

### I.2.1 Introduction

Inhérente à l'aspect de contact, la notion de biocompatibilité est essentielle dans le domaine des biomatériaux. De manière simple, la biocompatibilité peut être définie « *comme la compatibilité entre un système technique et un système biologique* ». Aussi, il peut être intéressant de distinguer la biocompatibilité structurale et celle des surfaces bien que ces deux notions soient souvent intimement liées. [6]

### I.2.2 Les différents types de biocompatibilité

#### I.2.2.1 La biocompatibilité structurale

La biocompatibilité structurale résulte d'une "*adéquation entre toutes les propriétés de la structure du matériau et les systèmes biologiques*". Si la forme de l'implant apparaît comme un critère évident, son obtention peut nécessiter un processus particulier (forgeage ou coulée des métaux, conditions de frittage des céramiques, paramètres d'injection des polymères...) susceptible d'influencer les caractéristiques mécaniques du matériau (raideur, résistance mécanique et résistance à la fatigue). [7]

En effet, à l'interface biomatériau / os, le transfert des contraintes occasionne localement leurs modifications à la fois quantitativement et qualitativement. Or, il a été montré que les ostéoblastes se trouvant en traction stimulent la production de calcium et favorisent ainsi l'ostéointégration, alors qu'à l'inverse, celles situées en compression meurent et par conséquent ramollissent la structure osseuse. Un tel phénomène, dû à la différence entre les modules d'élasticité  $E$  des implants massifs et de l'os, peut avoir comme conséquence le déchaussement de l'implant. C'est pourquoi, afin d'éviter une telle fin, il convient d'abaisser le module  $E$  de l'implant à celui de l'os (concept d'iso élasticité), ou au moins de développer une continuité d'élasticité de l'implant vers l'os. [8]

#### I.2.2.2 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 favoriser ou empêcher l'adhésion et le développement cellulaire. De manière synthétique, il apparaît qu'une phase rapide de liaisons non spécifiques entre les cellules et le matériau (*liaisons ioniques ou de type Vander Waal*) 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. [9]

### I.3 Classes des biomatériaux

#### I.3.1 Introduction

Les différents types de biomatériaux La nature (métaux, greffes d'origine biologique, céramiques, ...), les applications biomédicales (prothèses, revêtements prothétiques, comblements de défauts osseux...) et les propriétés des biomatériaux (stabilité à long terme de l'implant, dégradation contrôlée...) sont très diverses. [10] Il existe donc une grande diversité de biomatériaux que l'on peut classer en quatre grandes catégories suivant leur nature (Fig. I-1) :

- Les biomatériaux métalliques ;
- Les biomatériaux céramiques ;
- Les biomatériaux à base de polymères de synthèse ;
- Les biomatériaux d'origine naturelle.

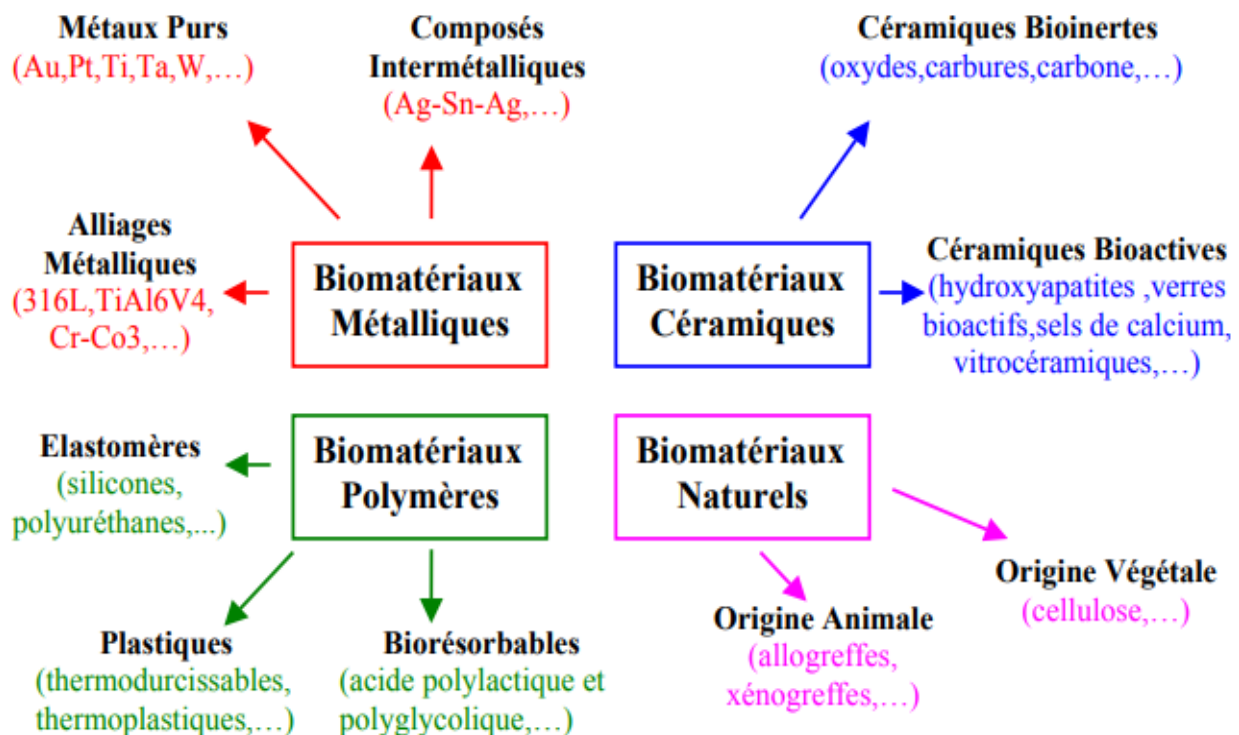


Figure I-1 : Classification des biomatériaux. [11]

### I.3.2 Les Céramiques

Le terme céramique recouvre des matériaux non métalliques, non organiques, qui lors de leur préparation subissent un traitement en température appelé frittage. On classe parmi les céramiques de nombreux produits chimiquement très différents. [12]

#### I.3.2.1 Les classes des céramiques utilisées dans la médecine

Les céramiques utilisables en chirurgie sont appelées biocéramiques. Suivant leur niveau de réactivité et leur vitesse de dégradation dans l'organisme, on distingue :

##### I.3.2.1.1 Les céramiques inertes

Essentiellement représentées par l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et la zircone ( $\text{ZrO}_2$ ) partiellement stabilisés. Elles sont insolubles en milieu physiologique.

##### a) La zircone ( $\text{ZrO}_2$ )

La zircone est le nom commun de l'oxyde de zirconium ( $\text{ZrO}_2$ ). La zircone est un matériau résistant à l'usure utilisé dans de nombreuses applications. Après cuisson et frittage, il peut être travaillé seulement sur des outils diamantés.

La zircone est sur beaucoup de points semblables à l'alumine, mais offre une résistance à la rupture sensiblement supérieure. Elle est particulièrement indiquée dans les applications où la force mécanique de l'alumine n'est pas suffisante.



Figure I-2 : Cupule en zircon. [13]

**b) L'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )**

L'alumine est le nom commun de l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) qui a des propriétés remarquables comme la bonne tenue mécanique aux températures élevées, une grande dureté, une bonne résistance à l'usure et une inertie chimique.



Figure I-3 : Cupule en alumine. [13]

**I.3.2.1.2 Les céramiques réactives (résorbables ou non)**

Les céramiques réactives non résorbables sont très peu solubles. Les plus intéressantes à l'heure actuelle sont l'hydroxyapatite ( $\text{Ca}_{10}[\text{PO}_4]_6[\text{OH}]_2$ ) et les bioverres à base de  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{CaO}$ . Les céramiques réactives résorbables sont très solubles au PH de l'organisme et disparaissent en quelques semaines. Le principal représentant de ce type de céramiques est le phosphate tricalcique  $\text{Ca}_3(\text{PO})_2$ .

**I.3.3 Polymères**

Un polymère est constitué de molécules géantes produites par la répétition d'une molécule de base ou monomère. Le nombre de monomères peut aller de quelques centaines à quelques milliers d'unités par molécule géante. Un polymère peut être fait d'un seul type de monomère ou de deux types de monomères, dans ce cas on parle de copolymère. [14]

**I.3.3.1 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. Les principaux problèmes mal résolus avec les polymères

actuellement mis en œuvre ne concernent pas que la biocompatibilité à l'interface matériau- tissu.

Pour les polymères non-résorbables on peut citer :

- instabilité au rayonnement gamma ;
- réactivité à certains types de médicaments ;
- stabilité hydrolytique ;
- calcification ;
- risques liés aux additifs, aux composants de bas poids moléculaire, aux produits de dégradation in vivo, aux produits résiduels de stérilisation ;
- manque de base de données pour évaluer les propriétés de surface, les réactions de biocompatibilité, la mutagénicité/carcinogène-cité, etc.

✓ *Hèsesperm* pour les **polymères bios résorbables** on a de même :

- manque de mesures de dégradation et de bio résorption ;
- effets biologiques des produits de dégradation ;
- effets des enzymes sur la dégradabilité ;
- érosion de surface ou érosion de la masse.

### I.3.4 Matériaux d'origine naturelle

Le souci de biocompatibilité des implants a orienté les chercheurs vers des matériaux logiquement biocompatibles puisque d'origine naturelle. Parmi ces matériaux, les plus courants sont : les tissus biologiques, valves porcines, carotide de bœuf ...

Les applications existantes ou envisageables de ces matériaux d'origine naturelle sont très nombreuses : *Cosmétologie et chirurgie esthétique, pansements et éponges hémostatiques, implants oculaires et pansements ophtalmologiques, reconstitution de tissus ou peau artificielle (derme)*. [1]

### I.3.5 Métaux et alliages métalliques

#### I.3.5.1 Métaux purs

Les métaux purs fréquemment utilisés sont :

**a) Le fer** : manque de résistance à la corrosion et présente à l'état isolé un cytotoxique certain (qui disparaît lorsqu'il est mis en alliage). Il faut noter que pour la fixation des fractures, les ligatures à base de fil de fer ont été les premières utilisées et décrites déjà par *Fabricius*.

**b) Le cuivre** : est hautement cytotoxique et manque des propriétés mécaniques nécessaires.

c) *Le nickel*: a été considéré pendant de longues années comme intéressant en couche mince en particulier, *Lambrotte* de Bruxelles recommandait l'utilisation d'acier nickelé en 1909. En 1924 *Zierold* a reconnu que si le nickel provoquait une légère irritation des tissus, il déclenchait en revanche une accélération de l'ostéogenèse. Mais la démonstration d'effets carcinogènes et allergisants l'ont fait tomber en défaveur dans ce type d'application.

d) *L'argent* : a été utilisé avec succès pour la fixation des fractures. Il n'est pas toxique pour l'os, mais sa limite élastique est insuffisante. En implantation intramusculaire, il provoque une réponse locale similaire à celle produite par l'acier inoxydable, avec une légère réaction inflammatoire au début et une épaisse capsule collagénique vasculaire après 5 mois (actif chimiquement).

e) *L'or* : a été utilisé par *Petronius* dès le XVI<sup>e</sup> siècle pour la réparation des fentes palatines. Sa ductilité est élevée. Mais, bien qu'il soit résistant à l'attaque par l'environnement biologique, ses très médiocres propriétés mécaniques le font écarter des matériaux destinés à l'implantation. [15]

### I.3.5.2 Alliages métalliques

Ce sont les premiers matériaux à avoir été utilisés pour faire des implants. Le plus important par le volume est 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 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. On utilise également des alliages cobalt, chrome, molybdène.

**Tableau I-2** : Applications biomédicales des matériaux métalliques employés en médecine. [16]

MATERIAUX	DOMAINES D'APPLICATION	ÉLEMENTS
Titane et alliages de titane	Implants articulaires, plaques et vis d'ostéosynthèse, pacemaker, implants dentaires, élément de chirurgie reconstructive	Titane, aluminium, vanadium
Alliages de cobalt-chrome	Implants articulaires, implants dentaires	Cobalt, chrome, molybdène, fer, nickel
Aciers inoxydables	Pacemaker (électrodes), plaques et vis d'ostéosynthèse, agrafes diverses	Fer, chrome, nickel, manganèse, molybdène

Les principaux problèmes mal résolus avec les métaux et alliages métalliques sont les suivants :

- Corrosion électrochimique et durabilité ;
- Mécanisme de dégradations non électrochimiques incluant les interactions protéine / métal ;
- Réactions immunitaires et d'hypersensibilité ;
- Adaptation des propriétés mécaniques ;
- Propriétés de frottements et problèmes de débris.

### 1.3.5.2.1 Les alliages cobalt-chrome

Les alliages cobalt-chrome [17] sont principalement utilisés en chirurgie cardiovasculaire et orthopédique [18] (ex : Vitallium : Co-Cr :28%, Mo : 6%, Ni : 2%). La formulation des alliages Co-Cr est directement liée aux procédés de fabrication. En effet, si la présence de carbone (<0.35%) améliore la coulabilité des alliages, elle doit être minimisée dans le cas d'alliages forgés du fait de la formation de carbures qui réduisent la ductilité du matériau. Une teneur en Cr voisine de 25-30% confère aux alliages Co-Cr une bonne résistance à la corrosion du fait de la formation spontanée d'une couche superficielle d'oxyde stable  $Cr_2O_3$  alors que l'addition de 4 à 7.5 % de Mo ou de Ni provoque un durcissement par substitution (dû aux différences des rayons atomiques avec le Co).

Toutefois, il a été remarqué, dans les zones d'implants soumises à des frottements, l'arrachement de particules (0.5-35 $\mu$ m) contenant des ions toxiques  $Cr^{6+}$  et  $Co^{2+}$  [19] susceptibles de conduire au relâchement spontané des tissus entourant la prothèse.

### **I.3.5.2.2 Les alliages à base nickel**

Les alliages Ni-Cr ont longtemps été appréciés pour la confection de prothèses dentaires, [20] du fait de la ductilité de ces alliages à base de Ni qui les rendait facile à travailler. Toutefois, si l'addition de Cr (< 12%) et de Mo permet d'améliorer la résistance à la corrosion, la couche de passivation devient instable en présence d'acide. Les matériaux à base nickel ainsi susceptibles d'être sujets à la corrosion fissurant sont dorénavant peu employés. Certains alliages Ni-Ti [16] présentent l'intérêt exceptionnel de la mémoire de forme. Une application spectaculaire concerne la fabrication de filtres sanguins qui, injectés dans une veine sous forme compacte, se déploient au cours de la mise en équilibre thermique dans l'organisme. Malgré une amélioration de la résistance à la corrosion liée à la formation d'une couche stable de  $TiO_2$ , ces alliages restent utilisés pour des implantations de courte durée d'application, ou dans le cas d'utilisation extracorporelle comme les actionneurs d'orthèses dynamiques programmables. [21]

### **I.3.5.2.3 Les alliages à base titane**

Le titane et ses alliages sont largement utilisés, en raison de leurs propriétés intéressantes, en particulier leur excellente résistance à la corrosion du fait d'une grande inertie chimique, associée à une faible densité comparativement à l'acier. Ils possèdent de plus de bonnes caractéristiques mécaniques ainsi que des températures de fusion relativement élevées. De fait, ce sont des matériaux qui trouvent de larges applications dans les domaines aéronautique et spatial ainsi que dans l'industrie automobile, spécialement l'alliage  $Ti6Al4V$ . On les utilise également dans les réacteurs chimiques en raison de leur inertie vis-à-vis de nombreux milieux agressifs tels que les milieux chlorurés. [22]

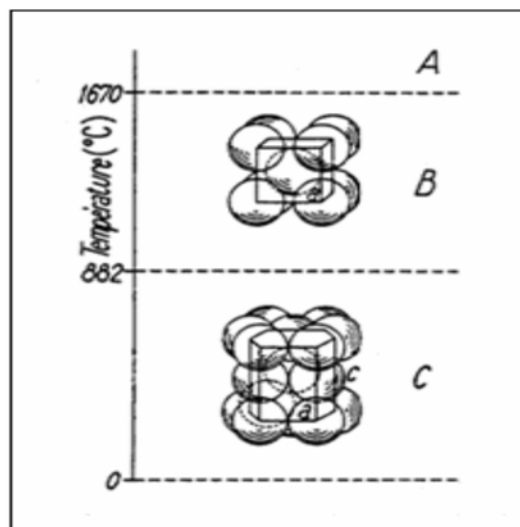
De plus, grâce à leur biocompatibilité avec les tissus humains, les alliages de titane constituent des matériaux de choix en orthopédie et en implantologie (prothèse de la hanche, implants dentaires, visserie chirurgicale,...). Tant dans l'eau de mer que dans le corps humain, son excellente tenue à la corrosion est due à la formation d'une couche naturelle autopassivante et autorégénérative d'oxyde de titane de quelques dizaines d'angströms d'épaisseur. [22]

#### **I.3.5.2.3.1 Le titane pur**

Le titane pur est un métal de la colonne IVB de la classification périodique des éléments, présentant deux structures cristallographiques différentes, la phase  $\alpha$  et la phase  $\beta$ , stables respectivement à basses et à hautes températures (Fig. I-4) (La phase  $\alpha$  est stable à température ambiante). La structure cristalline est de type hexagonal compact de paramètres de maille à 25°C

$$a=2,950 \text{ \AA} ; c = 4,680\text{\AA} ; c/a = 1,587.$$

Au cours du chauffage, la transformation allotropique du titane se produit à 882°C, ce qui correspond au passage de la phase  $\alpha$  à la phase  $\beta$ . Cette dernière phase, de réseau cristallin cubique centré ( $a = 3,32 \text{ \AA}$  à 900°C), subsiste jusqu'à la fusion à 1670°C. La température  $T_{\beta} = 882^\circ\text{C}$  à laquelle a lieu la transformation allotropique  $\alpha \leftrightarrow \beta$  est appelée " *transus  $\beta$*  ". La température exacte de transformation est largement influencée par les éléments substitutifs et interstitiels. Elle dépend donc fortement de la pureté du métal. [23]



**Figure I-4** : Cristallographie du titane pur en fonction de la température : A : Etat liquide, B : phase  $\beta$  cubique centrée ( $a = 3,32 \text{ \AA}$ ), C : Phase  $\alpha$  hexagonale compacte ( $a = 2,95 \text{ \AA}$  ;  $c = 4,68 \text{ \AA}$  ;  $c/a = 1,587$ ). [24]

### I.3.5.2.3.2 Les alliages de titane

Le titane est un métal de transition qui peut former des solutions solides avec un grand nombre d'éléments d'addition (en substitution ou en insertion dans le réseau selon la nature de ceux-ci). Ces éléments agissent sur la transformation de phase en influençant le domaine de stabilité ainsi que les cinétiques de germination et de croissance de l'une ou l'autre des phases  $\alpha$  ou  $\beta$ .

### I.3.5.2.3.3 Classification des alliages de titane

L'addition d'un élément d'alliage fait apparaître dans le diagramme un domaine biphasé  $\alpha + \beta$ . Note que les éléments à faible rayon atomique (C, B, O, H, N) entrent en insertion dans le réseau, alors que les autres forment des solutions solides de substitution (Tab. I-3). Les éléments d'addition influent différemment sur le diagramme d'équilibre, certains sont *alphagènes* (ils favorisent le domaine  $\alpha$  hexagonal compact), d'autres *bêtagènes* (ils favorisent le domaine  $\beta$  cubique centré) ou neutres. Les éléments *alphagènes* augmentent les températures de transformation tandis que les éléments *bêtagènes* les abaissent. En outre, ceux-ci sont classés en deux catégories :

- les éléments isomorphes qui stabilisent la phase  $\beta$  à la température ambiante ;
- les éléments *eutectoïdes* qui donnent naissance à des composés intermétalliques.

Les éléments  $\beta$  *eutectoïdes* tels que le fer, le chrome, le manganèse, etc., donnent naissance des composés intermétalliques définis. Les éléments  $\beta$  isomorphes tels que le molybdène, le vanadium, etc., donnent naissance à une solution solide continue en phase  $\beta$ .

**Tableau I-3** : Classification des éléments d'alliage selon leur influence sur les phases  $\alpha$  et  $\beta$ . [22]

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

L'action des éléments d'addition sur la stabilité peut être traduite en termes d'équivalent Molybdène %Mo éq. [13] Ainsi, afin d'évaluer l'influence respective de tous les éléments d'addition, le molybdène est considéré comme référence :

$$\% \text{ Mo éq} = 1. \text{ Mo} + 0.67 \text{ V} + 0.44 \text{ W} + 0.28 \text{ Nb} + 0.22 \text{ Ta} + 2.9 \text{ Fe} + 1.6 \text{ Cr} \dots - 1. \text{ Al.} \quad [25] \dots (I-1)$$

La constante placée devant le pourcentage massique de chaque élément correspond au rapport entre le caractère *bêtagène* de la référence, (c'est-à-dire le molybdène), et le caractère *bêtagène* de l'élément considéré. On peut donc constater que le fer est l'élément le plus *bêtagène* alors que l'aluminium présente une valeur de coefficient négative traduisant sa tendance à stabiliser la phase  $\alpha$ . [25] Il est alors possible de classer les alliages de titane dans différentes classes selon la nature de leur composition chimique :

- les alliages  $\alpha$  contiennent une forte majorité d'éléments alphagènes et présentent, à température ambiante, quasiment 100% de phase  $\alpha$  ;
- les alliages  $\beta$  et quasi  $\beta$  sont constitués principalement de la phase  $\beta$  stable ou métastable ;
- les alliages  $\alpha$  et  $\beta$  contiennent à la fois les phases  $\alpha$  et  $\beta$  à température ambiante.
- Remarquons que le titane commercialement pur est en fait un alliage  $\alpha$  car il contient toujours des impuretés telle que le fer, et des éléments interstitiels : carbone, oxygène, azote et hydrogène. [25]

#### I.3.5.2.3.4 Présentation de l'alliage de titane étudié le Ti-6Al-4Nb

Le Titan Grade Nb, est l'alliage de titane Ti-6Al-4Nb. Il ne contient aucun élément d'alliage non totalement biocompatible en lui-même. Dans cet alliage Ti-6Al-4Nb le V a été remplacé par le Nb [niobium] parfaitement biocompatible à lui seul. Outre ses teneurs très basses en interstitiels, sa teneur en Fe est également limitée. Cet alliage élaboré par fusion et refusions sous vide a une microstructure très propre. La résistance à la corrosion du titane Ti-6Al-4Nb est excellente, supérieure à celle du Grade 23 Ti-6Al-4V ELI. Il est pleinement biocompatible et satisfait les exigences ROHS. Son oxydation anodique permet de développer un large spectre de couleurs d'interférence profondes par formation d'un film d'oxydes mixtes qui résiste bien à l'usure. [25]

#### I.3.5.2.3.5 Les domaines d'application

Le titane est un matériau encore relativement peu employé à ce jour. En effet, sa consommation mondiale en 2000 est estimée à environ 50 à 60 000 t, maximum 100 000 t. Son prix moyen est assez élevé. Il est d'environ 18 euros/Kg, soit 2 fois celui du nickel, 8 fois celui de l'aluminium et 12 fois celui de l'acier inoxydable. Malgré cela, ses applications sont relativement diversifiées et concernent de nombreux secteurs dont les principaux sont :

- L'énergie, la chimie, la pétrochimie (environ 48 %) : l'off-shore, les usines de des salement et de production de chlore, de chlorate et d'urée, les échangeurs de chaleur, les papeteries, les vannes, les pompes, la robinetterie, etc. ;
- L'aéronautique civile (environ 35 %) et l'aéronautique militaire (environ 7 %) : pièces de moteur, turbines d'hélicoptère, pièces de structure d'aéronef, éléments de train d'atterrissage, boulonnerie ;
- Les sports et loisirs (environ 5,5 %) : les équipements de golf, queues de billard, raquettes de tennis, turbines de jet-ski et pièces de cycles ;
- Le médical (environ 1,5 %) : les prothèses de hanches, de rachis, de genoux, articulaires, buccales et dentaires, les tiges fémorales, agrafes, vis, crochets, pivots, plaques, etc.... ;
- Le bâtiment (environ 1 %) : matériau de surface ;
- Divers (environ 2 %) : la lunetterie (monture), l'horlogerie (boîtier), pièces de voiture de compétition (soupape, ressort, culbuteur, bielle, axe de transmission), le militaire (blindage, canon léger, fusil d'assaut), les machines à très grande cadence (éléments de manutention), coutellerie, instruments de musique (flûte), l'industrie navale (éléments de bateaux, de sous-marins), etc. [26]

### I.3.5.2.3.6 Caractéristiques générales

Les principales caractéristiques remarquables du titane et de ses alliages sont les suivantes :

- Faible masse volumique ( $4,5 \text{ g/cm}^3$ ), soit environ 60 % de celle de l'acier ;
- Excellente tenue à la corrosion, notamment dans l'eau de mer ou le corps humain par formation d'une couche naturelle autopassivante et autorégénérante d'oxyde de titane de quelques dizaines d'angströms d'épaisseur ;
- Caractéristiques mécaniques élevées jusque  $600 \text{ °C}$  et jusqu'aux températures cryogéniques ;
- Mise en œuvre et transformation à partir des techniques existantes de moulage ; mise en forme et d'usinage, bien que nécessitant parfois des précautions particulières ;
- Amagnétisme (pas d'interférence par les implants lors d'examen *IRM* et *RMN*) ;
- Coefficient de dilatation légèrement inférieur à celui de l'acier et égal à 50 % de celui de l'aluminium ;
- Faible conductibilité thermique ;
- Faible module d'Young ( $100 \text{ GPa}$ ) assez proche de celui de l'os ;
- Absence ou faible caractère allergique au contact de la peau ;
- Propriété bactériostatique, par exemple sur implant dentaire ;
- Biocompatibilité, notamment avec le titane pur.

#### a) Propriétés physiques du titane

Les propriétés physiques du titane sont résumées dans le tableau I-4, comparativement à d'autres matériaux.

**Tableau I-4** : Propriétés physiques du titane comparé à autres matériaux. [26]

	Mg	Al	Ti	Fe	Cu
Masse volumique ( $\text{g/cm}^3$ )	1,74	2,70	4,51	7,86	8,94
Module d'élasticité (MPa)	45000	70000	110000	210000	120000
Point de fusion ( $^{\circ}\text{C}$ )	650	660	1670	1535	1084
Conductivité thermique à $20^{\circ}\text{C}$ ( $\text{J/m.s. } ^{\circ}\text{C}$ )	146	240	240	24071	380
Résistivité électrique ( $\Omega\cdot\text{m}$ )	$4,4\cdot 10^{-8}$	$2,68\cdot 10^{-8}$	$47,8\cdot 10^{-8}$	$10\cdot 10^{-8}$	$1,7\cdot 10^{-8}$
Coefficient de dilatation ( $\text{m}/^{\circ}\text{C}$ )	$25,7\cdot 10^{-6}$	$24,6\cdot 10^{-6}$	$8,5\cdot 10^{-6}$	$11,9\cdot 10^{-6}$	$16,4\cdot 10^{-6}$
Magnétisme	Non	Non	Non	Oui	Non

**b) Propriétés mécaniques/Erosion**

La couche d'oxyde très adhérente et dure explique la longévité de pièces en titane soumises aux chocs de particules en suspension dans les fluides. Cet effet est amplifié par la capacité de cette couche de se régénérer. [26]

**c) Résistance et ductilité**

Le titane est considéré comme un métal ayant une résistance mécanique importante et une bonne ductilité dans les conditions standard de température. Sa résistance spécifique (rapport résistance à la traction / densité) surclasse l'aluminium et l'acier. [26]

**d) Usure et grippage**

Jusqu'à ce jour, aucune solution satisfaisante n'a encore été mise au point. Des tentatives ont porté principalement sur l'oxydation, la nitruration, la boruration et la carburation. On se heurte à de nombreuses difficultés technologiques de réalisation et d'adhérence. Ajoutons que les traitements de surface du titane, modifiant la nature ou la structure de la surface, ne sont à employer qu'avec la plus grande prudence et après une étude approfondie de leurs influences ; ils ont généralement un effet néfaste plus ou moins prononcé sur la résistance et la fatigue. [26]

**I.3.5.2.4 Aciers inoxydables**

Les aciers inoxydables jouent un grand rôle dans d'innombrables domaines : vie quotidienne, industrie mécanique, agroalimentaire, chimie, transports, médecine, chirurgie, etc. Ce sont des aciers, alliages de fer et de carbone, auquel on ajoute essentiellement le chrome qui, au-delà de 12 à 13 %, produit la résistance souhaitée à l'oxydation.

D'autres éléments peuvent être ajoutés, notamment le nickel qui améliore les propriétés mécaniques en général et la ductilité en particulier, et d'autres éléments comme le molybdène ou le titane qui améliore la stabilité de l'alliage pour des températures autres que l'ambiante ainsi que des éléments à hauts points de fusion comme le vanadium et le tungstène accompagné en général d'une augmentation de la teneur en chrome, pour obtenir la résistance aux hautes températures au contact d'une flamme (aciers réfractaires).

Le choix d'un acier inoxydable est basé sur une série de critères dont certains sont en relation directe avec son excellente résistance à la corrosion. Cette propriété donne au matériau inoxydable

une durée de vie quasi exceptionnelle dans la très grande majorité de milieux et donc des applications. [27]

## **I.4 Les matériaux nanostructures**

### **I.4.1 Introduction**

Les matériaux nanostructurés (ou nanomatériaux) connaissent un intérêt grandissant, en raison de leurs propriétés physiques souvent plus intéressantes que celles des matériaux massifs de même composition, en raison de la taille nanométrique des cristallites et du volume important d'interfaces (jusqu'à 50 %), qui confèrent au matériau des propriétés physico-chimiques particulières et ouvrent des champs d'application nouvelles. Parallèlement, le développement de nouveaux procédés de synthèse de ces nanomatériaux, tels que le broyage à haute énergie, a connu un véritable essor. Notamment, appliqué aux matériaux magnétiques, le broyage à haute énergie permet l'élaboration de matériaux constitués de très fines particules magnétiques (de l'ordre du nanomètre) insérées dans une matrice non magnétique nanométrique (cristallites de l'ordre de quelques dizaines de nanomètres). Ainsi, le broyage haute énergie a été appliqué à plusieurs systèmes, l'objectif étant la modélisation microstructurale et la modélisation magnétique des poudres nanostructurées correspondantes. La variation des "conditions de broyage" (température et intensité) pourrait également permettre d'induire des modifications significatives sur la nanostructure des alliages. [28]

Dans ce chapitre à caractère bibliographique, nous présentons de façon générale, une synthèse concernant les matériaux nanostructures, leur classification et leurs principales propriétés seront décrites. Puis, leurs nombreuses applications et les deux grandes approches d'élaboration des nanomatériaux. Ensuite les procédés de fabrication par différentes voies seront répertoriés notamment la voie mécanique (la mécanosynthèse). Enfin une description détaillée des phénomènes induits lors du broyage haute énergie de poudres est également illustrée.

### **I.4.2 Les matériaux nanostructures**

Les matériaux nanostructurés constituent une nouvelle classe présentant non seulement un intérêt sur le plan fondamental (compréhension de la physique qui gouverne la croissance, la structure et les propriétés de ces matériaux), mais offrant également la possibilité de réaliser des matériaux aux propriétés contrôlables et très souvent d'intérêt majeur dans de nombreuses applications. [29] L'étude de leurs propriétés chimiques, mécaniques, électriques, magnétiques et optiques ont de plus démontré qu'il était possible de les maîtriser et de les diriger en contrôlant la taille des entités nanométriques les constituant et la façon dont ces constituants sont assemblés. [29]

### I.4.3 Classification des nanomatériaux

Les matériaux nanostructurés ou nanomatériaux sont par définition des solides dans lesquels un paramètre au moins (orientation du réseau cristallin, composition chimique, densité atomique) varie sur une échelle nanométrique. La définition des nanomatériaux regroupe ainsi des matériaux dont les structures et les propriétés physiques sont très diverses et sont souvent tributaire de la technique d'élaboration. Les matériaux nanostructurés peuvent être classés selon différents critères. [29]

- Des domaines atomiques confinés à moins de 100 nm dans au moins une dimension.
- Les couches simples et multiples modulées selon une ou deux dimensions.
- Les matériaux nanophasés ou nanocristallins tridimensionnels.

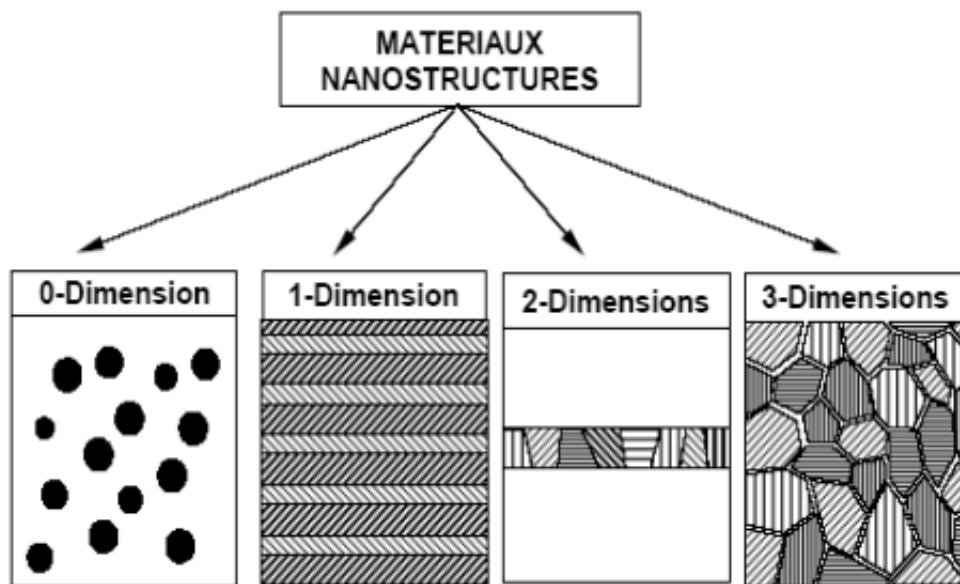


Figure I-5 : Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure. [29]

- a) **Matériaux de dimension 0** : matériaux sous forme dispersée, aléatoire ou organisée, comme dans les cristaux colloïdaux pour l'optique ou les fluides magnétiques ;
- b) **Matériaux de dimension 1** : matériaux sous forme de nanofils ou de nanotubes ;
- c) **Matériaux de dimension 2** : matériaux sous forme de couche mince, comme dans les dépôts d'agrégats ou de revêtements épais obtenus par projection plasma ou voie électrochimique ;
- d) **Matériaux de dimension 3** : matériaux sous forme compacte comme dans les céramiques et les métaux nanostructures.

#### **I.4.4 Propriétés spécifiques des nanomatériaux**

Les métaux nanocristallins possèdent des propriétés mécaniques meilleures que celles des métaux de taille de grains conventionnelle, telle que l'élongation, la dureté, la superplasticité et la résistance à l'usure. Les propriétés magnétiques des nanomatériaux sont également influencées par l'état nanocristallin. Ainsi, l'aimantation à saturation,  $M_s$  et température de transition ferromagnétique diminuent considérablement. [30]

#### **I.4.5 Les procédés de fabrication des nanomatériaux**

Ces dernières décennies, plusieurs techniques de synthèse ont permis l'obtention de matériaux nanocristallins reproductibles avec contrôle des paramètres nanostructuraux. On peut classer les techniques en trois grandes catégories : *voie physique, voie chimique et procédés mécaniques*.

##### **I.4.5.1 voie physique**

L'élaboration des nanoparticules peut être réalisée à partir d'une phase vapeur extraite d'un matériau source par chauffage (fusion en creuset ou sans creuset) ou par bombardement (faisceau d'électrons, pyrolyse laser). Dans la plupart des cas, la vapeur du solide que l'on souhaite former est refroidie par collisions avec un gaz neutre et le matériau est collecté sur une paroi froide. Une autre voie d'obtention de nanopoudres consiste à utiliser l'action de microondes sur des poudres de taille millimétrique. Des couches minces d'épaisseur nanométrique. Peuvent également être réalisées par la voie *PVD (Physical Vapor Deposition)* ou par croissance épitaxiale. Les nanotubes de carbone, enfin, peuvent être obtenus par ablation laser, décharge plasma ou décomposition catalytique.

##### **I.4.5.2 voie chimique**

Le procédé *CVD (Chemical Vapor Deposition)* repose sur une réaction chimique entre un composé volatil du matériau à déposer et la surface du substrat à recouvrir. Cette réaction peut être activée par un chauffage du substrat (*CVD thermique*) ou par l'action d'un plasma électrique (*CVD assistée plasma*). Le procédé est mis en œuvre dans une chambre de dépôt, généralement sous pression réduite (quelques mbar). Cette technique permet d'élaborer des couches minces, de l'ordre du micron à quelques dizaines de microns d'épaisseur, de matériaux de natures très diverses (carbures, nitrures, oxydes, alliages métalliques, etc.). [31] La précipitation des nanoparticules est obtenue par une modification des conditions de l'équilibre physico-chimique, soit par précipitation chimique, soit par hydrolyse. Enfin, les techniques sol-gel permettent de produire des

nanomatériaux (optique, magnétique, électronique, catalyseur, énergie, capteurs...) par le biais de réactions de polymérisation inorganiques.

### I.5.4.3 méthode mécanique

Parmi les techniques d'élaboration par *méthode mécanique*, la technique dite de mécanosynthèse consiste généralement à broyer des poudres micrométriques (1 à 30  $\mu\text{m}$ ) de plusieurs alliages. Elle permet l'obtention de nanoprecipités ou nano-objets dispersés de façon homogène au sein de la matrice. Les techniques de densification consistent à convertir un matériau pulvérulent en une pièce massive et comporte deux étapes : une opération de compactage mécanique et une opération de frittage. La compression isostatique à chaud permet de réaliser ainsi ces deux opérations en une seule étape.

Des techniques de forte déformation (torsion, extrusion...) sont également développées pour l'obtention de nanocristaux et de nanostructures. Un des avantages des méthodes mécaniques est de pouvoir s'appliquer aux poudres d'alliages métalliques contenant deux ou plusieurs constituants

#### I.4.5.3.1 Synthèse mécanique

La mécanosynthèse consiste à broyer des poudres micrométriques (1 à 50  $\mu\text{m}$ ) de plusieurs alliages pour les mélanger. Les poudres sont introduites dans un container scellé, accompagnées de billes en acier ou en tungstène. L'ensemble agité fortement, va permettre une déformation plastique accompagnée d'une usure mécanique de haute énergie. La matière est alors raffinée en continu jusqu'à l'obtention d'une taille nanométrique. La température nécessaire en mécanosynthèse est basse, ce qui permet un grossissement lent des particules formées (*Gaffet et Le Caër, 2004*). [31]

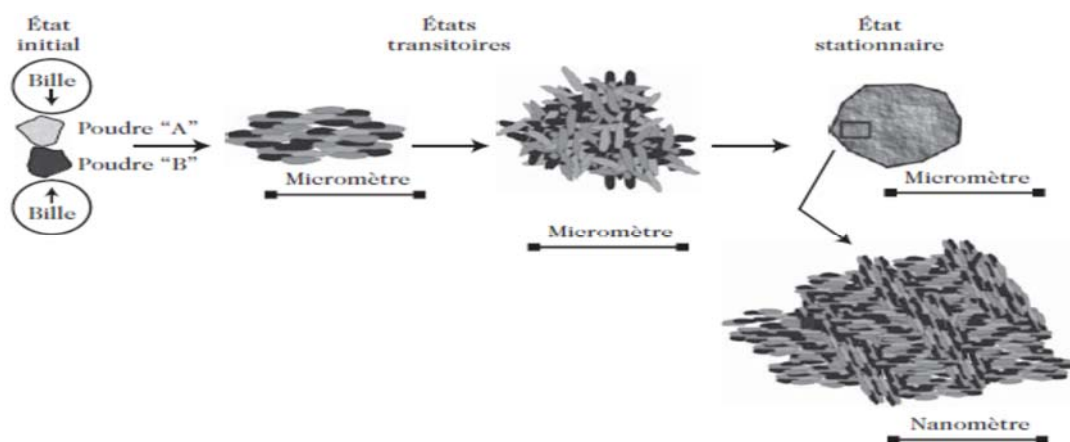


Figure I-6 : Mécanisme conduisant à la formation d'une nanostructure lors de la mécanosynthèse (Gaffet – CNRS). [31]

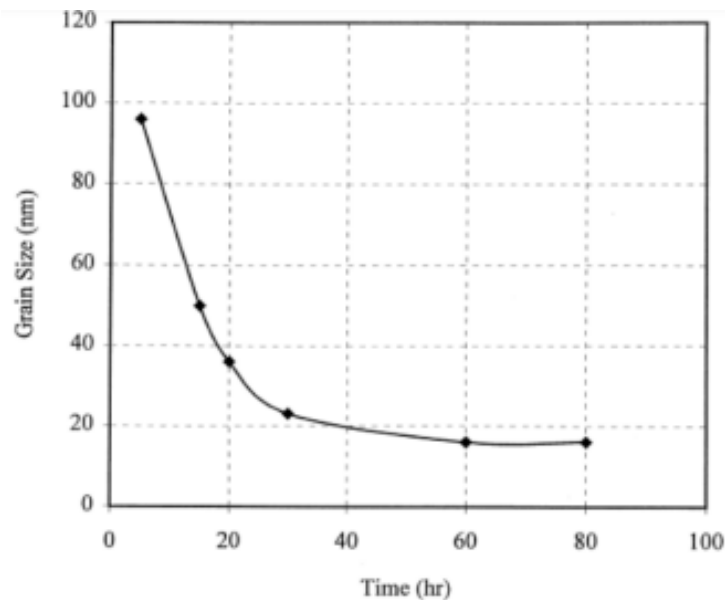


Figure I-7 : Evolution de la taille des grains avec le temps de broyage. [32]

La taille des cristallites diminue au cours du temps de broyage. Or, la contrainte minimale  $\sigma_p$  nécessaire pour déformer plastiquement un matériau peut s'écrire (*Loi de Hall-Petch*). [33]

$$\sigma_p = \sigma_0 + k/d^{1/2} \dots\dots\dots(I-2)$$

Où  $\sigma_0$  et  $k$  sont des constantes dépendant du matériau, et  $d$  la taille des cristallites. Lors du broyage, la contrainte de déformation plastique  $s_p$  augmente au fur et à mesure de la diminution de  $d$ . Lorsque  $\sigma_p$  devient supérieure à la contrainte appliquée lors des chocs, cette dernière est alors insuffisante pour plastifier le matériau.

#### I.4.5.3.2 Les mécanismes de broyage mécanique à haute énergie

##### ✓ *Fragmentation*

La réduction de la matière en petits fragments ou en poudre est obtenue par l'opération de broyage. Généralement, on distingue trois types de fragmentation :

- la fragmentation grossière ;
- la fragmentation fine ;
- la fragmentation ultrafine.

A chaque type de fragmentation correspond un appareillage spécifique et des mécanismes de fragmentation particuliers.

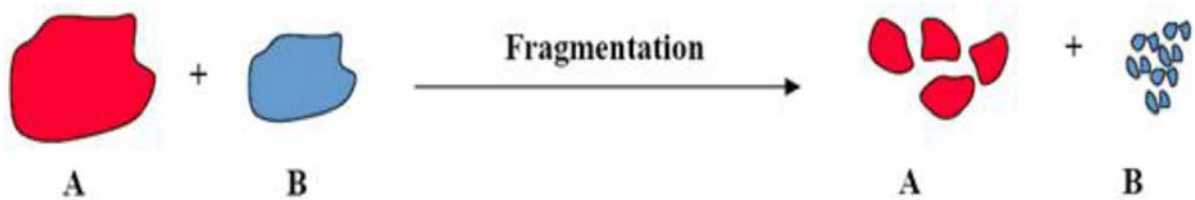


Figure I-8 : Schéma du phénomène de fragmentation lors du co-broyage. [33]

### ✓ *L'agglomération*

Lors du co-broyage, des phénomènes d'agglomération apparaissent et sont responsables de la formation des particules de composite. Lorsque les forces de surface inter partielles deviennent importantes, il y a attraction des particules. Le contact devient permanent et deux particules n'en constituent alors plus qu'une seule. Ce processus conduit à une évolution des distributions granulométriques puisque les classes de petites tailles se dépeuplent au profit des classes de tailles plus importantes.

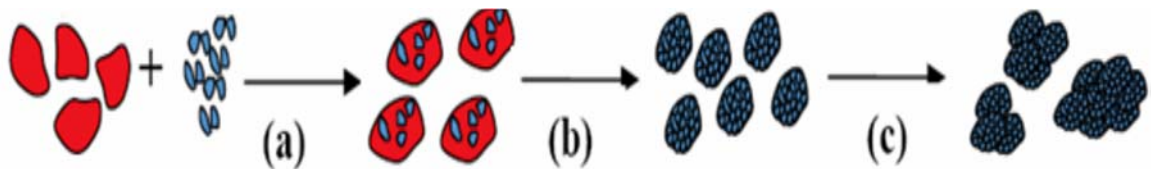


Figure I-9 : Différentes étapes d'agglomération au cours du co-broyage : (a) soudure, (b) enrobage et (c) agglomération. [34]

#### I.4.5.3 Paramètres influençant sur la nature du produit obtenu par synthèse mécanique

Le broyage à haute énergie est un processus complexe et implique une optimisation du nombre de variables pour obtenir le produit final. Certains de ses paramètres ont un impact sur la nature du produit final. La production de poudres nanostructurées nécessite donc beaucoup de précautions. Il est clair que quelle soit la méthode utilisée pour produire les nanostructurées, les poudres issues de la synthèse peuvent être contaminées à différents niveaux. L'origine de ces contaminations peut être multiple.

En général les contaminations principales dépendent des facteurs suivants:

- Intensité de broyage ;
- atmosphère de broyage ;
- nature des équipements de broyage: matériaux constituant les jarres et les bille. Il faut enfin noter un effet non négligeable de la nature des gaz sur la nature du produit final et ce même pour des gaz de compositions très proches ou réputés neutres par rapport au matériau broyé.

Parmi ces causes principales extraites de la littérature, il faut distinguer celles relatives au milieu broyeur et celles relatives à la poudre elle-même. [28]

#### I.4.5.3.4 Les différents broyeurs mécaniques

Les broyeurs à hautes énergies les plus utilisées sont des broyeurs de type attriteur, de type vibrant et de type planétaire. Ils comportent un (ou plusieurs) conteneur dans lequel est placée la charge constituée de la poudre et de billes. Les différents broyeurs se distinguent par le mécanisme de mise en mouvement du conteneur, mouvement permettant aux billes d'être en mouvement relatif permanent (leurs fonctionnements reposent sur le même principe). Les trois types de broyeur de laboratoire les plus courants sont :

- **Attriteur** : Les billes sont mises en mouvement par la rotation de l'arbre central sur lequel sont fixés des bras secondaires. Le cylindre est fixé.
- **Broyeur horizontal** : Le cylindre est en rotation par rapport à son axe de symétrie horizontal par combinaison de la force centrifuge induite par cette rotation et de la gravité, les billes s'élèvent puis retombent sur les particules de poudre.
- **Broyeur vibratoire 1D** : l'enceinte est mise en mouvement oscillant vertical. Sous cette action la bille (1 kg de masse) s'élève puis retombe sur les particules de poudre.
- **Broyeur planétaire** : Le plateau sur lequel sont fixés les conteneurs est mis en rotation pour parvenir à une accélération centrifuge pouvant atteindre les 30 à 50 kg. Les conteneurs eux-mêmes sont mis en rotation de façon couplée ou découplée sur les broyeurs planétaires modernes.
- **Broyeur vibratoire 3D** : Le principe reprend celui du broyeur vibratoire à 1D. Mais cette fois-ci plus complexe puisqu'à 3 dimensions. [35]

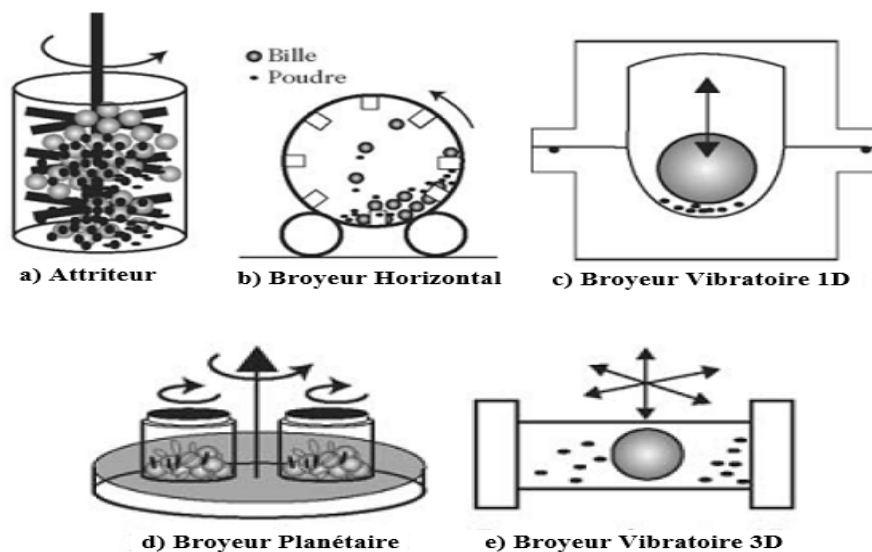


Figure I-10 : Les différents types de broyeurs. [35]

## I.5 PROTHESES TOTALES DE HANCHE

### I.5.1 Introduction

Le mot prothèse désigne un objet une pièce mécanique implantée à l'intérieur du corps vivant. Cette prothèse est destinée à remplacer et restaurer une fonction mécanique défectueuse dans l'organisme. [36]

Une prothèse totale de hanche (PTH) remplace l'articulation du bassin, elle se compose de deux parties :

- Une pièce remplace la cotyle située sur le bassin
- Une autre pièce remplace la partie de l'articulation constituée par l'extrémité supérieure du fémur.

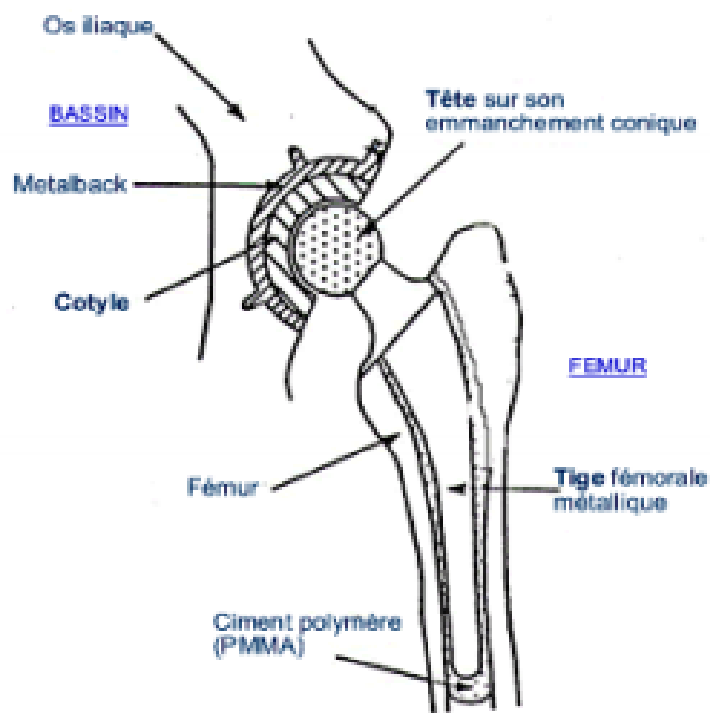


Figure I-11 : Présentation schématique d'une PTH. [36]

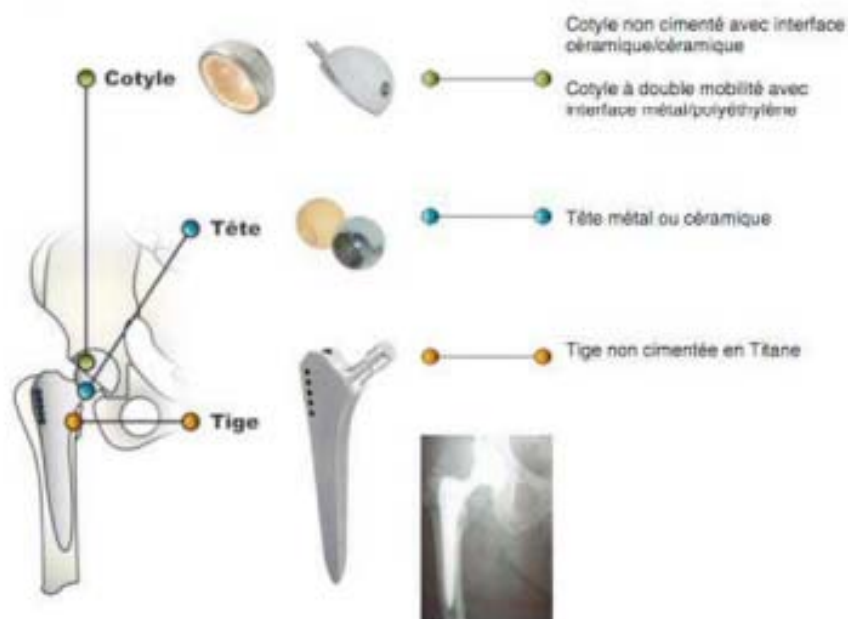
### I.5.2 Composants de prothèse totale de hanche

Une *PTH* se compose de 3 parties : la cupule, la tige fémorale, et la tête fémorale intercalée entre la cupule et la tige.

**La cupule** : Il s'agit d'une pièce creuse qui est scellée dans le bassin recevant la tête prothétique. Elles peuvent être cimentées ou non cimentées avec différentes techniques des scellements.

**La tête fémorale** : c'est l'extrémité de la prothèse fémorale qui s'articule avec la cupule pour former l'articulation prothétique. Elle peut être indépendante de la tige ou non. On les différencie par leur diamètre : 22mm, 38mm, 32mm et leurs compositions (couple de frottement).

**La tige fémorale** : partie basse de la PTH c'est celle qui prend en charge les contraintes. Elle est introduite dans le fémur après préparation de celui-ci. Elle peut être scellée dans le fémur à l'aide de ciment acrylique, c'est le cas des tiges dites droites, ou bloquée en force dans le canal du fémur, c'est le cas des tiges anatomiques qui épousent la morphologie de l'os, et qui peuvent être non cimentées et recouvertes d'Hydroxyapatite ou cimentée. [36]



**Figure I-12** : Schéma d'une prothèse totale de hanche et des différentes parties de la prothèse. [37]

### **I.5.3 Types des prothèses**

#### **I.5.3.1 Prothèses cimentées**

Les prothèses cimentées, où la jonction os/tige fémorale est assurée par un ciment PMMA. Ce type de fixation permet au patient de marcher dès son réveil. L'implantation d'un corps étranger dans l'os crée fatalement des interfaces qui sont des zones contre nature, donc qui sont exposées et fragiles. La cimentation crée une interface « os-ciment » et une interface « ciment-prothèse ». Ce procédé est donc fortement déconseillé chez les patients jeunes car la pose nécessite beaucoup de place et présente une fiabilité limitée sur le long terme, en particulier dans le cas d'une pratique physique importante. [38]

#### **I.5.3.2 Prothèses non cimentées**

Les prothèses non cimentées. La jonction os/tige fémorale est assurée par la repousse osseuse sur la surface de la prothèse, ce qui suggère une immobilisation plus importante que pour l'usage d'un ciment (quelques jours contre quelques heures). Cette pratique n'est donc pas recommandée chez les personnes âgées (souffrant souvent d'ostéoporose, et ne pouvant être immobilisées sur de longues durées au risque d'escarres...). Cette technique requiert un traitement préalable de la surface de la tige pour augmenter sa rugosité ou en déposant un revêtement poreux parfois bioactif favorisant la repousse osseuse (HAP typiquement). [38]

#### **I.5.3.3 Prothèses hybrides**

Les prothèses hybrides qui comportent en général une cupule non cimentée (ou press-fit) et une tige fémorale cimentée. [39]

### **I.5.4 Couples de frottement**

Les nouvelles techniques et matériaux développés ont donné le jour à quatre types de couples en accord avec les spécificités requises énoncées plus haut :

#### **I.5.4.1 Couple métal / polyéthylène**

Ce couple introduit par *Charnley* en 1963 reste encore aujourd'hui l'un des plus utilisés. Le métal est soit de l'acier inoxydable (316L), soit un alliage chrome-cobalt. Le polyéthylène est un PE de très haut poids moléculaire (UHMWPE). Ce couple est très utilisé pour la prothèse du genou. [40] Son coefficient de frottement est bas, mais augmente avec le temps suite à l'usure du PE. De

plus, l'usure du PE demeure assez importante : *Charnley* l'estimait à 0,1mm/an in vivo. Cependant on s'aperçoit aujourd'hui de problèmes dépassant la seule préoccupation de l'usure, puisqu'un relargage d'ions métalliques important (*Chrome, Cobalt, Nickel...*) apparait. La question de ces ions métalliques et de leur effet néfaste sur la santé humaine freine fortement le développement de ces couples aujourd'hui. Un exemple de couple est présenté dans la figure I-13. [38]



**Figure I-13:** Exemple de couple de frottement métal/UHMWPE. [41]

#### I.5.4.2 Couple céramique / polyéthylène

Le couple Alumine/polyéthylène est l'un des plus employés. Il présente un coefficient de frottement faible (0,01) mais l'usure du polyéthylène (*UHMWPE*), bien que faible, fait encore l'objet d'études très controversées. La fragilité de l'alumine ne permet pas l'utilisation de tous les designs au risque de rupture de tête en utilisation (impossibilité de réaliser des têtes de 22mm, usinage du col soumis à des cotes strictes) (Fig. I-14).



**Figure I-14:** Exemple d'un couple céramique/polyéthylène à droite. [41]

### I.5.4.3 Couple céramique / céramique

Traditionnellement, la taille des têtes était limitée par les problèmes d'usure et du couple de friction sur la partie acétabulaire. Bien que ce constat soit encore significatif concernant l'*UHMWPE*, il ne reste pas vérifié pour les couples dits « durs ». C'est la dureté des céramiques, associée à une très bonne tolérance biologique, qui fait leur principal attrait. [42]



Figure I-15: Exemples de couples céramique-céramique). [43]

### I.5.4.4 Couple métal / métal

Utilisé conjointement au couple Métal/polymère de 1960 à 1975 (*prothèse de Mc Kee*), il a ensuite été abandonné (travaux de *Boutin, Kerboul* et *Sedel*). Il s'agissait essentiellement d'un couple Cr-Co-Mo/ Cr-Co-Mo, possédant un coefficient de frottement élevé (de l'ordre de 0,1), ainsi qu'une usure modérée mais générant de nombreux descellements à priori suite à des problèmes de non-respect de la "*low friction*" (problème de fini de surface...). Reste en suspens la problématique des réactions immunitaires massives aux corps étrangers dans l'os et les muscles suite aux débris d'usure.

Cependant, les progrès réalisés sur les matériaux et techniques de fabrication ont permis d'améliorer la sphéricité, l'état des surfaces (rugosité : « *low friction* » et « *low wear* ») et donc de diminuer les jeux articulaires. Un regain d'intérêt a alors été porté aux nouveaux couples Cr-Co/Titane, développés par Muller en 1990, et ce jusque dans les années 2000. [44] Ces couples sont encore très utilisés, notamment aux Etats-Unis.

Néanmoins, actuellement les couples métal/métal (Fig. I-16) sont sévèrement critiqués suite au relargage d'ions métalliques quantifiable dans l'organisme, cause peut être avérée de pseudotumeurs par exemple. Depuis 2010, les différents organismes de surveillance de la santé (FDA, MHRA, ...) se sont penchés sur les cas des couples métal/métal en insistant sur le suivi des

patients implantés (en particulier le dosage des particules métalliques dans le sang, les urines...). [45] Les dernières études réalisées montrent que ces couples pourraient, dans un avenir proche, être bannis du marché, à cause des douleurs, des empoisonnements et de leur éventuel facteur cancérigène.



Figure I-16: Exemple de couple de frottement métal/métal. [46]

### I.5.5 Problèmes liés à l'usure mécanique des prothèses totales de hanche

La prothèse de hanche doit supporter un effort lié au poids du corps, et au cours d'un cycle de marche (correspondant à la durée d'un pas, soit environ 1 seconde), la force maximale s'appliquant alors sur la tête fémorale peut atteindre jusqu'à 3 fois le poids du corps, i.e. 3  $kN$ .

Cette évolution de la force  $F$  appliquée sur la tête fémorale est donnée pour une marche lente. Lors d'une marche plus rapide ou simplement lors d'une montée d'escaliers, la force appliquée peut atteindre une valeur comprise entre 7 et 8 fois le poids du corps.

Il existe plusieurs causes d'échec des implants, pouvant entraîner des dégâts plus ou moins importants et allant jusqu'à une réintervention). [47]

#### I.5.5.1 L'USURE

L'usure est due au frottement de la tête de la prothèse fémorale habituellement métallique à l'intérieur de la cupule en polyéthylène. Ce couple de frottement Métal/Polyéthylène est le plus utilisé dans le monde. Il détient avec les prothèses type Charnley, le record de longévité. [48]

**a) Usure par adhésion**

Ce mode d'usure intervient lorsque les aspérités de deux surfaces entrent en contact. Elles adhèrent et forment des jonctions équivalentes à des soudures très résistantes. Les aspérités sont déformées, puis rompues lors du déplacement relatif des antagonistes. Il y a alors transfert du matériau le plus mou vers le plus dur. L'expérience montre que dans la plupart des cas de frottement métal contre polymère, même en milieu lubrifié, les phénomènes d'adhésion ont un rôle prédominant. Les particules d'usure se forment préférentiellement à partir du matériau qui a la plus faible résistance au cisaillement. Un transfert s'opère vers le matériau le plus dur. [49]

**b) Usure par abrasion**

L'usure abrasive résulte principalement d'une action mécanique, lorsque des particules dures rayent une surface. Ces particules peuvent être présentes dans l'interface ou faire partie intégrante de l'un des deux antagonistes. Deux cas de figure sont identifiés : La rayure est formée soit par déformation plastique (labourage) soit par micro-usinage avec formation de copeaux. [50]

**c) Usure par délamination**

L'usure par délamination résulte de l'application cyclique d'efforts : c'est un phénomène de fatigue. Elle comporte quatre étapes :

- déformation ;
- amorçage des fissures ;
- propagation ;
- formation de particules d'usure.

Les efforts engendrent des déformations en sous-couche qui, en s'accumulant, génèrent des fissures à une profondeur calculable à partir des composantes des contraintes de cisaillement et de compression. L'étape suivante correspond à la propagation des fissures qui peut être déterminée par la mécanique linéaire de la rupture (en fonction des propriétés du matériau et du coefficient de frottement). Lorsque les fissures atteignent en sous-couche une longueur suffisante, elles deviennent instables et se propagent jusqu'à la surface. Elles créent ainsi des débris d'usure. [49]

**d) Usure par frottement-corrosion**

L'action simultanée du frottement et de la corrosion est souvent rencontrée dans la pratique, en particulier lorsqu'un des antagonistes au moins est composé d'éléments métalliques. Les

métaux sont naturellement recouverts d'un film passif lorsqu'ils sont immergés dans le milieu physiologique. L'action mécanique du frottement va entraîner la destruction de cette couche protectrice et l'activation des phénomènes de corrosion.

Les cas sont fréquents dans l'industrie chimique et en biologie. Ce phénomène se produit également lorsque le frottement se fait à température élevée. Ces phénomènes de tribocorrosion interviennent dans le domaine biomédical, en particulier en orthopédie où l'on utilise très fréquemment des matériaux métalliques). [50]

### I.5.5.2 La luxation

La luxation est définie par une perte totale de contact des surfaces articulaires d'une articulation, se produisant lors d'un traumatisme.

- La luxation à la suite d'une arthroplastie (prothèse de hanche) est la cause la plus commune (à la suite d'une erreur de positionnement des pièces par exemple).
- La luxation sur hanche saine est observée lors d'accidents de la route, des sports de contact (football, rugby, hockey, lutte) et lors de certaines chutes.
- Les signes et symptômes sont : douleur en arrière de la cuisse et de fesse, la jambe paraît plus courte. La hanche est en position de flexion, adduction et rotation interne.

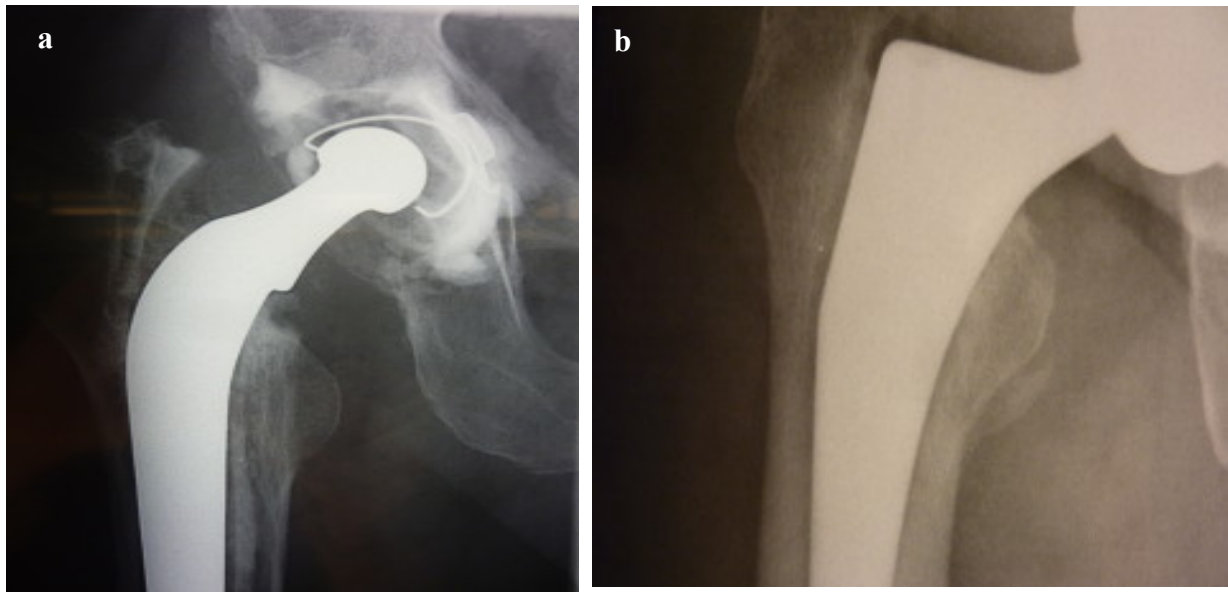
La luxation postérieure est la plus fréquente soit de 85 à 90 %. Le mécanisme de cette luxation est un mouvement de flexion et d'adduction de hanche ainsi qu'une flexion de genou, ce qui crée une force qui entraîne la tête fémorale à sortir de l'*acetabulum* vers l'arrière. Les mouvements luxant sont alors la flexion, l'adduction et la rotation interne. Pour la luxation antérieure, les mouvements luxant sont l'extension et la rotation externe.



Figure I-17 : Luxation d'une prothèse de hanche. [51]

### I.5.5.3 Le Descellement

Le descellement d'une prothèse est, au sens strict du terme, la perte de la fixation cimentée (à l'aide de ciment) d'une prothèse. Depuis le développement des prothèses non cimentées (sans ciment), ce terme s'est étendu à la perte de fixation en général des composants prothétiques (implants).



**Figure I-18** : Descellement de la tige ; a) cimentée. b) non cimentée. [52]

Le descellement peut concerner un ou les deux composants prothétiques. Le descellement peut être d'origine mécanique (descellement aseptique) ou infectieuse (descellement septique). Le descellement aseptique est le plus souvent la conséquence d'une réaction inflammatoire conduisant à l'altération (endommagement) du tissu osseux situé autour de la prothèse (ostéolyse péri-prothétique) par le biais des particules d'usure (plastique, métal, céramique, etc.). Le descellement se traduit par des douleurs et par la migration des implants, appréciée par le chirurgien, qui compare vos clichés radiologiques successifs.

---

## I.6 Conclusion

Il est clair que cette nouvelle famille de matériaux "les matériaux nanostructurés" est en train d'émerger et que de nombreux progrès doivent encore être faits pour optimiser leurs propriétés dans diverses atmosphères et pour prévoir leur comportement. Des études sont en cours dans différents laboratoires pour caractériser ces matériaux et améliorer les procédés d'élaboration,...

Toutes les méthodes, citées plus avant, possèdent la capacité de produire des poudres ayant une taille de cristallite nanométrique. Cependant, la synthèse des poudres nanométriques, par broyage mécanique nécessite un contrôle précis des paramètres de l'élaboration (température, atmosphère, contamination, etc.) de façon à éviter l'oxydation, la croissance des cristallites formées et le degré de contamination. Il existe aussi une limite au-dessous de laquelle la taille des cristallites ne peut pas être réduite par cette technique. [33]

Le problème posé à la recherche fondamentale en matière de conception d'implants articulaires est celui que pose l'usure du couple métal sur plastique ou de tout autre couples (Céramique-Céramique, etc.).

---

**I.7 RIFFERANCES BIBIOLGRAFIQUES**

- [1] Iken M, Boutamine H, « *Etude métallurgiques et tribologique d'une prothèse totale de hanche (PTH) en alliage à base de titane : ti-6al-7nb* », mémoire master, Université d'Abbes Laghrour, Khenchela, (2016).
- [2] B. D. Ratner, A. S. Hoffman, F. J. Schoen, J. E. Lemons (2013) *Biomaterials Science: An Evolving, Multidisciplinary Endeavor* in B. D. Ratner, A. S. Hoffman, F. J. Schoen, J. E. Lemons (Eds.) *Biomaterials Science. An Introduction to Materials in Medicine*, 3rd Edition, Academic Press, Elsevier Inc.
- [3] L. L. Hench, The challenge of orthopaedic materials, *Current Orthopaedics*, Volume 14, Issue 1, p.7-15, (2000).
- [4] C. Damia, « *Elaboration de poudres et de dépôts d'hydroxyapatite à haute et basse température pour applications biomédicales* », Thèse soutenue à l'université Paul Sabatier-Toulouse III, Nombre de pages 183p, (2005).
- [5] X. Ranz, « *Développement et caractérisation de dépôts d'apatite obtenus par projection plasma sur prothèses orthopédiques* », l'I.N.P de TOULOUSE, (1996).
- [6] B. CALES. NORTON, « *Desmarquest Fine Ceramics - Z.I* ». N°1 - 27025 Evreux – France. [www.maitrise-orthopedique.com](http://www.maitrise-orthopedique.com)
- [7] M. FELLAH, LABAÏZ Mohamed, ASSALA Omar, « *Tribological Behavior of Friction Couple: Metal/Ceramic (Used for Head of Total Hip Replacement)* ». John Wiley & Sons, Inc., USA. *Advances in Bioceramics and Porous Ceramics VI*, 34 (6) (2013) 45-57.
- [8] M. FELLAH, ABDUL SAMAD Mohammed, LABAÏZ Mohamed, ASSALA Omar, « *Sliding friction and wear performance of the nano-bioceramica-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> prepared by high energymilling* ». *Tribology International*, 91 (2015) 151-159.
- [9] M. FELLAH, « *Hot isostatical pressing of the nano-bioceramica-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Improvement of mechanical proprieties* ». *Proceedings of the 14th International Conference on Tribology SERBIATRIB'15*, published by Serbian Tribology Society, Kragujevac. Edited by A. Vencl (13-15 Mai 2015) 485-498 <http://tribolab.mas.bg.ac.rs/proceedings.html>

- [10] S. F. Hulbert, L. L. Hench, D. Forbers and L. S. Bowman, History of bioceramics, *Ceramics International*, Volume 8, Issue 4, October-December 1982, p. 131-140
- [11] Mourad ARIOUA. « *ELABORATION ET CARACTERISATION D'UN SUBSTITUT OSSEUX POREUX A BASE DE VERRE BIOACTIF* ». L'INSA de LYON, (2007).
- [12] A. Milles, « *Les biomatériaux propriétés, applications et perspectives* ». Mémoire d'ingénieur d'état, Université de BATNA, (2007).
- [13] N.T.C. Oliveira, E.A. Ferreira, L.T. Duarte, S.R. Biaggio, et Al, « *Corrosion resistance of anodic oxides on the Ti-50Zr and Ti-13Nb-13Zr alloys* ». *Electrochemical Acta*, 51 (2006) 2068-2075.
- [14] Y. Li, L.J. Rong, Y.Y. Li et V.E. Gjunter, « *Synthesis of porous Ni-Ti shape-memory alloys by self-propagating high-temperature synthesis: reaction mechanism and anisotropy in pore structure* ». *Acta Materialia*. 48 (2000), 3895-3904.
- [15] N. Passuti, M. Baquey, M. Guillot, M. Reach, « *Les biomatériaux* ». Fondations pour la recherche medicale. (2000), 1. [www.frm.org](http://www.frm.org).
- [16] H.J. Breme, V. Biehlet J.A. Hielsen, « *Metals and implants* ». *Metals as Biomaterials*, éd. Wiley and Sons. (1998), 36-71.
- [17] C. Wirth, « *Influence de l'état de surface de l'alliage nickel-titane sur le comportement cellulaire* ». Mémoire magister Présenté dans Ecole pratique des hautes études sciences de la Vie et de la Terre. (2004).
- [18] A. Blaga, « *Propriétés et comportement des matières plastique* ». Archivé CBD-157-F [http://irc.nrc-cnrc.gc.ca/pubs/cbd/cbd157\\_f.html](http://irc.nrc-cnrc.gc.ca/pubs/cbd/cbd157_f.html).
- [19] H.F. Hildebrand & J.C. Hornez, « *Biological response and biocompatibility* ». *Metals as Biomaterials*. éd. Wiley and Sons. (1998), 265-290.
- [20] G. Nicolas, D. Geiger, C. Oddou, C. Hamonet, « *Des fils d'alliages à mémoire de formes utilisés comme actionneurs d'orthèses dynamiques programmables* », *Proceedings du Colloque Mécano-Transduction*. (2000), 123-130.

- [21] B. Gelas, M. Armand, L. Seraphin, R. Tricot, « *Titane et alliages de titane* », Techniques de l'Ingénieur, M 557, (1976).
- [22] J.H. Qiu, « *Passivity and its breakdown on stainless steels and alloys* ». Surface and Interface Analysis. 33 (2002), 830-833.
- [23] K. Wang, L. Gustavson ET J. Dumbleton, "*Low modulus, high strength, biocompatible alloy for medical implants*", Titanium Science and Technology. 92 (1993), 2697-2704.
- [24] Y.V. Murty, "*Use of stainless steels in medical applications*", in: Materials and processes for medical devices conference, Anaheim, Calif. USA. (2004), 289-293.
- [25] R. Tricot, Matériaux et Techniques. 1-2 (1988), 47.
- [26] J.A. Planell, F.J. Gil, "*Contribution of metals and alloys to the design and development of biomaterials*", Anales de Química Int. E d. 93 (1997), 17-21.
- [27] C- E.B. Marino, L-H.Mascaro, "*E.I.S. characterization of a Ti-dental implant in artificial saliva media-Dissolution process of the oxide barrier*", Journal of Electroanalytical Chemistry. 568 (2004), 115-120.
- [28] CHANBI. D, « *ÉLABORATION, CARACTÉRISATION DES ALLIAGES Fe<sub>1-x-y</sub>Al<sub>x</sub>Cry ET ÉTUDE DU COMPORTEMENT Á L'OXYDATION HAUTE TEMPÉRATURE* ». Université d'ANNABA, (2006).
- [29] GRAFOUTE. M, Thèse de doctorat, Université du MAINE, FRANCE. (2004).
- [30] MOUMANI. H, Thèse de doctorat, Université de ANNABA, (2005).
- [31] Afsset, Les nanomatériaux : effets sur la santé de l'homme et sur l'environnement , Juillet (2006).
- [32] Farizon, F., et al., « *Characteristics on wear of different metal-polyethylene total knee bearing surfaces. Caractéristiques d'usure de différents couples de frottement métal-polyéthylène. Etude expérimentale sur un nouveau modèle de prothèse de genou*». (1996). 82(6): p. 522-528.
- [33] N. BOUDINAR, *Élaboration et études structurales et microstructurales des poudres nanostructurées à base de fer*. Université d'ANNABA. (2011).

- [34] E. Gaffet, G. Le Caër: Mechanical processing for nanomaterials, Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology, American Scientific Publishers, (2003).
- [35] ERIC G, G  rard L.C. Chapitre 19 : Broyage M  canique, [www.researchgate.net/publication/236894806](http://www.researchgate.net/publication/236894806), (2006).
- [36] S. HICHEM, « *  tude de comportement en rupture des proth  ses totale de hanche de type spacer* », Universit   de SIDI BEL ABBES, (2018).
- [37] [http://www.monnier-ortho.com/Prothese\\_Totale\\_de\\_Hanche\\_Mini\\_Invasive.html](http://www.monnier-ortho.com/Prothese_Totale_de_Hanche_Mini_Invasive.html).
- [38] K. Biotteau-Deheuvels, « *ELABORATION ET CARACTERISATION DE COMPOSITES ALUMINE / ZIRCON A VOCATION ORTHOPEDIQUE* ». L'INSA de LYON, (2012).
- [39] Yves Volette, Anatomie de la hanche, la proth  se de hanche, [www.plan  te-ortho.com](http://www.plan  te-ortho.com).
- [40] Farizon, F., et al., *Characteristics on wear of different metal-polyethylene total knee bearing surfaces. Caracteristiques d'usure de differents couples de frottement metal-polyethylene. Etude experimentale sur un nouveau modele de prothese de genou*, 1996. 82(6): p. 522-528.
- [41] [http://www.adorthopedie.com/interventi/artroprotesi\\_anca\\_materiale\\_coppia\\_fr\\_izione.php](http://www.adorthopedie.com/interventi/artroprotesi_anca_materiale_coppia_fr_izione.php).
- [42] Heros, R.J., *Ceramic in total hip arthroplasty: history, mechanical properties, clinical results, and current manufacturing state of the art*. Seminars in Arthroplasty, (1998): p. %U <http://ci.nii.ac.jp/naid/10019544951/en/>.
- [43] <http://www.ceramtec.com/>
- [44] Affatato, S., et al., *Mixing and matching in ceramic-on-metal hip arthroplasty: An invitro hip simulator study*. Journal of Biomechanics, (2009). 42(15): p. 2439-2446.
- [45] Antoniou, J., et al., *Metal Ion Levels in the Blood of Patients after Hip Resurfacing: A Comparison between Twenty-eight and Thirty-six-Millimeter-Head Metal-on-Metal Prostheses*. Journal of Bone and Joint Surgery, (2008). 90(Issue Suppl  ment 3): p. 142- 148.
- [46] <http://www.pryers-solicitors.co.uk/blog/personal-injury-news/concerns-about-metalon-metal-hip-components/>

- 
- [47] S.D. Cook, G.J. Gianoli, A.J. Clemow, R.J.Haddad, « *Fretting corrosion in orthopaedic alloys* », *Biomaterials, medical devices, and artificial organs*. 11 (1983-1984), 281-292.
- [48] Y. Li, L.J. Rong, Y.Y. Li et V.E. Gjunter, *Synthesis of porous Ni-Ti shape-memory alloys by self-propagating high-temperature synthesis: reaction mechanism and anisotropy in pore structure*. *ActaMaterialia*. 48 (2000), 3895-3904.
- [49] H.J. Breme, *Surface Modification and Tailoring*. *Metals as Biomaterials*, éd. Wiley and Sons. (1998), 153-176.
- [50] A.S. Loir, « *Elaboration de couches minces de carbone par ablation laser femtoseconde pour application aux biomatériaux implantables* ». Université Saint-Etienne, (2004).
- [51] Maan A, Kenneth G. Conroy, Anna M. Fenelon, Sinead T. Farrell, Carmel B. Breslin, « *Electrochemical studies on the stability and corrosion resistance of titanium-based implant materials* », *Biomaterials*. 22 (2001), 1531-1539.
- [52] Naili Mokhtar « *modalisation géométrique d'une prothèse totale de hanche* » mémoire de magister, Université de BATNA, (2008).

## **CHAPITRE II**

# **MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

## II. INTRODUCTION

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord les matières premières utilisées ainsi que les techniques d'élaboration et de caractérisation des matières premières (poudres métalliques) et des produits synthétisés. Les modes opératoires et les paramètres expérimentaux y sont exposés.

### II.1 Matériaux étudiés

L'alliage de titane étudié dans ce travail est Ti-Nb avec une teneur de Nb de (0 à 20 at. %), les échantillons étudiés ont été élaborés à partir des poudres élémentaires (classiques) chimiquement purs de titane et Nb avec une pureté de (99.99 %) et une taille de particules de 100  $\mu\text{m}$ . au laboratoire de chimie des matériaux à l'université d'Annaba.

### II.2 Synthèses Mécanique

#### II.2.1 Broyage mécanique à haute énergie (Mécanosynthèse)

Il en existe une large gamme dont celle de type *FRITSCH pulvérisette P7*, doté de jarres, pouvant contenir jusqu'à 10 billes de 18 mm de diamètre dans une jarre de 350 ml. Chaque jarre est en rotation sur son axe et fixée sur un plateau, lui-même en rotation inverse. Jarres et billes peuvent être en acier chromé, en agate,.... La vitesse de rotation du plateau peut varier de 50 à 360 tours / minute. L'énergie cinétique transmise à la poudre, suite à chaque collision, peut varier entre  $10 \times 10^{-3}$  J et  $400 \times 10^{-3}$  J. Pour éviter que l'échauffement ne soit trop important, les cycles de broyage sont interrompus par des périodes de repos. Le broyage peut durer de 24 à 100 heures. [1]

#### II.2.2 Dispositifs expérimentaux.

Dans le broyeur planétaire de laboratoire "pulvérisette 7", l'échantillon est principalement broyé grâce au choc à haute énergie des billes de broyage, et également par friction entre les billes de broyage et les parois du jarre. Les jarres de broyage, contenant la matière à broyer et 59 billes de broyage, tournent autour de leur propre axe, sur un disque porteur rotatif dans le sens opposé (Fig. II-1). [2]



Figure II-1: Broyeur planétaire - Pulverisette 7 de Fritsch. [2]

II.2.3 Mode de fonctionnement

Les forces centrifuges issues des rotations de la jarre et du disque porteur agissent sur le contenu de la jarre. Au démarrage du broyeur planétaire, la force centrifuge issue de la rotation de la jarre provoque le broyage de l'échantillon par effet de friction des billes, qui se déplacent sur la paroi interne de la jarre. A un moment déterminé, la force centrifuge, plus importante, du disque porteur entraîne le détachement de la poudre et des billes, de la paroi interne de la jarre. A une vitesse élevée, les billes traversent la jarre et écrasent la poudre qui se trouve sur la paroi interne opposée – il s'agit en l'occurrence, du broyage par effet de choc. [2]

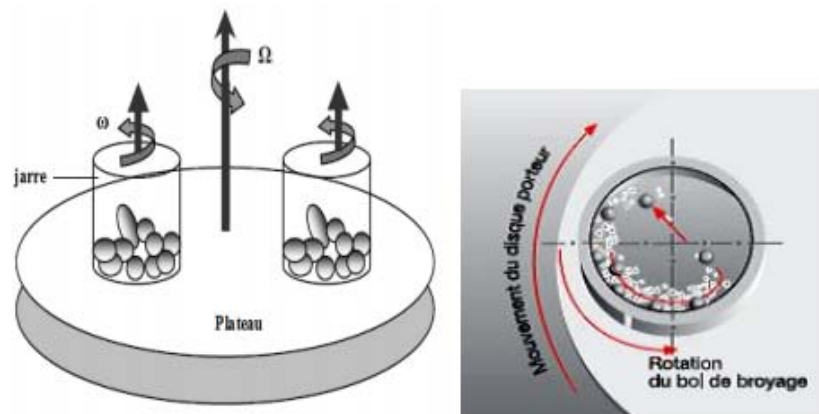


Figure II. 2 : Schématisation d'un broyeur à mouvement planétaire et de l'action des billes. [3]

## II.2.4 Etapes d'élaboration par métallurgie des poudres

### II.2.4.1 Compactage

L'étape de compaction est indispensable pour mettre en forme les poudres avant frittage et pour effectuer une première consolidation du matériau. L'obtention de gros échantillons (environ 10g de poudres) nécessite l'utilisation d'une presse isostatique. Pour l'étude des conditions de frittage que nous souhaitons mener par la suite, la compaction uniaxiale, qui nécessite moins de matière (0,5 à 1g), suffit. [4]

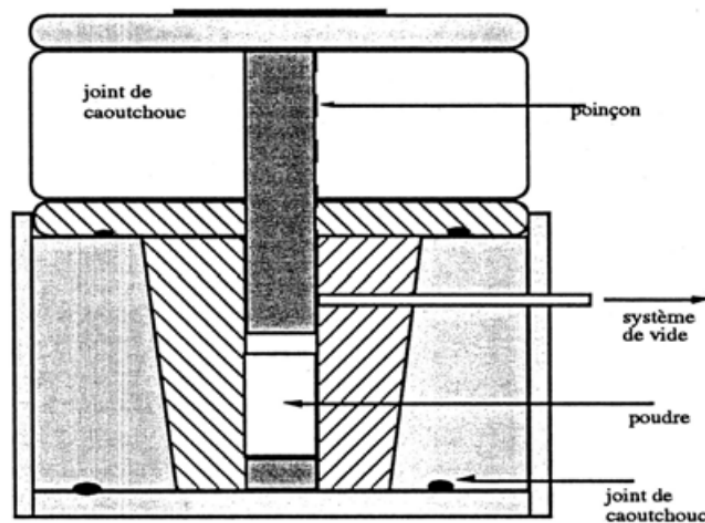


Figure II-3 : Schéma de la presse uniaxiale utilisée pour la compaction. [4]

Les poudres broyées ont ensuite été pressées uniaxialement à 100 MPa en disques circulaires (diamètre = 20 mm, épaisseur = 6 mm) à l'aide d'une matrice en acier rigide, puis frittées dans un four à vide poussé à  $300 \times 10^{-5}$  Pa à 1523,15 K pendant 1 heure. à une vitesse de chauffage de 20 K min<sup>-1</sup> pour obtenir une porosité fermée. [5] Afin de produire un matériau nanocristallin de haute densité (une densité de 99% a été mesurée selon le principe d'Archimède), les échantillons frittés ont été pressés isostatiquement à chaud (HIPed) à l'aide d'ASEA-HIP à 1323,15 K à une vitesse de chauffage de 20 K min<sup>-1</sup>. à une pression isostatique de 300 MPa pendant 30 minutes [6].

### II.2.4.2 Frittage

Le frittage à l'état solide est un traitement thermique de poudre compact. Durant le processus de frittage, la matière prend le chemin suivant: elle circule des régions dans lesquelles le potentiel chimique est élevé vers les régions dans lesquelles le potentiel chimique est faible (thermodynamique). Les flux de matière sont régis par les mécanismes de transport (cinétique). Il

existe deux forces motrices qui régissent le transport de matière. La première est le gradient de potentiel chimique, la deuxième est la contrainte générée aux contacts entre les grains. [7]

Au cours de processus de frittage on peut distinguer 3 étapes (Fig. II-4). La première étape correspond à la formation et à la croissance des ponts entre particules, elle se produit par réarrangement des grains qui se collent entre eux. La seconde étape consiste à l'élimination de la porosité ouverte. Enfin, la dernière étape, les grains grossissent et les porosités fermées sont progressivement éliminées. Dans les deux dernières étapes de frittage, on constate une prédominance des phénomènes de diffusion en volume et aux joints des grains.

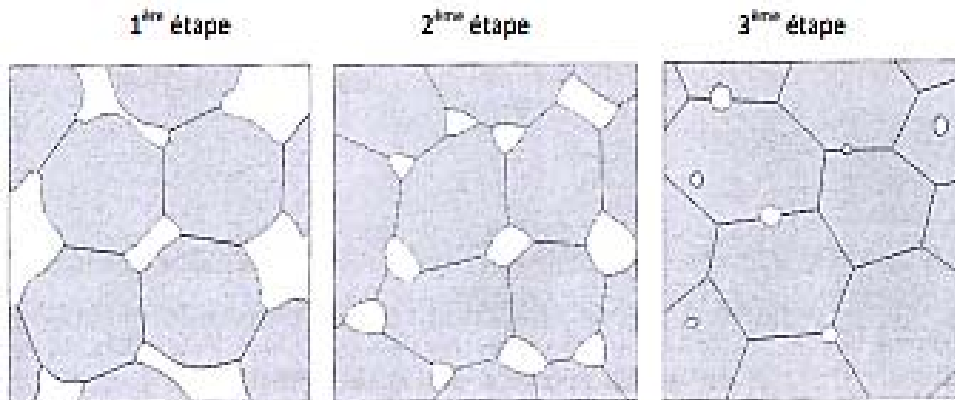


Figure II-4 : Représentation schématique des trois étapes de frittage. [8]

Le frittage des échantillons est une opération délicate. Elle dépend essentiellement du profil de température (cinétique et palier) et de l'atmosphère de frittage. Ces deux paramètres influent directement sur la densité, la taille des grains, et l'homogénéité en composition de matériau. [7]

#### II.2.4.1.1 Paramètres de frittage

Le frittage est un procédé de fabrication des pièces consistant chauffer une poudre sans la mener jusqu'à la fusion. Sous l'effet de la chaleur, les grains se soudent entre eux, ce qui forme la cohésion de la pièce. Le frittage est un phénomène très complexe car les facteurs qui interviennent sont nombreux :

- Facteurs dépendant des conditions de l'opération : température, durée ; compression ;
- Facteurs dépendant de la nature de l'atmosphère dans laquelle est effectué le frittage : vide, atmosphère réductrice, oxydante, ... ;
- Facteurs dépendant du matériau : morphologie, granulométrie, pureté. [9]

**a) Atmosphère de frittage**

Le frittage peut être effectué sous différentes atmosphères et chacune d'elle influe sur la qualité du produit final. Les pièces frittées sous air sont exposées à l'oxygène et à la vapeur d'eau ce qui altère considérablement les propriétés physicochimiques des produits frittés par l'inclusion des oxydes qui sont souvent fragiles et ils modifient ainsi les propriétés mécaniques. Par contre une atmosphère neutre ou contrôlée (à titre d'exemple l'azote ou l'argon) protège la composition d'une corrosion à haute température durant le frittage mais les oxydes existant avant le frittage restent. [10]

**b) Température de frittage**

Les températures sont choisies en principe dans un intervalle limité par les deux tiers ( $2/3$ ) et les trois quart ( $3/4$ ) de la température de fusion du matériau principal avec des durées assez courtes (de 15 min à 2h) afin d'éviter le grossissement exagéré des grains. Le frittage d'une poudre contenant plusieurs constituants peut s'effectuer, soit à une température telle que l'ensemble des constituants reste en phase solide, soit à une température telle qu'un des constituants soit en phase liquide. [11]

**c) Durée de frittage**

Les durées peuvent être plus courtes que la température de frittage s'approche de la température de fusion du matériau utilisé de l'opération de frittage comprend la montée et le maintien en température ainsi que le refroidissement. [11]

**d) Grosseurs des grains**

La nature et la grosseur des grains influent sur les propriétés mécaniques des pièces obtenues par frittage, telles que la déformation, la dureté Brinell et les propriétés physiques telles que la densité, la porosité, ...etc. [9]

**e) La compression**

La densité et la dureté du produit fini sont fonction de la pression de compression. Alors, il ne faut pas oublier qu'il y a une pression optimale pour chaque mélange et que le fait de dépasser cette pression n'améliore pas notablement les qualités du produit fini. [12]

## II.3 CARACTERISATION STRUCTURALE

### II.3.1 Techniques de caractérisation

#### II.3.1.1 Analyse métallographique

L'analyse métallographique des différentes compositions obtenues par frittage sous charge, a été réalisée dans le but de mettre en évidence l'évolution tant à l'échelle macroscopique que microscopique. L'appréciation de la taille des grains, les joints des grains, la morphologie des différentes phases présentes, la présence des phases complexes et les fissures ont été réalisées grâce à l'analyse métallographique.

A cet effet, les échantillons sont subis une préparation métallographique de la surface qui consiste en un polissage sur des papiers abrasif de différents numéros (dégrossissage) jusqu'au polissage sur feutre avec pâte diamantée de 1  $\mu\text{m}$  ( finition).

La surface polie des échantillons a été observée sous microscope optique sous faible grossissement initialement sans attaque chimique pour apprécier uniquement la porosité des céramiques. Selon l'objectif visé, l'analyse métallographique a été effectuée sur un microscope optique avec le grossissement adéquat allant de 200 à 600 fois. [13]



Figure II-5 : Microscope optique type *LEIKA DMLM*.

#### II.3.1.2 Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X est une méthode d'identification des phases cristallines. Elle donne des informations sur la pureté, la cristallinité et la valeur des paramètres cristallographiques.

Les diffractogrammes sont enregistrés avec la radiation ( $\text{CuK}\alpha = 1,5406 \text{ \AA}$ ). Dans le cas d'une simple identification des phases, un domaine angulaire de 20 à 90° (en  $2\theta$ ) est balayé par pas de 0,005° (en  $2\theta$ ).

L'ensemble des spectres de diffraction a été réalisé sur un diffractomètre Siemens D8 en montage de type  $\theta$ - $2\theta$  (Bragg – Brentano). Les caractéristiques d'alimentation du tube sont :  $V = 40\text{kV}$  et  $I = 30\text{ mA}$ . La position des pics dans l'espace angulaire étudié est donnée par la condition de Bragg:  $\theta = \frac{n\lambda}{2 dhkl}$  et permet d'identifier les différentes phases en présence dans l'échantillon si celles-ci sont en quantité suffisante (on estime qu'une fraction volumique inférieure à 5 % serait difficilement détectable en diffraction X) et si la taille des objets diffractants n'est pas trop petite. [14]

### II.3.1.3 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) ou Scanning Electron Microscopy (SEM) est une technique puissante d'observation de la topographie de la surface des échantillons massifs. Cette observation donne l'impression d'une vision en relief avec, entre autres :

- un pouvoir de résolution latérale de l'ordre de 3 à 10 nm ;
- un grandissement efficace de 10 000 à 40 000 ;
- une profondeur de champ allant de plusieurs centimètres à faible grandissement à quelques micromètres au grandissement maximal.

La Microscopie Electronique à Balayage est une technique fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergeant de la surface de l'échantillon sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires, provenant du filament du MEB, qui balaie la surface observée et permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ. [1]



Figure II-6 : MEB de marque HITACHI S-520 au MSMP Arts et Métiers ParisTech Lille.

## II.4 CARACTERISATION MECANIQUE

### II.4.1 Microdureté

Les mesures de microdureté Vickers ont été réalisées à l'aide d'un Microduromètre Zwick ZHV 2.5, équipé d'un microscope Mitutoyo HM112. La charge est appliquée sur une pyramide en diamant qui pénètre dans le matériau. La dureté Vickers HV est reliée à la longueur de la diagonale de l'empreinte (d) et à la charge appliquée (P) par la relation : [14]

$$HV = 0.854 * \frac{P}{d^2} \dots\dots\dots (II-1)$$

Avec P en *kgf*,

d en *mm*.

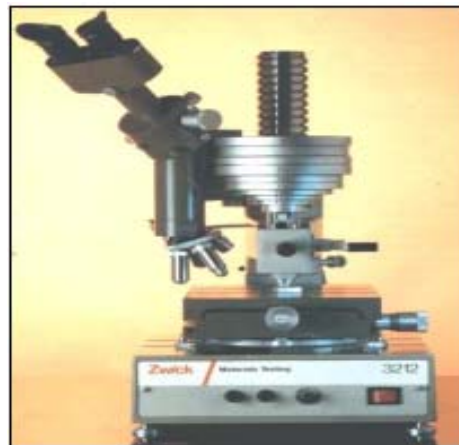


Figure II-7 : Microduromètre du type ZWICK ZHV 2.5 à pénétration Vickers.

### II.4.2 Détermination de la rugosité : la profilométrie

La rugosité d'une surface peut expliquer sa sensibilité à la corrosion, à l'usure, ainsi que ses propriétés d'adhérence. [15]

#### II.4.2.1 Profilométrie 2D: principe et dispositif expérimentale

Dans le cas de notre étude, nous avons utilisé la profilométrie 2D qui est un système de mesure de profil des surfaces solides permettant des mesures de marches extrêmement précises dans une gamme verticale compris entre 50 Å à 100 µm, sur une large diversité de substrats et une étendue horizontale allant de 50µm à 50 mm, La résolution horizontale est limitée par le rayon de la pointe du stylet de l'ordre du micron. [15]

Un profilomètre est constitué d'un stylet façonné de manière à présenter un angle de cône et un rayon de courbure bien définis. Celui-ci se déplace horizontalement sur la face de l'échantillon.

L'étage porte-substrats se déplace sous le stylet selon un programme que l'utilisateur a défini en ce qui concerne la vitesse, la distance de balayage ainsi que la force d'appui du stylet. Lors du balayage de l'étage, le stylet parcourt la surface à mesurer. Chaque déplacement vertical de la pointe engendre des signaux électriques proportionnels au mouvement. Stocké dans la mémoire de l'appareil, ils permettent ainsi à l'opérateur d'obtenir le profil de la surface, point par point, le profil est ensuite amplifié et enregistré, puis le tracé est traité afin de calculer les paramètres pouvant rendre compte de la rugosité de la surface étudié (Tab. II-1) et (Fig. II-8). [16]

Tableau II.1. Paramètres de mesure de la rugosité. [16]

<b><i>R<sub>p</sub></i></b>	Pic maximal observé sur la longueur analysée. Si l'on pose un repère cartésien dont l'axe des abscisses est aligné sur la ligne centrale de la surface à mesurer, le pic maximal, lu sur l'axe des ordonnées, pourra également être noté $R_p = y_{max}$ (voir diagramme ci-dessous)
<b><i>R<sub>c</sub></i></b>	Creux maximal observé sur la longueur analysée (voir diagramme ci-dessous). $R_c : R_c =  y_{min} $
<b><i>R<sub>t</sub></i></b>	Rugosité totale. Elle correspond à la somme du pic maximal et du creux maximal observé sur la longueur analysée. $R_t = R_p + R_c$ (voir diagramme ci-dessous)
<b><i>R<sub>a</sub></i></b>	Écart moyen, ou moyenne arithmétique des distances entre pics et creux successifs. "Ra" correspond à la différence entre cette distance moyenne et la "ligne centrale". Ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisé.

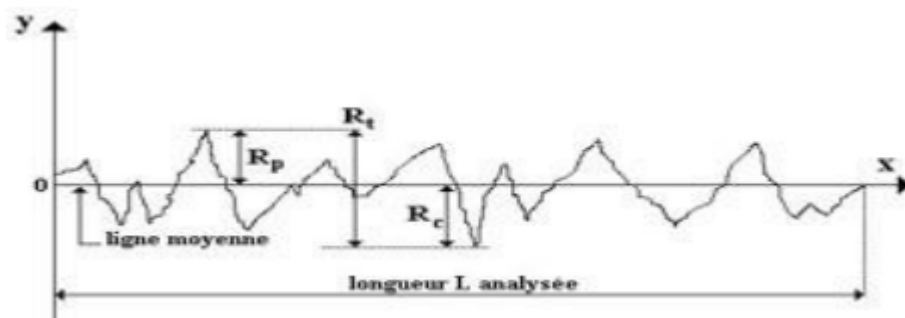


Figure II-8 : Schéma des paramètres de mesure de la rugosité. [16]

---

**II.5 CARACTERISATIONS TRIBOLOGIQUES****a) Généralités**

Dans de nombreux cas, une réduction de l'usure est recherchée, ainsi qu'une minimisation du frottement, cause de dissipation de l'énergie mécanique. Mais dans certains cas, beaucoup de frottement avec peu d'usure est souhaité (freins, embrayage) ou bien l'inverse, dans les procédés d'enlèvement de matière (usinage). [17]

Il existe différentes méthodes menant à l'acquisition de résultats relatifs à la qualification et à la quantification de la résistance à l'usure. Parmi elles, la mesure des coefficients spécifiques d'usure et de frottement ou la détermination du mécanisme dominant de la dégradation en usure.

Une autre méthode a connu un développement intéressant. Il s'agit de l'établissement de carte d'usure pour un état de surface donné et une configuration de contact fixée. [18] Ces cartes peuvent être à deux ou trois dimensions et renseignent en général sur les mécanismes de dégradation pour de larges valeurs des paramètres.

**b) Mécanismes d'usure**

L'usure est le processus d'endommagement des surfaces en contact, sous l'effet du frottement. Les principaux mécanismes d'usure connus sont les suivants : usure par adhésion, usure par abrasion, usure par érosion, usure par fatigue et usure par corrosion. Précisons par ailleurs qu'un tribosystème est susceptible d'évaluer dans le temps et d'être le siège de plusieurs mécanismes d'usure successifs ou simultanés qui agissent alors de manière conjuguée, en synergie (exemple : usure corrosive et abrasive). Dans notre cas trois tests sur bandes ont été réalisés et ont permis d'évaluer le comportement tribologique de ce matériau, dans différentes conditions (Fig. II-9).

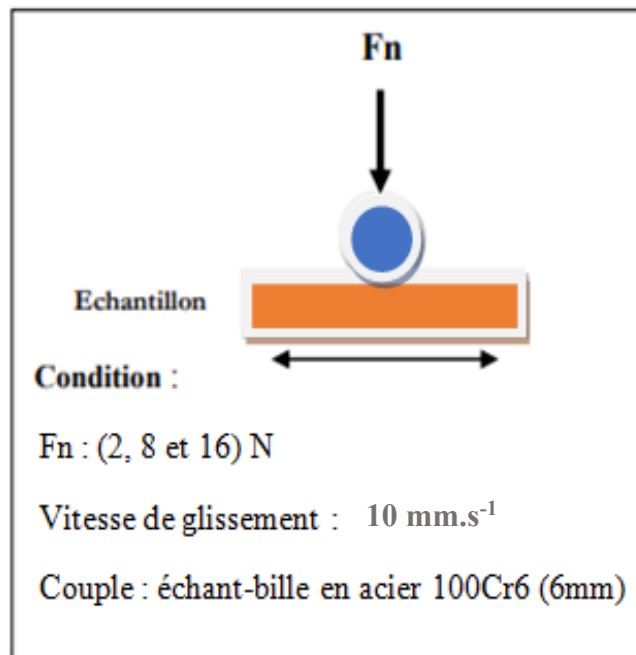


Figure II-9 : conditions de réalisation des tests d'usure.

## II.5.1 Evolution du coefficient du frottement

### II.5.1.1 Contact tribologique ponctuel alternatif

Dans le cas d'un tribomètre bille sur plan, le contact est qualifié d'hertzien. Il permet d'accéder au coefficient de frottement et aux paramètres tribométriques d'un système tribologique en fonction des conditions opérationnelles. Ces analyses sont destructives et permettent de tester des échantillons circulaires et rectangulaires. [19]

Le coefficient de frottement est défini comme le rapport de la force tangentielle et la force normale. La force tangentielle est mesurée par des jauges de contraintes et le logiciel associé au tribomètre trace l'évolution de ce rapport en fonction de la distance de frottement. Les résultats de mesures dépendent énormément des conditions d'essais : vitesse de glissement, charge appliquée, état de surface des échantillons, distance de glissement, couple de frottement en contact, humidité ambiante et température. La charge appliquée va impliquer des réseaux de contraintes superficielles. [20]

(TRIBOTester) a été utilisé pour des tests tribologiques en milieu humide avec une solution physiologique (solution de Hank) conformément aux normes ASTM G 133-95, ISO 7148-1: 2012 et ASTM G 99. [21] Les tests ont été effectués sous une plage de charges appliquées de 2, 8 et 16 N à une vitesse de glissement de  $10 \text{ mm.s}^{-1}$  avec une bille en alumine en contre-face. Après les tests d'usure, la morphologie des surfaces usées a été analysée et observée au microscope électronique à balayage (SEM). [22] Pour nos essais, les paramètres expérimentaux sont représentés sur (Tab. II-

3). Une photographie de l'appareillage utilisé est présentée dans les figures II-10 et II-11. Les principaux composants du système tribotester sont les suivants :

- 1) Table porte-échantillons en mouvement alternatif ;
- 2) Capteur de température et d'humidité ;
- 3) Bille en acier 100C6
- 4) Masses correspondantes à la charge appliquée.

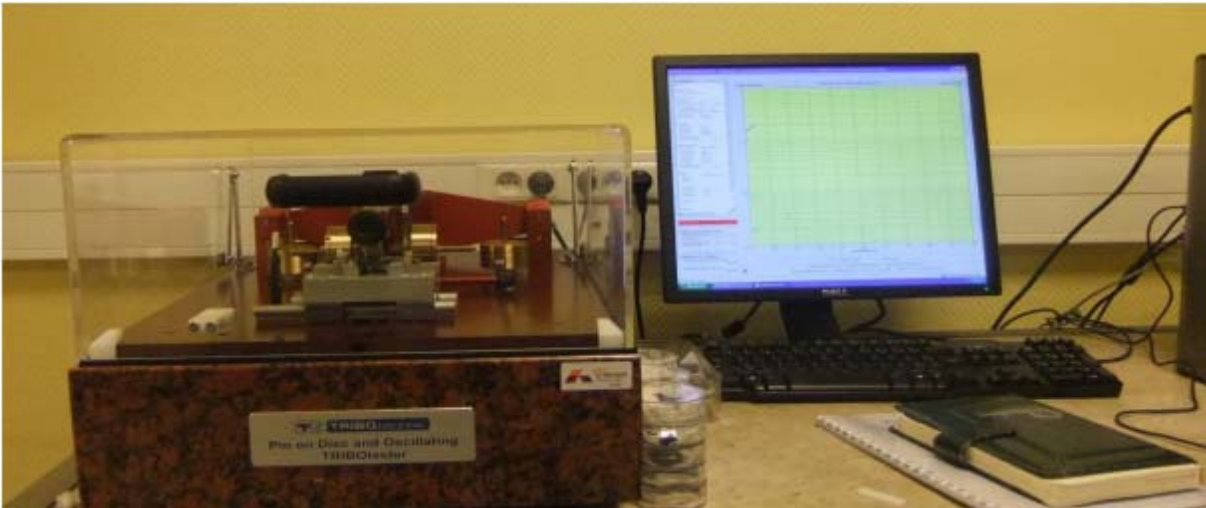


Figure II-10 : Principe de contact tribologique ponctuel alternatif.

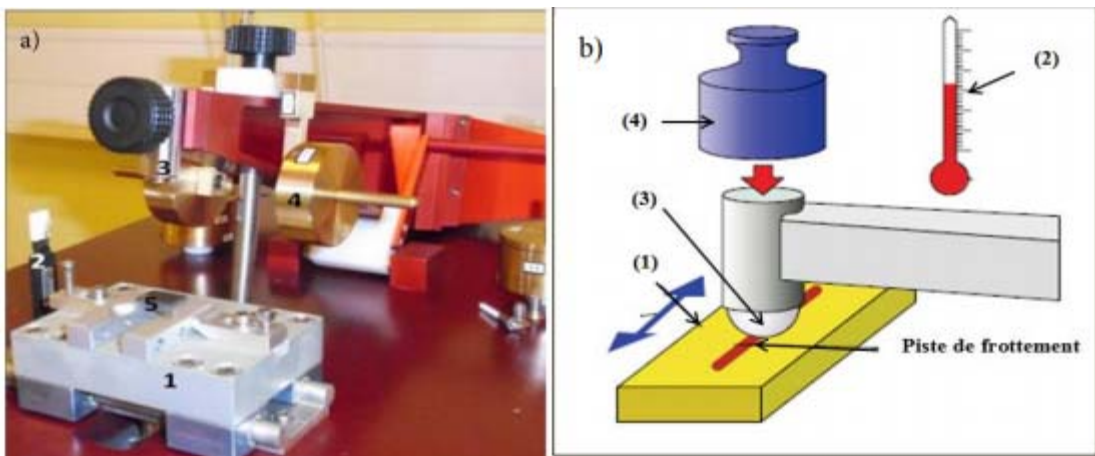


Figure II.11 : Système Tribotester au MSMP Arts et métiers ParisTech de Lille.

**Tableau II-2** : Conditions de travail des tests d'usure en contact alternatif (bille sur plan).

Couple de frottement	100C6/Ti-Nb
Vitesse de glissement	10 mm.s <sup>-1</sup>
Charge appliquée	2, 8 et 16 N
Température	20 à 25 °C
Humidité	32 à 35%

## II.5.2 Evolution de l'usure

### II.5.2.2 Calcul du taux d'usure

L'usure peut être évaluée par des mesures :

- dimensionnelles à l'aide de capteurs de distance ;
- pondérales à l'aide d'une balance ;
- massiques via des traceurs radioactifs.

Les mesures pondérales sont précises et simples à appliquer. Mais elles nécessitent des démontages de pièces, ce qui est difficile pour des mesures continues lors d'un essai de longue durée. Les mesures dimensionnelles n'ont pas besoin de démontage de pièces. Elles donnent en plus l'évolution de l'usure durant l'essai qui se révèle souvent intéressante pour des comportements non linéaires. Mais elles peuvent être perturbées par des dilatations thermiques dues à l'échauffement par le frottement. Les mesures par traceurs radioactifs sont indépendantes des perturbations thermiques avec des résultats d'usure très précis pour des pièces à forme géométrique complexe sur lesquelles les mesures dimensionnelles sont difficilement applicables. Les techniques de mesure et les matériels dans ce cas sont plus lourds que lors de mesures dimensionnelles. [23]

Le taux d'usure  $U$  est calculé en rapportant le volume d'usure  $V$  (m<sup>3</sup>) à la charge normale appliquée  $P$  (N) et à la distance parcourue  $d$  (m) en utilisant la relation :

$$U = \frac{V}{F d}$$

Ce paramètre s'exprime en m<sup>3</sup> /N.m et a donc la dimension inverse d'une contrainte (Pa<sup>-1</sup>), mais aussi l'inverse de celle d'une résistance à l'endommagement. [24]

**II.6 CONCLUSION**

Dans ce chapitre ont présenté, les techniques expérimentaux et utilisés pour la synthèse de l'alliage Ti-Nb avec des différents teneurs en Nb, et les conditions opératoires pour étudier la microstructure et le comportement tribologique de ces nanobiomatériaux à savoir :

- Mécanosynthèse avec un broyeur planétaire à haute énergie ;
- Techniques de caractérisation de surface (MEB, DRX, Rugosimétrie en deux et trois dimensions, Microdureté, ...);
- Caractérisation tribologique en contact ponctuel en mouvement alternatif.

---

**II.4 RIFFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] N. SERKHANE, «*Synthèse, caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques de composés nanolamellaires de type MAX* ». Université de TIZI-OUZOU, (2014).
- [2] N. BOUDINAR, «*Élaboration et études structurales et microstructurales des poudres nanostructurées à base de fer*». Université d'ANNABA, (2011).
- [3] N. BOUKHERROUB, «*Effet des conditions de broyage sur les propriétés structurales et magnétiques des nanomatériaux FeAl élaborés par mécanosynthèse*». Université de BOUMERDES, (2015).
- [4] C. DUHAMEL, «*Cuivre nanostructuré et nanopoudres de cuivre dopé avec de l'argent pour l'étude du comportement thermo-mécanique*». Université de PARIS, (2005).
- [5] M. Fellah, M. Labaïz, O. Assala, L. Dekhil, and A. Iost, Friction and Wear Behavior of Ti-6Al-7Nb Biomaterial Alloy, *J.Biomater. Nanobiotechnol.*, 2013, **4** (4), p 374-384
- [6] M. Fellah, A. Linda. M. Abdul Samed, A. Montagne, Effect of replacing vanadium by nobium and iron on the tribological behavior of HIPed titanium alloys, *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)*, 2017, **30** (11) p 1089-1099.
- [7] A.MECHAY, «*Elaboration des biomatériaux apatitiques nanostructurés en milieux polyols : Caractérisations physico-chimiques et études mécaniques après compaction par spark plasma sintering*». Université de SFAX, (2014), TUNISIE.
- [8] D.Bouvard, *Métallurgie des poudres* : Hermès Science Publications, (2002).
- [9] A. REDJECHTA, «*Etude microstructurale et mécanique des alliages Cu-Zn frittés sous pression et par électrodéposition*». Université de SETIF, (2015).
- [10] D. Bernache-Assollant et J-P. Bonnet : *Frittage : Aspects physicochimique : partie 2 : Frittage en phase liquide*. AF6621. Techniques de l'ingénieur.
- [11] M. EUDIER «*Métallurgie des poudres, fabrication des produits frittés* ». Technique de l'Ingénieur, M864, M866.
- [12] J. CURE, «*Métallurgie appliquée* ». (1970).
- [13] R. HADDA, «*Synthèse et Caractérisation des mélanges de poudres Céramiques à base de TiC-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, destinés à la compaction à chaud*». Université d'ANNABA, (2010).

- [14] N. EL AMINE, « *Comportement électrochimique et propriétés mécaniques de l'alliage de Titane Ti6Al4V. Effet des traitements de surface* ». Université de CONSTANTINE, (2009).
- [15] H. LEFAIX, « *Elaboration et caractérisation structurale d'alliages Ti45Zr38Ni17 hypereux. Etude physico-chimique pour applications biomédicales* ». Université PIERRE ET MARIE CURIE, (2008).
- [16] B. Riad et K. Lyes, « *Caractérisation d'un alliage titane Ti-6Al-4V Carbonitruré* ». Université de BEJAIA, (2014)
- [17] L. Avril, « *Elaboration de revêtements sur un acier inoxydable, simulation de la fusion par irradiation laser, caractérisation structurale, mécanique et tribologique* ». Thèse, ENSAM Paris. (N° d'ordre : 2003-16).
- [18] O. Vingsbo, J. Schon, « *Gross Slip Criteria in Fretting* ». Wear. 162-164 (1993) 347-356.
- [19] IKEN M, BOUTAMINE H, « *Etude métallurgiques et tribologique d'une prothèse totale de hanche (PTH) en alliage à base de titane : ti-6al-7nb* ». Mémoire Master, Université Abbes Laghrour, Khenchela, (2016).
- [20] A. Boucheham, « *Etude des alliages à base Co-Cr* ». Mémoire de magister, Université de Constantine. (2010)
- [21] K. Toualbia, M. Fellah, N. Hezil, M. Abdul Samad, A. Montagne, A. Iost, A. Largetau, M. Prakasam, Effect of Mo (%) content on friction and wear behavior of  $\beta$  type biomaterials Alloys ( Ti-Mo). *1<sup>er</sup> Séminaire National de Physique et Chimie des Matériaux (SNPCMI'2018)*, 28-29 Novembre 2018 – ENSET- Azzaba Skikda (2018).
- [22] BENLAHRECH T., « *Etude de l'effet du Titane sur la microstructure et les propriétés de surfaces des alliages Fe-Ti nitrocarbures* ». Université d'Annaba, (2012).
- [23] Frottement et usure, techniques de l'ingénieur, ref : 42464. P 49
- [24] Olivier DALVERNY, « *Vie Tribologique À Chaud Et Température Interfaciale Dans Des Contacts Céramiques* ». Université de BORDEAUX, (1998)

# **CHAPITRE III**

## **CARACTERISATIONS STRUCTURALES ET DISCUSSION**

### III INTRODUCTION

Dans ce chapitre on va présenter les résultats obtenus pour les différentes caractérisations structurales et métallurgiques utilisées. Plusieurs techniques de caractérisation ont été exploitées à savoir : Analyse structural, Analyse métallographique, Analyse par DRX, Module de Young, Microdureté....

#### III.1 SYNTHÈSE ET CARACTÉRISATION STRUCTURALE

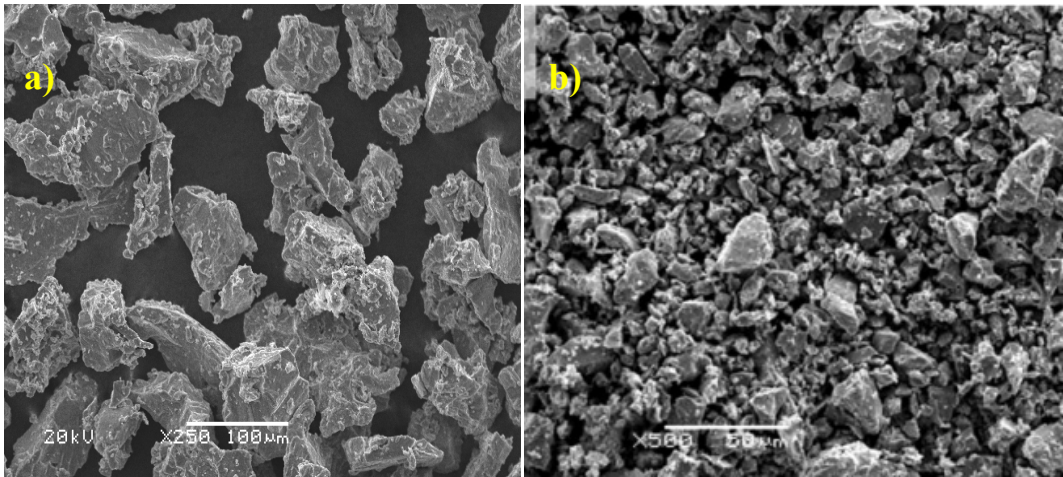
Des poudres de Ti et de Nb élémentaires de la société Aldrich d'une pureté de 99,9% et d'une taille de particules de 100  $\mu\text{m}$  (Fig. III-1) ont été utilisées pour la fabrication de nouveaux alliages Ti-Nb de type  $\beta$  non allergènes et non toxiques, avec des teneurs en Nb différentes allant de 0 à 20 at. %. Conformément à une procédure décrite précédemment ailleurs [1], les poudres ont été broyées pendant 20 heures en utilisant un broyeur à boulets à haute énergie, Fritsch P7. Le milieu de broyage était constitué de billes d'alumine de 18 mm de diamètre, confinées dans un flacon de 350 ml. Le rapport en poids de la bille à la poudre était de 20. Le broyage mécanique à bille a été réalisé dans une atmosphère d'argon très pure. Les poudres broyées ont ensuite été pressées uniaxialement à 100 MPa en disques circulaires (diamètre = 20 mm, épaisseur = 6 mm) à l'aide d'une matrice en acier rigide, puis frittées dans un four à vide poussé à  $300 \times 10^{-5}$  Pa à 1523K pendant 1 heure, à une vitesse de chauffage de  $20 \text{ K min}^{-1}$  pour obtenir une porosité fermée. [2, 1]

Afin de produire un matériau nanocristallin de haute densité (une densité de 99% a été mesurée selon le principe d'Archimède), les échantillons frittés ont été pressés isostatiquement à chaud (HIPed) à l'aide d'ASEA-HIP à 1323K à une vitesse de chauffage de  $20 \text{ K min}^{-1}$  à une pression isostatique de 300 MPa pendant 30 minutes. [3, 4, 5]

##### III.1.1 La taille et la distribution des grains

La taille moyenne des grains de la poudre frittée a été mesurée et analysée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). [3, 6 et 7] La taille de toutes les poudres d'alliage broyées a été évaluée à l'aide d'un analyseur de la taille de *particule* (*Diffraction laser Microtrac S3500, Microtrac Inc., USA*). Les paramètres caractéristiques des pores ont été déterminés par analyse quantitative de micrographies à l'aide du logiciel Image-Pro Plus.

La figure III-1 (a) est une micrographie MEB, qui présente les particules de la poudre de titane pure et la III-1 (b) montre les particules de la poudre de niobium pure avec un agrandissement de 250X et une énergie de 20 KV.



**Figure III-1** : Micrographie MEB présente les particules des poudres de départ : a) Ti pure et B) Nb pure.

La figures III-2 représentent la distribution des particules d'un alliage de Ti-Nb en fonction de la teneur de niobium (at. %) qui a été mesuré a laide : diffraction laseret / scottering méthode.

Pour l'alliage avec la teneur 0 at. % de Nb, la taille des particules entre 10 et 30 nm représentent 3 % du volume, les particules avec une taille de 40 et 80 nm présentent 47 % du volume, et les particules avec une taille de 90 à 100 nm présent 50 % du volume.

Pour l'alliage avec la teneur 4 at. % de Nb, la taille des particules entre 10 et 30 nm représentent 4 % du volume, les particules avec une taille de 40 et 60 nm présentent 37 % du volume, et les particules avec une taille de 70 à 100 nm présent 59 % du volume.

Pour l'alliage avec la teneur 8 at. % de Nb, les tailles des particules inferieur a 40 nm représentent 41 % du volume, et les particules avec une taille supérieur de 40 nm présentent 59 % du volume.

Pour l'alliage avec la teneur 12 at. % de Nb, les tailles des particules inferieur a 50 nm représentent 63 % du volume, et les particules avec une taille supérieur a 50 nm présentent 37 % du volume.

Pour l'alliage avec la teneur 15 at. % de Nb, les tailles des particules inferieur a 40 nm représentent 79 % du volume, et les particules avec une taille supérieur de 40 nm présentent 21 % du volume.

Pour l'alliage avec la teneur 20 at. % de Nb, les tailles des particules inferieur a 50 nm représentent 73 % du volume, et les particules avec une taille supérieur de 50 nm présentent 27 % du volume.

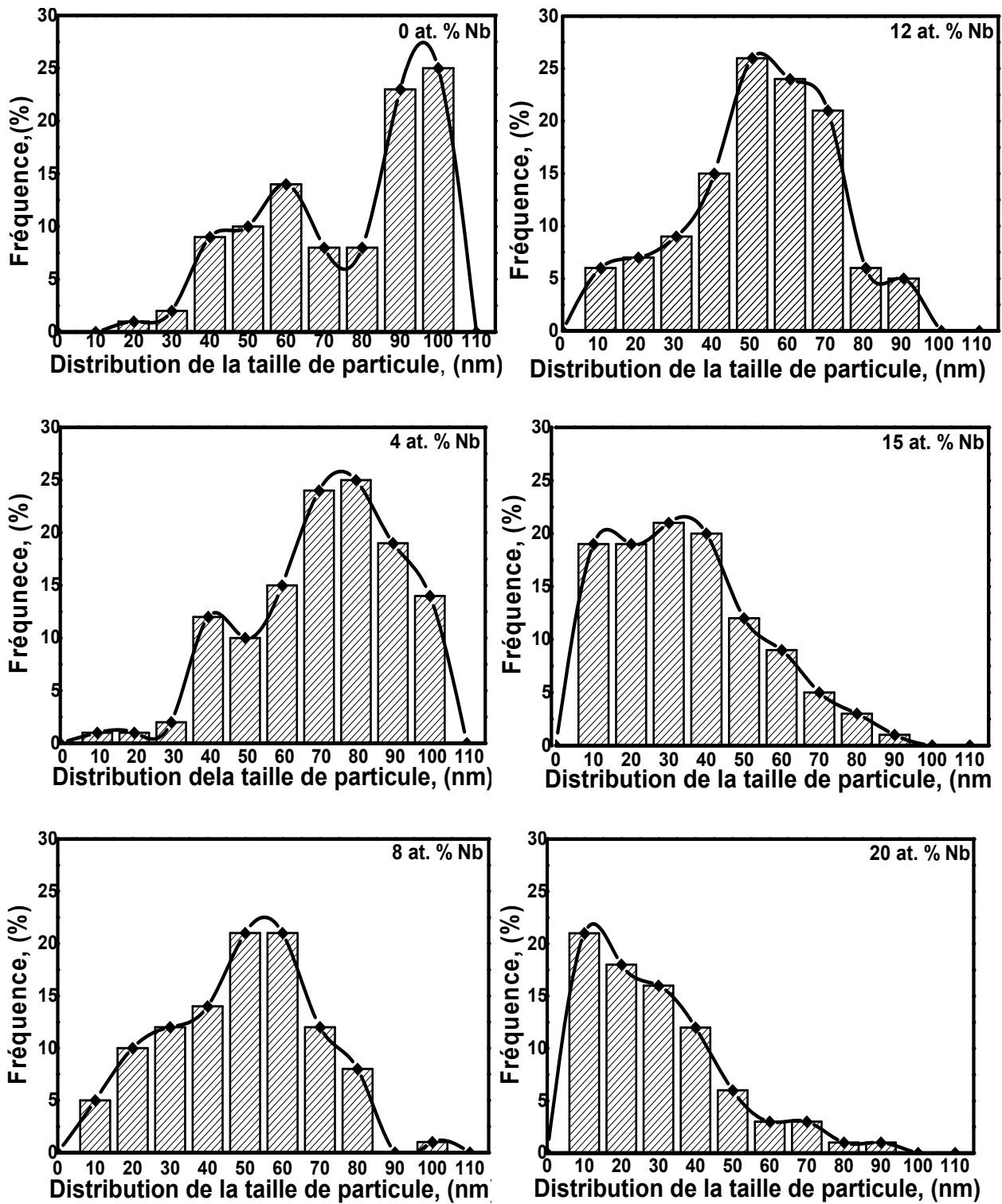


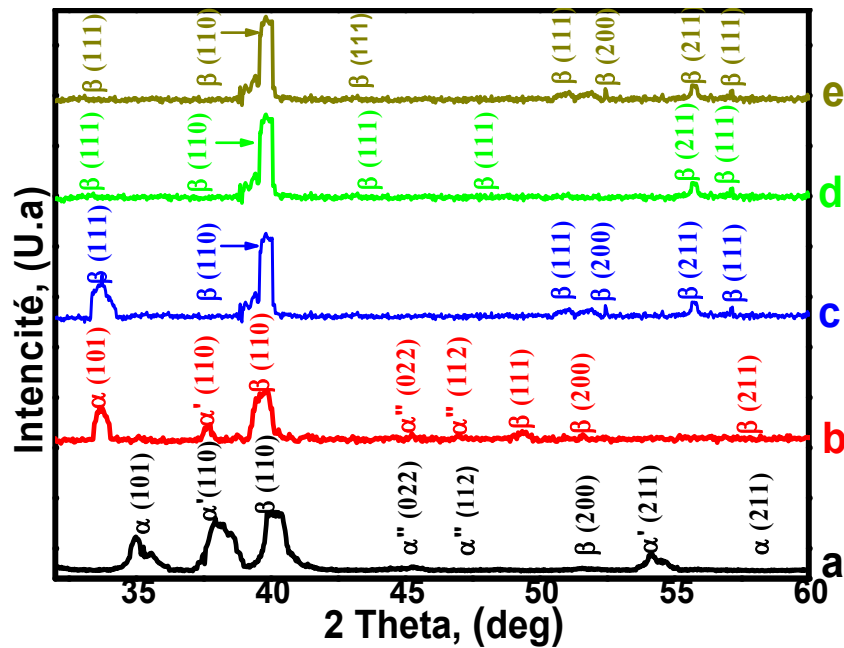
Figure III-2 : Graphes de distribution granulométrique d'alliage de titane binaire broyé, Ti-Nb en fonction de la teneur en Nb (at. %) mesurée à l'aide de la méthode de diffraction / diffusion laser

### III.1.2 Analyse par DRX

La diffraction des rayons X a été réalisée, à l'aide d'un diffractomètre goniomètre/INTEL CPS 120/ Brucker AXS, les diagrammes ont été enregistrés pour des valeurs de  $2\theta$  variant de  $35^\circ$  à  $60^\circ$  après l'observation des pics les plus significatifs. La vitesse de balayage a été fixée à  $0.005^\circ/s$ .

La figure III-3 représente les diagrammes de diffraction des rayons X de matériau étudié Ti-Nb en fonction de la teneur de Niobium (at. %). On observe à 4% Nb qu'il existe un mélange de phase  $\alpha$ . (211) (101), de phase  $\beta$  (200) (110), de phase  $\alpha'$  (211) (110), et de phase  $\alpha''$ (112) (022). On observe les mêmes résultats pour les alliages Ti-8Nb (at. %) on se base sur la comparaison avec les fichiers ASTM la présence des pics hexagonal ( $\alpha$ ) et les pics cubiques centrés ( $\beta$ ).

Pour les alliages binaires Ti-Nb avec une teneur de Nb de 12-15 et 20 (at. %) on observe l'absence de la phase hexagonal  $\alpha$ et la présence de la phase cubique centré  $\beta$  (111) (211) (200) (111) (110) (111),  $\beta$  (111) (200) (111) (111) (110) (111) et  $\beta$  (111) (211) (200) (111) (111) (110) (111) respectivement.



**Figure III-3:** Diagrammes de diffraction des rayons X d'alliages Ti-Nb broyés en fonction de Nb (at. %), teneur: a) 4, b) 8, c) 12, d) 15 et e), 20 (at. %).

La figure III-4 représente un diagramme d'équilibre Ti-Nb on observe que les résultats obtenus avec l'analyse de RX s'accordent avec le diagramme d'équilibre.

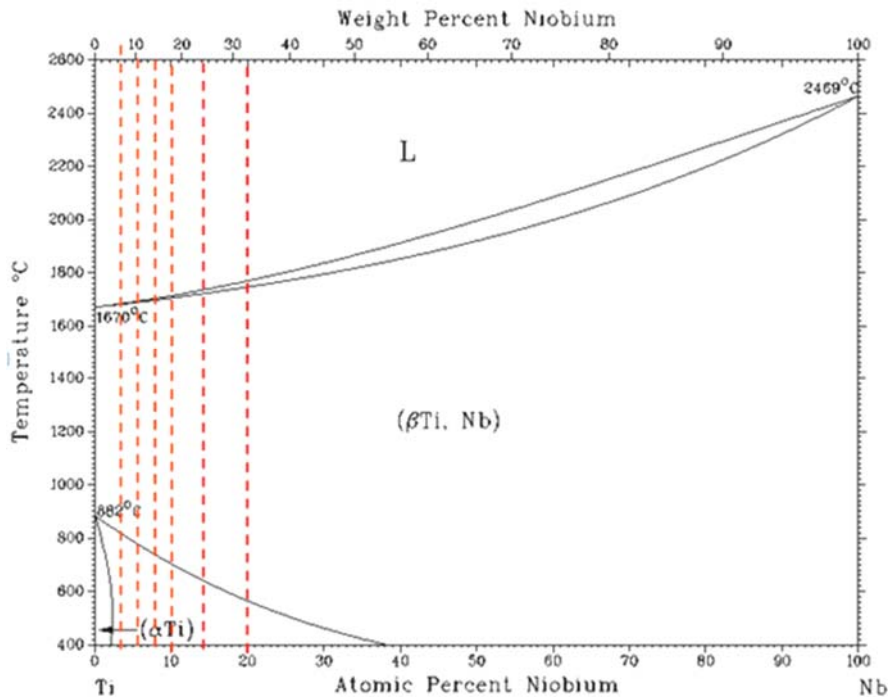


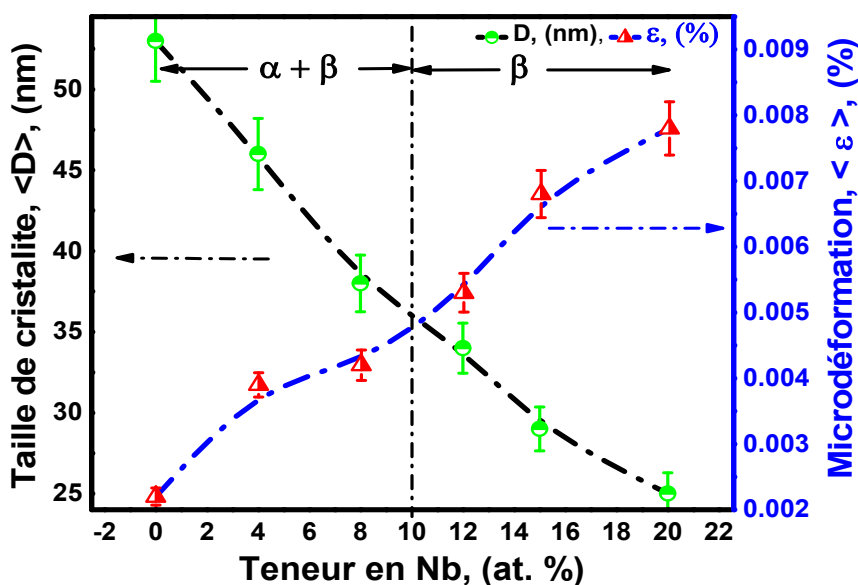
Figure III-4: Diagramme de phase binaire Ti – Nb en fonction de la teneur en Nb (at. %).

### III.1.3 Évaluation de paramètres de réseau et taille de cristallite

L'évolution de la taille des cristallites  $\{D\}$  des systèmes d'alliages de titane ( $\alpha + \beta$ ), par rapport aux différents teneurs de niobium, et illustrée à la figure III-5. On s'attend à ce que, avec l'augmentation de teneur de Nb, la taille des grains diminue pour atteindre la valeur la plus basse. Comme le montre la figure, la taille des cristallites diminue en fonction du teneur de Niobium. La même dépendance au teneur de Nb, des paramètres de maille et à la taille des cristallites. La taille des cristallites de mélange à 0 Nb (at. %) est 56 nm, puis diminue à 25 nm pour le mélange Ti-20Nb. Par contre la microdéformation s'augmente avec la teneur de Nb comme il le montre le tableau suivant :

**Tableau III-1** : Evolution de la –taille des cristallites et de microdéformation en fonction de teneur de Nb (at. %)

Nb (at. %)	Taille des cristallites (nm)	Microdéformation (%)
0	56	0,002
4	46	0,0035
8	36	0,0041
15	29.8	0,0066
20	25	0,0078



**Figure III-5**: Évolution de la taille moyenne des cristallites  $\{D\}$ , (nm) et la micro-contrainte  $\{\epsilon\}$  de l'alliage binaire Ti-Nb en fonction de la teneur en Nb (at. %). Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD)

### III.1.4 Morphologie des particules de poudre (paramètres de maille)

La figure suivante présente l'effet de la teneur de Nb (at. %) sur les paramètres de réseau cristallin des phases  $\alpha + \beta$  et  $\beta$  qu'ils ont été déterminés à partir des positions  $2\theta$  de leurs pics de diffraction particuliers en utilisant l'équation de Braggs avec  $\lambda_{Cu} = 0,15406$  nm. Le paramètre de réseau,  $a$ , pour la phase ( $\beta$ ) a été déterminé à partir des pics de réseau cubique centré, cc, (111) et le paramètre de réseau,  $a$ , pour la phase ( $\alpha$ ) a été déterminé à partir des pics hc (211), en supposant que le rapport  $c / a$  est égal à 1.4542, ce qui correspond à la valeur du métal de base à température ambiante. Ces deux pics représentent les pics de diffraction les plus denses pour chaque phase, et ont fourni de bonnes mesures tout au teneur de Nb (at. %) du paramètre de maille pour chaque mélange.

Une augmentation significative du paramètre de maille est observée sur la figure III-6, de 0 à 8 (at. %) Nb. Néanmoins, de 0 à 20 (at. %) Nb, respectivement les phases ( $\alpha + \beta$ ) et ( $\beta$ ) existent.

Comme on l'observe évidemment sur la figure III-6, le passage de 0 à 20 Nb (at. %), les paramètres du réseau ( $a_\beta$ ,  $a_{\alpha+\beta}$  et  $c_{\alpha+\beta}$ ) s'élèvent d'une manière remarquable.

Le paramètre du réseau,  $a_\beta$ , augmente avec l'augmentation du teneur de Nb (at. %) de (2,925 à 3,324 Å) qui représente 1,38% de l'expansion volumique Ti-20Nb, le paramètre de maille  $a_{\alpha+\beta}$ , a également augmenté avec l'augmentation de la teneur de Nb de 0 à 8 (at. %) de (2,925 à 3,299 Å) représentant approximativement une expansion du volume de 1,397 %.

De plus, le paramètre de réseau,  $c_\beta$ , augmente avec l'augmentation du teneur de Nb (at. %) en supposant que le rapport  $c/a$  est égal à 1,4061. ce qui interprété par un changement de pics à des angles plus petits  $2\theta$ . Habituellement, les paramètres de la maille augmentent avec la teneur de Nb (at. %).

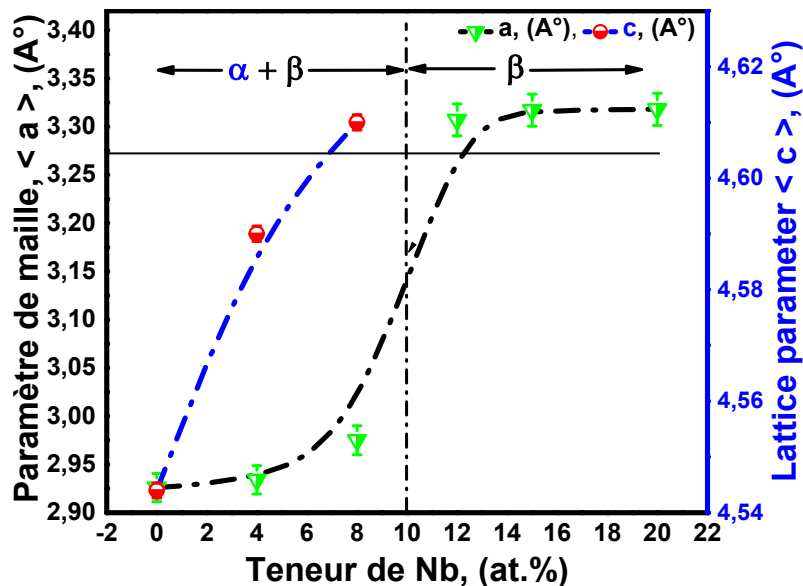


Figure III-6 : Evolution de paramètres de réseau {a et c}, (Å), de l'alliage binaire Ti-Nb en fonction de la teneur en Nb (at. %). Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD).

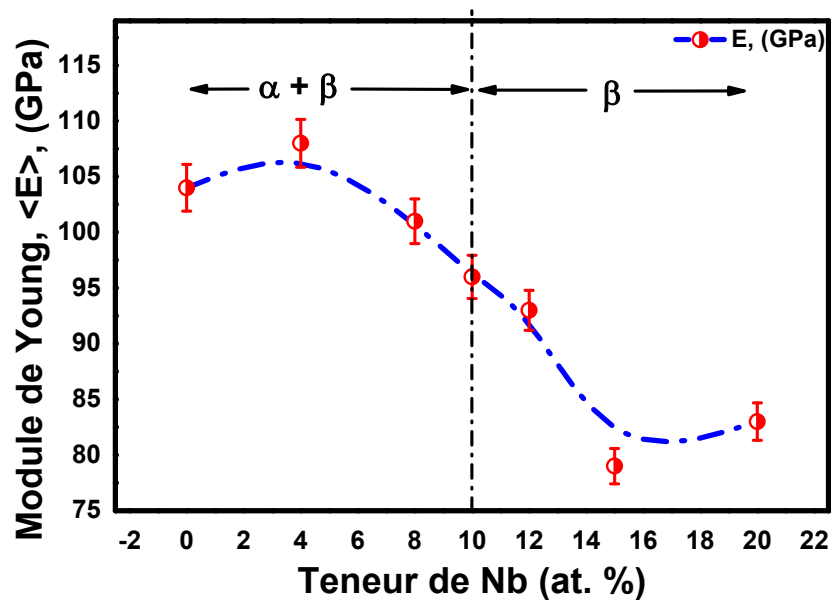
### III.1.5 Caractérisation Mécanique

#### III.1.5.1 Module de Young

Le module de Young est une grandeur intrinsèque d'un matériau, définie par le rapport de la contrainte à la déformation élastique provoquée par cette contrainte. La déformation est exprimée comme une grandeur sans dimension. L'unité pratique du module est le MPa.

Nous avons choisi de présenter les résultats sous forme de graphes, pour bien montrer l'évolution du module de Young en fonction de la quantité de Nb (at. %).

Dans la gamme de Nb étudiée (0 à 20at. %), l'élasticité le module diminue d'abord de 4 à 15 at. % en masse, puis augmente à 20 at. % de Nb. Le module d'élasticité des alliages Ti-Nb est étroitement liée à la microstructure (ou teneur en Nb) de les alliages. La chute du module d'élasticité avec l'augmentation de la teneur en Nb de 4 à 15 at. % est due à une diminution progressive de la proportion de phase, tandis que la précipitation de la phase explique l'augmentation du module d'élasticité dans la plage intermédiaire de Nb (0–4at. %) et de Nb (15–20 at. %).



**Figure III-7:** Evolution du module de Young de l'alliage Ti-15 (at. %) Nb binaire broyé et fritté en fonction de la température de frittage. Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD).

**Tableau III-2 :** Quelques valeur de Module de Young en fonction de la teneur de Nb (at. %).

Nb (at. %)	Module de Young, (GPa)
0	104
4	106
8	101
12	92,5
15	82
20	83

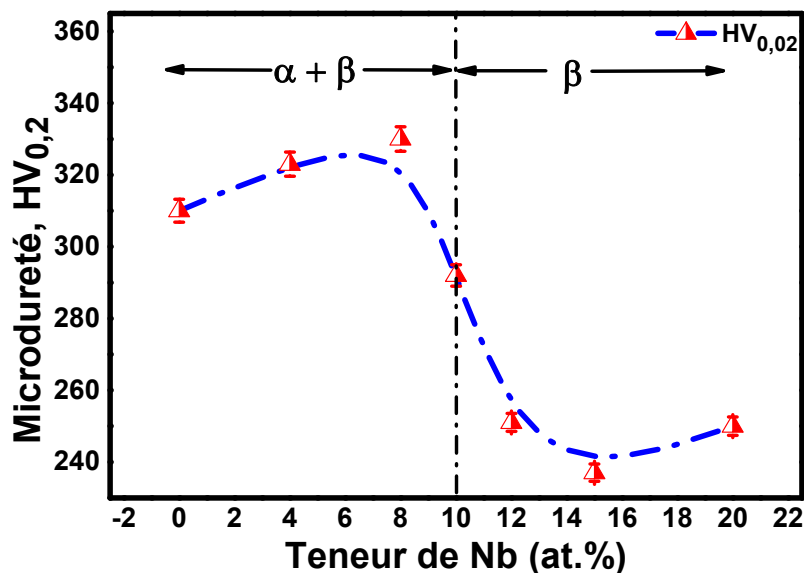
### III.1.5.2 Microdureté

La microdureté est une caractéristique importante pour les alliages destinés à des applications biomédicales notamment au niveau surfacique à cause des problèmes d'usure par frottement des prothèses. Ce frottement libère des fragments d'alliages qui peuvent nuire à l'organisme.

La dureté est définie par la résistance aux pénétrations ou bien aux chocs des matériaux. Il était primordial alors de déterminer le comportement mécanique de ces alliages destinés essentiellement pour le biomédical et précisément pour les prothèses.

La dureté Vickers et le module de Young ont été évalués à l'aide d'une machine universelle de mesure de la dureté (Zwik ZHV 2.5) avec un pénétrateur diamant Vickers pour lequel le module élastique  $E_i = 1145$  GPa et le coefficient de Poisson  $\nu_i = 0,07$ . Les paramètres de réseau ont été calculés à partir des positions  $2\theta$  de leurs pics de diffraction particuliers en utilisant l'équation de Bragg  $\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin \theta_{hkl}$  (Réf 44); avec  $\lambda_{Cu} = 0,15406$  nm,  $d$  est l'espacement interplanaire déterminé expérimentalement (la valeur de  $d$  dépend de  $2$ ).

Le test de micro dureté Vickers  $HV_{0,2}$  des matériaux étudiés Ti-xNb est présenté sur la figure. Comme présenté, la dureté à 0% Nb est de 310 HV, 322 HV à (4 à 8 at. %) Nb, 290 HV à 10 (at. %) Nb, 255 HV à 12 at. % Nb, 240 HV à 15 at. % Nb et 250 HV à 20 at. % Nb.



**Figure III-8:** Evolution de la microdureté de l'alliage Ti-15 Nb binaire fraisé et fritté en fonction de la température de frittage. Les barres d'erreur indiquent l'écart type (SD).

### III.2 CONCLUSION

Ce chapitre décrit les caractérisations structurales et métallurgiques principales réalisées sur les mélanges de Ti-Nb étudiés.

- La taille des cristallites diminue avec l'augmentation de la teneur de Niobium (at. %), par contre la microdéformation qui s'augmente.
- Une diminution de Module de Young en fonction de la teneur de Nb a été observée, des faibles valeurs ont été obtenues généralement.
- Le profil de microdureté montre que la dureté est diminuée de 310 HV jusqu'à 240 HV lors de l'augmentation de la teneur de Nb.

Les résultats obtenus dans ce chapitre restent toujours sur les normalisations de domaine biomédical au niveau de l'état structural (élasticité), et l'état de surface (dureté) des prothèses totales de hanche.

**III.3 REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] M. Fellah, A. Linda. M. Abdul Samed, A. Montagne, Effect of replacing vanadium by niobium and iron on the tribological behavior of HIPed titanium alloys, *Acta Metall. Sin. (Engl. Lett.)*, 2017, **30** (11) p 1089-1099.
- [2] K. Toualbia, M. Fellah, N. Hezil, M. Abdul Samad, A. Zairi, A. Montagne, A. Mengias, S. Kosman, A. Iost, The effect of molybdenum content on structural, mechanical and tribological properties of HIPed  $\beta$ - type titanium alloys for orthopedic applications. *International Conference on Materials Science (ICMS2018)*, 12-14 September 2018, Setif Algeria (2018).
- [3] M. Fellah, L. Aissani, A. Iost, A. Zairi, A. Montagne, A. Mejias, Comportement à l'usure et au frottement de deux biomatériaux AISI 316L et Ti6Al7Nb pour prothèse totale de hanche, *Mater & Tech.*, 2018, **106** (402), p. 1–10, <https://doi.org/10.1051/mattech/2018051>.
- [4] M. Fellah, O. Assala, and M. Labaiz, Comparative study on tribological behavior of Ti-6Al-7Nb and SS AISI 316L alloys, for Total hip prosthesis, TMS 2014 *Supplemental proceeding*, 2014, **32**, p 237-246.
- [5] M. Fellah, M. Labaiz, O. Assala, L. Dekhil, and A. Iost, Friction and Wear Behavior of Ti-6Al-7Nb Biomaterial Alloy, *J.Biomater. Nanobiotechnol.*, 2013, **4** (4), p 374-384.
- [6] M. Fellah, M. Labaiz, O. Assala, A. Iost, Comparative friction and wear behavior between titanium alloys Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V, Proceeding of 5th World Tribology Congress, WTC, 2013, **1**, p 470-473.
- [7] M. Fellah, M. Labaiz, O. Assala, L. Dekhil, and A. Iost, Tribological behavior of biomaterials for total hip prosthesis, *Trends. Biomater. Artif. Organs.*, 2015, **29** (01), p 22-30.

# **CHAPITRE IV**

## **CARACTERISATIONS TRIBOLOGIQUES ET DISCUSSION**

## IV. INTRODUCTION

Dans ce chapitre on propose :

- D'étudier le comportement à l'usure et au frottement des mélanges étudiés et lier leurs propriétés mécaniques avec leur résistance à l'usure et au frottement au cours de mouvement alternatif
- De discuter les résultats obtenus

### IV. 1 EVOLUTION DE FROTTEMENT

Le coefficient de friction est dépendant de nombreux paramètres comme le type de matériau utilisé, la vitesse de glissement, les traitements de surface appliqués à ces matériaux, l'environnement extérieur, etc.... Plus ce coefficient est faible, plus les pertes d'énergies par frottement sont faibles. [1] Ceci rend l'étude du frottement et de l'usure au niveau du laboratoire assez spécifique, puisqu'il est difficile de reproduire, du point de vue expérimental, les mêmes conditions que celles dans lesquelles évolue un équipement médical dans un milieu biologique. [2]

L'usure étant un paramètre important dans la caractérisation d'un traitement de surface, [1] on procédera de la manière suivante : nous réalisons un test par contact ponctuel à mouvement alternatif (Fig. IV-1). Un tribomètre de type « bille sur plan » a été utilisé. Le point était une bille d'acier 100C6, pour laquelle ( $E = 310 \text{ GPa}$ ,  $HV = 840$  et densité de  $7.85 \text{ g/cm}^3$ ) en tant que contre face, qui frotte sur des échantillons en alliage de titane Ti-Nb avec des différents teneurs de Nb. Les essais sont réalisés à l'air, avec une humidité relative de 32 à 35 %, à une température de 20 à 25 °C utilisant une solution physiologique (solution de Ringer), conformément aux normes ASTM G 99, ISO 7148-1 : 2012 et ASTM G 133-95. [3]

Les échantillons sont préparés à partir des alliages à base de titane avec des différents teneurs de niobium broyés et compactés sous pression hydrostatique à chaud à 1050°C, [5] ont été découpés en disque de 15 mm de diamètre et de 5 mm d'épaisseur, et ont été polis par suite pour atteindre un état de surface respectant la norme ISO 7206-2.

Afin de préparer l'essai, les bille et échantillons ont été nettoyés dans un bain d'acétone à ultrasons. Comme le montre la figure IV-1, après essai on obtient une trace d'usure avec une longueur  $L$  ; une largeur  $l$  et une profondeur  $h$ . [4]

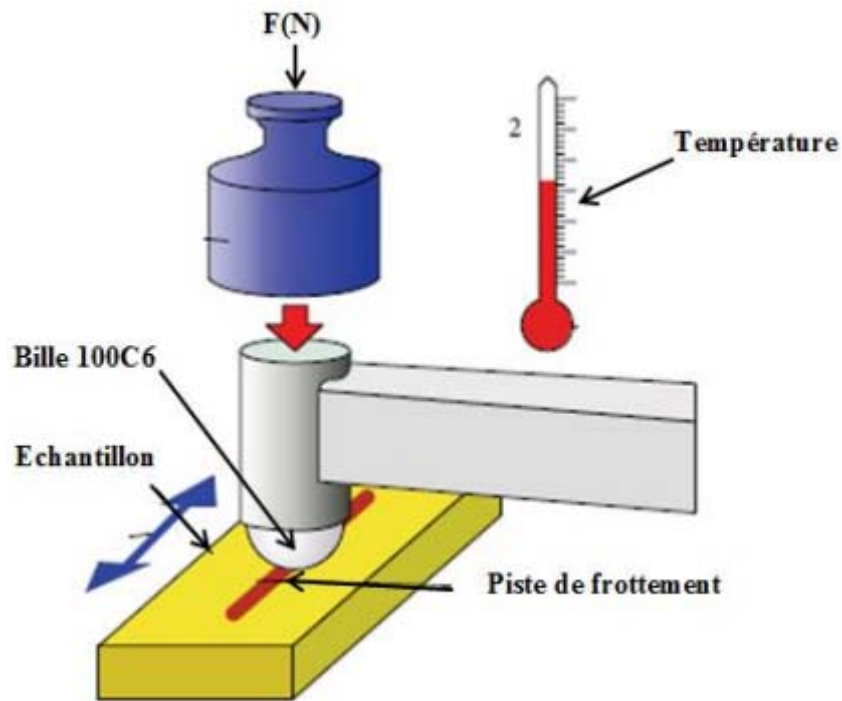


Figure IV-1 : Principe de fonctionnement du tribomètre. [4]

Durant les essais de frottement, la force normale  $F_n$  est maintenue constante 8 N et la force tangentielle  $F_T$  est mesurée au cours de chaque cycle. Le rapport ( $F_T/F_n$ ) permet de calculer le coefficient de frottement (COF) instantané.

A la différence de la variation du coefficient de frottement en fonction du temps, on peut représenter l'évolution en fonction du nombre de cycles de ce paramètre. La figure IV-4 illustrant le cas des couples étudiés.

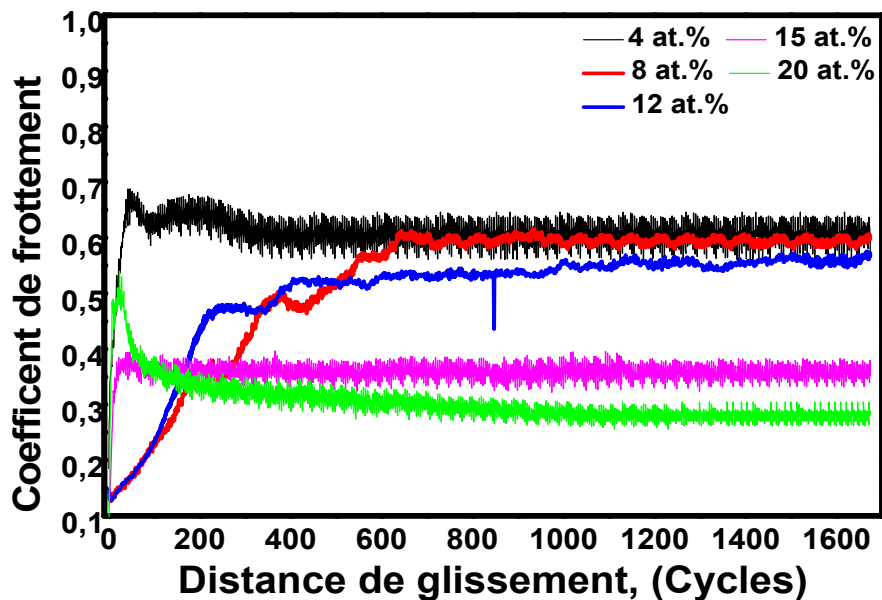
#### IV.1.1 Evolution du coefficient de frottement

Comme il a été montré par M. Fellah et al. , [5, 6] L'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles présente certains traits communs ce qui montre l'existence d'un temps d'incubation. [7] Dépendamment des matériaux et les paramètres opératoires, cette période correspondant aux premiers cycles durant lesquels le coefficient de frottement atteint une valeur maximale. [8]

Cette étude présente l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycle ainsi que les conditions d'essais à savoir la charge normal. Ce qui a été observé dans plusieurs études par M. Fellah. [9, 10] Toute évolution du coefficient de frottement au cours de l'essai est synonyme de modifications dans la zone de contact. Il s'ensuit que le suivi minutieux de la mesure du coefficient de frottement au cours de l'essai est susceptible de nous renseigner sur le mécanisme de dégradation à grand débattement (*participation du troisième corps à la cinétique d'usure*).

Une première analyse de ces courbes montre que le coefficient de frottement augmente dès les premiers cycles de frottement ; il s'agit de la période de transition ou de rodage observée classiquement dans ce type d'essais. Par la suite, après être passé par un maximum (fin de la période transitoire que nous nommerons simplement par la suite «transition»), [11] le coefficient se stabilise après un certain nombre de cycles variable selon l'état de surface et les paramètres opératoires.

L'établissement de la couche de débris nécessite un tout petit nombre de cycles. L'évolution des débris est faible et dans tout les cas la couche d'oxydes de faibles dimensions s'établit rapidement. [12] La tendance générale relative au nombre de cycles correspondant à la stabilisation et que, plus la force normal est importante, plus vite la stabilisation est atteinte. [13]



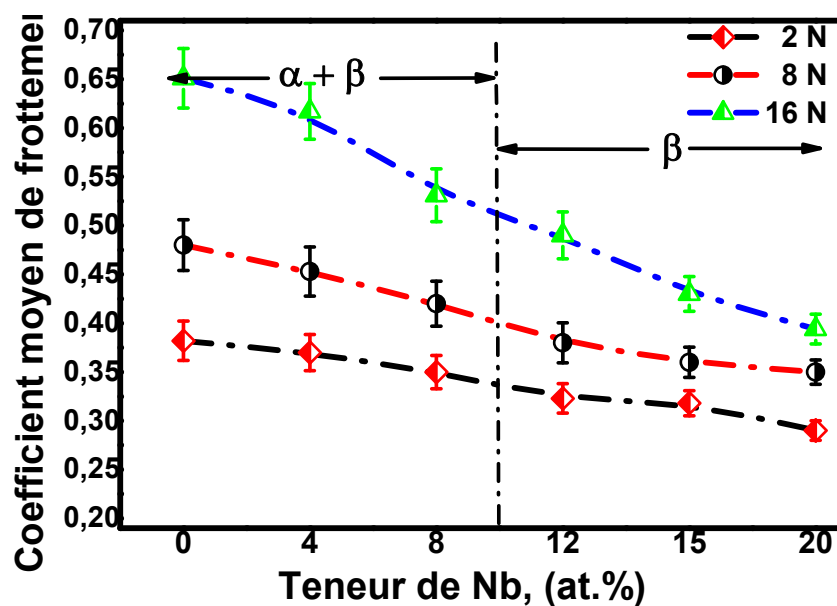
**Figure IV-2:** Evolution de coefficient de frottement de l'alliage binaire Ti-Nb testé à 8 N, en fonction de teneur de Nb (at. %), contre distance de glissement (cycle).

#### IV.1.2 Coefficient de frottement moyen

Comme il montre la figure IV-3, les valeurs moyennes du coefficient de frottement sont diminuées avec l'augmentation de la teneur de Nb pour les différentes charges appliquées. Pour la charge de 2 N, les valeurs comprises entre 0,382 et 0,300, alors qu'elles varient entre (0,480 et 0,365) et entre (0,650 et 0,413) pour les charges de 8 et 16 N respectivement. Le tableau suivant montre les résultats d'analyse pour chaque mélange Ti-Nb étudié en fonction de la teneur de Nb (at. %).

**Tableau IV-1 :** Coefficient de frottement moyen en fonction de teneur de Nb (at. %) testé à des différentes charges 2, 8 et 16 N

Mo (at. %)	2 (N)	8 (N)	16 (N)
0	0.382	0.480	0.650
4	0.374	0.453	0.613
8	0.355	0.425	0.548
12	0.335	0.389	0.500
15	0.325	0.375	0.445
20	0.300	0.365	0.413

**Figure IV-3:** Coefficient moyen de frottement de l'alliage binaire Ti-Nb en fonction de la teneur de Nb (0 à 20 at. %) testés à différentes charges de 2, 8, et 16 N, respectivement.

## IV.2 EVOLUTION DE L'USURE

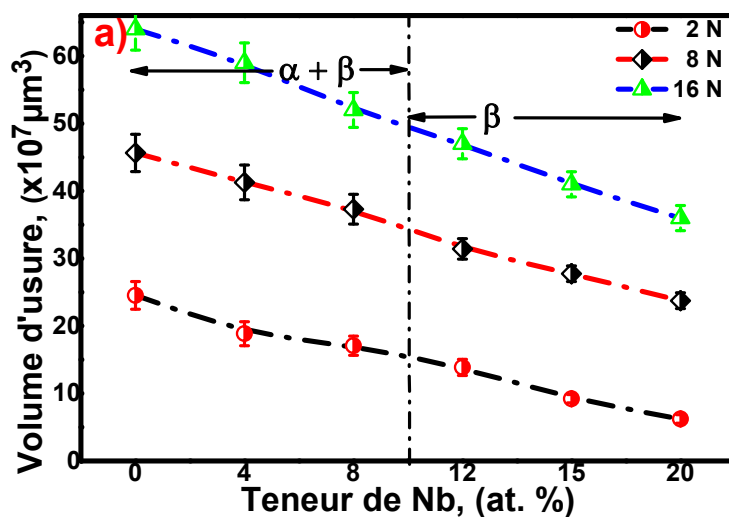
Le comportement à l'usure des prothèses totales de hanche se caractérise par deux phases distinctes; la première avec un taux d'usure élevé dite run-in ou wear in, elle correspond au premier million de cycles ou à la première année in vivo. La deuxième phase dite steady state, se distingue par un taux d'usure plus faible. [14]

Généralement les études sur simulateurs de hanche montrent des taux d'usure plus faibles que ceux reportés in vivo durant la phase du *steady state*. [15] Cette différence peut être attribuée aux conditions articulaires idéales dans les simulateurs de hanche durant le cycle de marche. La réalité in vivo diffère d'une façon marquée en termes d'état de surface, des fluctuations de la charge et des

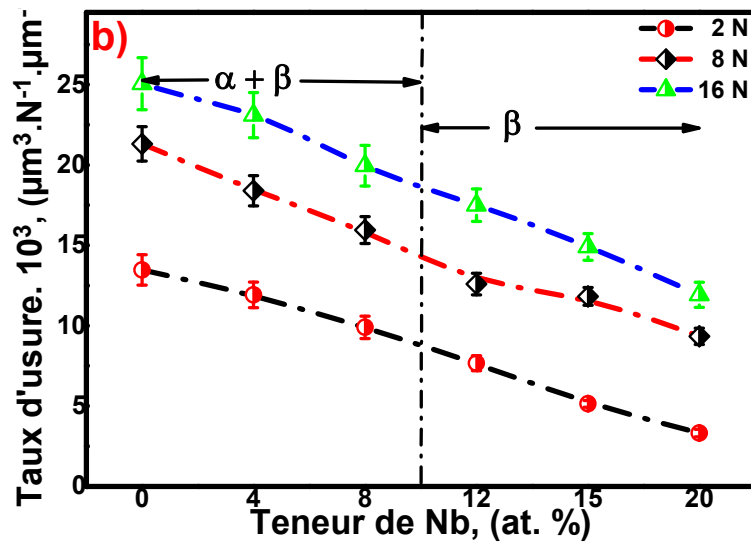
mouvements. La différence entre l'usure in vitro sur simulateur et in vivo a été mise au point par des études portant sur; l'augmentation de la charge, le mouvement stop/start [16, 17], et la différence dans la cinématique de chargement. [18, 19]

L'évolution de l'usure est exprimée par l'évolution de la perte de masse en volume en fonction de la teneur de niobium (at. %), dans notre cas on prend une moyenne des mesures effectuées sur les différents mélanges de Ti-Nb. Le résultat et leur représentation graphique est illustrée sur les Figures IV-4 et IV-5

On remarque dans les figures IV-4 et la figure IV-5 que l'évolution d'usure en fonction de la teneur de Niobium (at. %) présente les meilleures corrélations pour toutes les charges appliquées. Puisque la teneur de Nb (at. %) est en corrélation avec le volume d'usure, celle de taux d'usure, donc on peut déterminer l'évolution linéaire ou exponentielle de ces paramètres comme il est illustré sur les figures suivantes (Fig. IV-4) et ( Fig. IV-5) :



**Figure IV-4:** Evolution de volume d'usure ( $\mu\text{m}^3$ ) de l'alliage Ti-Nb en fonction de la teneur de Nb (0-20 at. %) testés à différentes charges de 2, 8, et 16 N, respectivement.



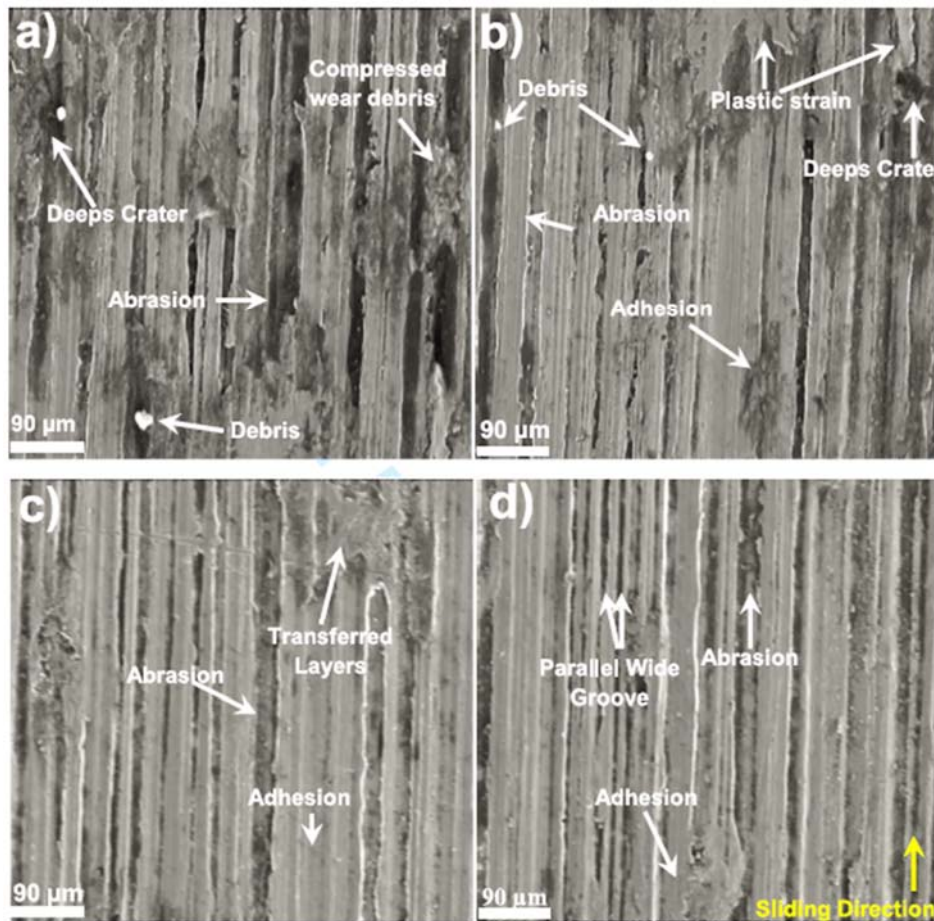
**Figure IV-5:** Evolution de taux d'usure ( $\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ ) de l'alliage Ti-Nb en fonction de la teneur de Nb (0-20 at. %) testés à différentes charges de 2, 8, et 16 N, respectivement.

### IV.2.1. Morphologie de l'usure

La figure IV-6 montre la morphologie de surface usée d'alliages de titane broyé en fonction de la teneur du Nb (0 à 20 at. %). Une trace d'usure modérée a été observée à partir de la micrographie MEB échantillons étudiés. On observe également des débris d'usure de petite taille, qui ont presque certainement été détachés par déformation plastique. [20] Un endommagement important de la surface a été observé dans tous les échantillons testés.

Une accumulation importante de débris d'usure à l'intérieur et à la périphérie externe (Fig. IV-6) de la piste d'usure a été observée. Dans la plupart des matériaux étudiés. Il a été observé que la perte de poids était provoquée par usure abrasive.

Comme représenté sur la figure IV-6, on peut voir les séries de fines particules dans le cas d'un échantillon broyé de 4 à 8 at. % du Nb (Fig. IV-6. a) et (Fig. IV-6. b) ce point désignant un mécanisme d'usure abrasif. Dans le cas des alliages broyés avec une teneur de Nb de (15 à 20 at. %), les mécanismes d'usure (adhésion et des d'élimination) [21, 22], ont été observés dans la figure IV-6.c et la figure IV-6.d. La formation extensive des bandes de glissement conduit éventuellement à la fissuration observée dans tous les matériaux étudiés.



**Figure IV-6:** Evolution de la morphologie de l'usure de l'alliage Ti-Nb en fonction de la teneur de Nb :a) 4, b) 8, c) 15 et d) 20 (at. %).

### Après l'essai de l'usure dans le

Le figure IV-7 présente la morphologie de l'usure de l'alliage de Ti-Nb en fonction de la charge appliquée (2, 8 et 16) N, un développement de débris d'usure est observé lorsque la charge est augmentée.

On peut voir les traces d'usure dans le cas d'un échantillon broyé sous des charges de 2 et 8 N (Fig. IV-7. a) et (Fig. IV-7. b) ce point désignant un mécanisme d'usure adhésif. Dans le cas des alliages broyés sous une charge de 16 N, les mécanismes d'usure (adhésion et des d'élimination), ont été observés dans la figure IV-6.c. La formation extensive des d'Andes de glissement conduit éventuellement à la fissuration observée dans tous les matériaux étudiés.

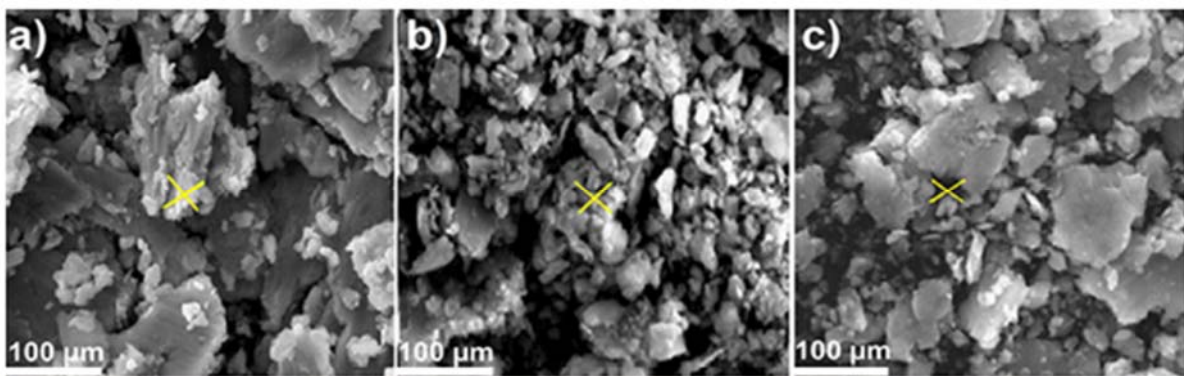
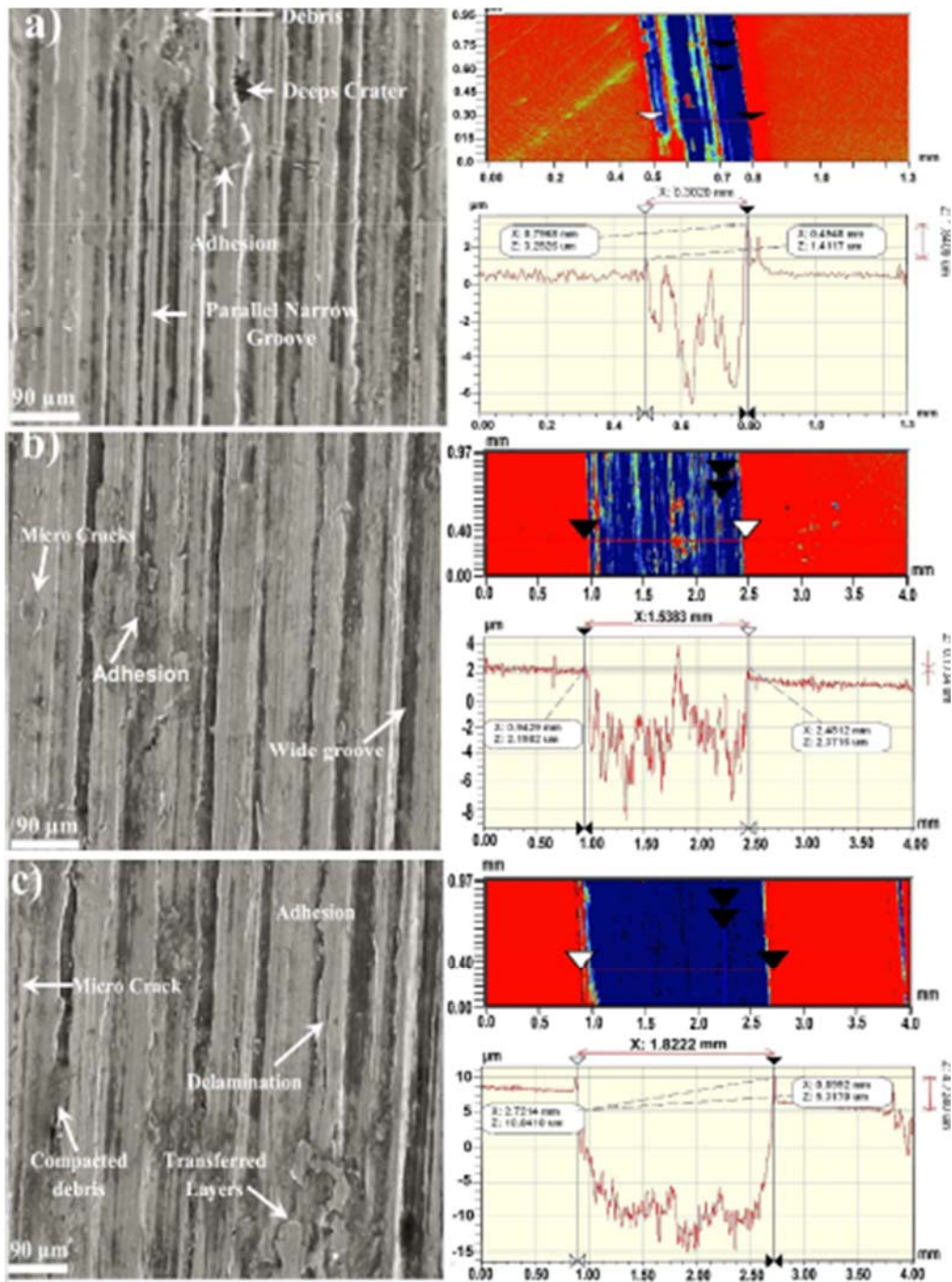


Figure IV-7 : Evolution de la morphologie de l'usure de l'alliage Ti-Nb en fonction de la charge appliquée : a) 2N, b) 8N, c) 16N.

**IV.3 Conclusion**

A travers la gamme d'essais réalisés, on peut comprendre le comportement tribologique des mélanges étudiés en fonction de leurs propriétés intrinsèques spécialement la composition chimique, et des paramètres opératoires à savoir l'influence de la teneur de Nb, la charge appliquée, etc....

- Les valeurs moyennes du coefficient de frottement sont diminuées avec l'augmentation de la teneur de Nb pour les différentes charges appliqués.
- Le taux d'usure diminue pour des mélanges Ti-Nb à une teneur de niobium bien élevée, ce qu'en corrélation avec les propriétés mécaniques ce qu'on étudiés premièrement, pour 20 at. % de niobium, l'alliage Ti-Nb présente le coefficient de frottement et le taux d'usure le plus bas.

**I.4 RIFFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] M. C. PIERRET, « *Comportements mécaniques et tribologiques du Ti-6Al-4V traité par implantation d'ions carbone et oxygène multichargés. Développement des moyens associés* ». Thèse, Université de CAEN, (2006).
- [2] Li. Y, Yang. C, Zhao. H, Qu. S, Li. X, Li. Y, « *New developments of Ti-based alloys for biomedical applications,* » *Materials*, 7 (2014) 1709-1800.
- [3] Cardoso. F. F, Ferrandini. P. et al, « *Ti-Mo alloys employed as biomaterials: effects of composition and aging heat treatment on microstructure and mechanical behavior,* » *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 32 (2014) 31-38.
- [4] K. Safi, S. Haoues, « *Synthèse et caractérisation structurale et tribologique d'un composé nano structuré à base de titane Ti-6AL-4Fe pour applications biomédicales,* » Mémoire, Université de Khenchela, (2018).
- [5] Fellah. M, Labaiz. M, Assala. O, Dekhil. L, and Iost. A, « *Friction and Wear Behavior of Ti-6Al-7Nb Biomaterial alloy* », *Journal of Biomaterial and Nanobiotechnology*, 4 (4) (2013) 374-384.
- [6] Fellah. M, Labaiz. M, Assala. O, Dekhil. L, and Iost. A, « *tribological behavior of biomaterial for total hip prosthesis,* » *Matériaux & techniques*, 102 (6-7) (2014) 601-612.
- [7] Elaschner. C, Noack. C, Preissler. C, Krause. A, Scheler. U, Hempel. U, « *In vitro Response of Human Mesenchymal Stromal Cells to Titanium Coated Peek Films and Their Suitability for Magnetic Resonance Imaging,* » *J. mater. Sci. Technol.* 31 (5) (2015) 427-436.
- [8] Attanasio. A, Gelfi. M, Pola. A, Ceretti. E, and Girandi. C, « *Influence of Material Microstructures in Micromilling of Ti-6Al-4V Alloy,* » *Materials*, 6 (2013) 4268-4283.
- [9] Fellah. M, Linda. A, Abdul Samed. M, Montagne. A, « *Effect of replacing vanadium by niobium and iron on the tribological behavior of HIPed titanium alloys,* » *Acta Metallurgica Sinica (English letter)*, 30 (11) (2017) 1089-1099.
- [10] Fellah. M, Abdul Samad. M, Labaiz. M, Assala. O, Dekhil. L, and Iost. A, « *Sliding friction and wear performance of the nano-bioceramica-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> prepared by high energy milling,* » *Tribology International*, 91 (2015) 151-159.
- [11] Nouari. M, and Makich. H, « *On the Physics of machining Titanium alloys: Interactions between cutting parameters, microstructure and tool wear,* » *Metals*, 4 (2014) 335-358.
- [12] Martin. J.R, Arajo. R. O, Nogueira. R. A, Grandini. C. R, « *Internal friction and microstructure of Ti and Ti-Mo alloys containing oxygen,* » *Archives of metallurgy and Materials*, 61 (1) (2016) 25-30.
- [13] Flavia. F. C, Peterson. L. F, Eder. S. N, Alessadra. C, Rubens. C, « *Ti-Mo alloys employed as biomaterials: Effect of composition and aging heat treatment on microstructure and mechanical behavior,* » *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 32, (2014) 31-38.
- [14] Ihaddadene. R, « *Comportement à l'usure des matériaux biomédicaux : Application aux prothèses de hanche,* » Thèse, Université de Sétif, (2014).

- [15] Firkins. P. J, Tipper. J. L, Saadatzadeh M. R, et al, «*Quantitative analysis of wear and debris from metal-on-metal prostheses tested in physiological hip joint simulator* *Biomed Mater Eng*,»Thèse, (2001), 11: 143-57.
- [16] Medley. J. B, Cheng. F. W, Pare. P, Krygier. J. J, Bondyn. J. D, «*Comparison of alloys and designs in a hip simulator study of metal on metal implants*, »*ClinOrthop*, (1996), 329(suppl):148-159.
- [17] Poter. G, Medley. J. B, Cheng. N, Pare. P, Krygier. J. J, Bondyn. J. D. «*Intermittent motion acclinically significant protocol for metal –on-metal hip simulator testing*,» *Trans 48 thOrthop Res Soc* (2002) ;100.
- [18] Bowsher. J. G, Hussain. A, Nevelos. J. E, Shelton. J. C, «*The development of severe simulator testing methods for metal-on-metal hip bearings*,» In *Proceeding of ImechE bearing surfaces for artificial hip joints*. Leeds, December (2004).
- [19] Williams. S, Stewart. T, D, Ingham. E, Stone. M. H, Fisher. J, «*Metal-onmetal bearing wear with different swing phase loads*,» *J Biomed Mater Res*, (2004), 70B:233-9.
- [20] Xu. L. J, Chen. Y. Y, Liu. Z. G, and Kong. F. T, The microstructure and properties of Ti-Mo-Nb alloys for biomedical applications, *Journal of Alloys and Compounds*, 453, (2008).
- [21] Suryanara yana. C, Klassen. T, and Ivanov. E, Synthesis of nanocomposites and amorphous alloys by mechanical alloying, *Journal of Materials Science*. 46 (2011) 6301-6315.
- [22] Farhang. M.R, Kamali. A. R, and Nazarian-Samani. M, Effects of mechanical alloying on the characteristics of a nanocrystalline Ti-50 at. % Al during hot pressing consolidation, *Material Science Engineering, B* 168 (1) (2010) 136-141.

# **CONCLUSION GENERALE**

**CONCLUSION GENIRALE**

Cet ouvrage consiste à étudier. Plusieurs mélanges de titane sont préparés avec des différentes teneurs du niobium variables de 0 jusqu'à 20 (at. %).

On a commencé par la bibliographie du sujet, dans laquelle on a présenté les biomatériaux en générale, les prothèses totale de la hanche et les différents problèmes et phénomènes concernant l'usure mécanique des articulations.

Dans le deuxième chapitre on a décrit les méthodes expérimentales utilisées pour les caractérisations. Plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour la caractérisation métallurgique et tribologique à savoir DRX, MEB, Tribomètre, Microduromètre,...

On a pu conclure les points suivants :

- Lorsque la teneur de niobium augmente, les paramètres de maille sont plus importants, pour cela, on a enregistré des valeurs ( $a_{\beta} = 3.32 \text{ \AA}$  et  $a_{\alpha+\beta} = 3.30 \text{ \AA}$ ) pour les teneurs de 20 Nb (at. %) et 8 Nb (at. %) respectivement. Alors que la taille des grains est diminu jusqu'à 22 nm pour le mélange Ti-20Nb.
- Le taux d'usure et la dureté sont varier vers des valeurs basses lorsque la teneur de niobium est augmente.
- Le mélange Ti-Nb avec 20 (at. %) présente le coefficient de frottement et le taux d'usure le plus bas.
- La teneur de Nb qui a amélioré la taille des grains et des cristallites, joue un rôle important aussi pour contrôler la résistance à l'usure.