



MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE « ABBES LAGHROUR » DE KHENCHELA
FACULTE 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)

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie des Matériaux

Etude sur la synthèse et caractérisation structural et tribologique d'un nanobiocéramique

Réalisé par : - Hadjela Salah
- Belbellaa Younes

Membres de jury :

- | | | | |
|------------------------|-------|-------------------------|-------------|
| - Pr ; Djebaili Hamid | Pr. | Université de Khenchela | Président |
| - Dr ; Brek Samir | M.C.B | Université de Khenchela | Examinateur |
| - Mr ; Hannachi Bouzid | M.A.A | Université de Khenchela | Rapporteur |

Présenté le : 21/06/2018.

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 ABBES LAGHROUR KHENCHELA. En premier lieu, nous tiens à exprimer nos profondes reconnaissances à notre encadreur de thèse, Monsieur Hannachi Bouzid pour ces précieuses remarques et conseil et de sa disponibilité.

Un grand merci pour Professeur Boumaaza Charif au laboratoire de physique à l'université de Khenchela, et Docteur Kara Ali Hcene au département de physique à l'université de Constantine pour son aide.

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.

Younes et Salah

Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

A ma femme ;

*A mon grand fils Hichem et je lui souhaite
la réussite dans son baccalauréat ;*

A mon petit fils Boubou ;

A mes parents ;

A mes frères : - Mourad et son fils Faycel,

- Oualid, Fouzi, et ma sœur ;

A ma belle-mère et ces Filles

A toute la famille Aib surtout Sliman.

A mes amis Mokdad B, Djamel H, Wahid C.

Et a toutes mes amis(es) du groupe GM,

Salah

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

Mes parents ;

Mes frères : Farouk et Midou ;

Mes sœurs ; Hams el Ouidjden et Norsin ;

Toutes mes amis (es) sans exception ;

Tous les enseignants de département du Génie

Mécanique

Tous ceux qui pensent à moi

Younes

TABLE DE MATIERES

TABLE DE MATIERES

TABLE DE MATIERES

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES ABRÉVIATIONS

INTRODUCTION GENERALE..... 01**CHAPITRE I : LES BIOMATERIAUX**

I.1 Introduction..... 04

I.2 Définition.....04

I.3 L'élaboration des biomatériaux.....04

I.4 Caractéristique d'un biomatériau.....05

I.5 Différentes classes des biomatériaux.....05

I.5.1 Les céramiques.....07

I.5.1.1 Les classes des céramiques utilisées dans la médecine07

a) Les céramiques inertes..... 07

b) Les céramiques réactives (résorbables ou non)..... 08

I.5.1.2 Propriétés des céramiques..... 09

I.5.2 Les polymères..... 10

I.5.2.1 Les classes des polymères utilisés dans la médecine..... 11

a) Les homopolymères..... 11

b) Les polymères biorésorbables.....11

c) Les copolymères..... 12

I.5.3 Matériaux d'origine naturelle12

I.5.4 Métaux et alliages..... 13

I.5.4.1 Métaux purs.....13

I.5.4.2 Alliages 13

a) Les alliages cobalt-chrome..... 14

b) Les alliages à base nickel..... 14

c) Les alliages de titane..... 14

d) Les aciers inoxydables..... 17

e) Propriétés volumiques..... 18

f) Propriétés de surface..... 20

I.6 Conclusion.....20

Reference bibliographique..... 21

CHAPITRE II : PROTHESES DE HANCHE ET LEURS PROBLEMES

II.1 Prothèses totales de hanche.....	23
II.1.1 Introduction.....	23
II.1.2 Généralités.....	23
II.1.3 Composants de prothèse totale de hanche.....	23
II.1.4 Types des prothèses.....	24
II.1.4.1 Prothèses cimentées.....	25
II.1.4.2 Prothèses non cimentées.....	27
II.1.4.3 Prothèses hybrides	28
II.1.5 Différents couples de frottement.....	28
II.1.5.1 Couple métal / plastique.....	28
II.1.5.2 Couple céramique / plastique.....	29
II.1.5.3 Couple céramique / céramique.....	30
II.1.5.4 Couple métal / métal.....	30
II.1.6 Dégradation des prothèses totales de hanche	31
II.1.6.1 Causes des échecs des implants.....	31
II.1.6.2 Zones sensibles à la dégradation.....	33
II.1.7 Problèmes liés à l'usure mécanique des surfaces articulaires.....	34
II.1.7.1 La luxation.....	34
II.1.7.2 Le descellement.....	35
II.2 Notions de biocompatibilité	36
II.2.1 Introduction.....	36
II.2.2 Les différents types de biocompatibilité.....	36
II.2.3 Bioactivité.....	37
II.2.4 Biofonctionnalité.....	37
II.3 Tribologie.....	38
II.3.1 Introduction.....	38
II.3.2 Système tribologique.....	38
II.3.3 Frottement.....	39
II.3.3.1 Définition.....	39
II.3.3.2 Les types des frottements.....	39
II.3.4 La lubrification.....	41
II.3.5 L'usure.....	41
II.3.5.1 Définition.....	41

II.3.5.2 Usure par adhésion.....	42
II.3.5.3 Usure par abrasion.....	42
II.3.5.4 Usure par délamination.....	42
II.3.5.5 Usure par frottement-corrosion	43
II.4 Conclusion.....	43
Références Bibliographiques.....	44
CHAPITRE III : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	
III.1 Introduction.....	47
III-2 Techniques expérimentales d'élaboration.....	47
III.2.1 Types de matériaux nanostructurés.....	47
III.2.2 Propriétés des nanomatériaux	48
III.2.3 Principaux minerais	48
III.2.4 Gebbsite.....	48
III.2.4.1 Eau de constitution	49
III.2.4.2 Structure des groupements hydrargilite.....	49
III.2.4.3 Relation entre température de déshydratation et structures des alumines.....	49
III.2.5 Alumine- α	50
III.2.5.1 Structure cristallographique.....	50
III.2.5.2 Calcination des alumines hydratées.....	51
III.2.6 Elaboration des céramiques.....	52
III.2.6.1 Broyage des poudres.....	53
III.2.6.2 Les différents types des broyeurs.....	55
III.2.6.3 Conditions expérimentales du broyage.....	56
III.2.7 Mise en forme.....	57
III.2.7.1 Compaction.....	57
III.2.7.2 Frittage.....	59
III.3 Caractérisation structurale.....	61
III.3.1 Matériau étudié	61
III.3.2 Mode opératoire.....	61
III.3.3 Techniques de caractérisation.....	62
III.3.3.1 Analyse Spectrométrie (Infrarouge).....	62
III.3.3.2 Analyse par diffraction des rayons X	63
III.3.3.3 La Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	65

III.4 Caractérisations Tribologiques.....	65
III.4.1 Le coefficient de frottement.....	65
III.4.2 Contact tribologique ponctuel.....	66
III.4.3 Tests tribologiques	66
III.4.4 Courbes de frottement.....	67
III.5 Conclusion.....	68
Références Bibliographiques.....	69
CHAPITRE IV : ELABORATIONS, CARACTERISATIONS ET DISCUSSIONS	
IV.1 Introduction.....	71
IV.2 Modes d'élaboration.....	71
IV.2.1 Calcination.....	71
IV.2.2 Broyage.....	72
IV.2.2.1 Broyeur planétaire	72
IV.2.3 Compactage.....	73
IV.2.4 Frittage.....	73
IV.3 Modes de caractérisation.....	75
IV.3.1 Microscopie électronique à balayage (MEB).....	75
IV.3.2 Analyse par diffraction des rayons X.....	75
IV.3.2.1 Taille des cristallites.....	77
IV.3.3 Discussion.....	78
IV.3.4 Spectroscopie IR.....	78
IV.3.4.1 Discussion	80
IV.4 Analyse tribologique.....	81
IV.5 Conclusion.....	81
Références bibliographiques.....	82
CONCLUSION GENERALE	83

RESUME

ABSTRACT

ملخص

LISTE DES FIGURES**CHAPITRE I**

Figure I-1 : Cupule en zircon.....	08
Figure I-2 : Cupule en alumine.....	08
Figure I.3 : Arrangements possibles dans un polymère.....	10
Figure I-4 : Cupule en polyéthylène.....	11
Figure I-5 : Copolymères et leurs monomères de base utilisés dans la médecine.....	12
Figure I-6 : Classification des alliages de titane en fonction de leur composition. chimique.....	15

CHAPITRE II

Figure II-1 : Éléments constitutants d'une prothèse totale de hanche modulaire.....	24
Figure II-2 : Prothèses totales de hanche : a) Queue cimentée b) Queue non cimentée.	25
Figure II-3 : Fixation par.....	25
Figure II-4 : Ciment acrylique.....	26
Figure II-5 : Prothèse totale de hanche cimentée.....	26
Figure II-6 : Prothèse totale de hanche non cimentée.....	27
Figure II-7 : Fixation non cimentée.....	28
Figure II-8 : Couple métal / Polyéthylène.....	29
Figure II-9 : Couple céramique / Polyéthylène.....	29
Figure II-10 : Couple céramique / céramique.....	30
Figure II-11 : Couple métal / métal.....	31
Figure II-12 : Différentes causes des échecs des implants orthopédiques.....	32
Figure II-13 : Phénomène de “stress-shielding” lors de l’implantation d’une PTH.....	32
Figure II-14 : Modes de dégradation des PTH.....	33
Figure II-15 : Zones de fragmentation du ciment et de migration des particules, zones d’ostéolyse dues aux particules de ciment.....	34
Figure II -16 : Luxation d'une prothèse de hanche.....	35
Figure II-17 : Descellement d’une tige cimentée et non cimentée.....	35
Figure II-18 : Systèmes tribologiques.....	38
Figure II-19 : Frottement sec.....	40
Figure II-20 : Frottement hydrodynamique.....	40
Figure II-21 : Frottement onctueux.....	41

CHAPITRE III

Figure III-1 : Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure.....	47
---	----

Figure III-2 : La Gibbsite.....	48
Figure III-3 : Micrographies MEB de la Gibbsite.....	49
Figure III-4 : Quelques photos de l'alumine alpha.....	50
Figure III-5 : Représentation de la maille primitive rhomboédrique de l'alumine- α ...	51
Figure III-6 : Schéma de principe du broyage à haute énergie.....	54
Figure III-7 : Les différents types de broyeurs.....	55
Figure III-8 : Représentation à 2D d'un défaut triple désordonné.....	56
Figure III-9 : Cycle de compaction de poudres.....	57
Figure III-10 : Schéma d'un système de compaction isostatique.....	58
Figure III-11 : Les différents stades de densification.....	60
Figure III-12 : Le four utilisé dans le frittage.....	62
Figure III-13 : Photo d'une microscopie infra rouge.	63
Figure III-14 : Principe de fonctionnement d'équipement FTIR.....	63
Figure III-15 : Diffractomètre Panalytical.	64
Figure III-16 : La Microscopie Electronique à Balayage (MEB).....	65
Figure III-17 : Un tribomètre.....	66
Figure III-18 : Evolution de coef de frottement en fonction de la distance de Al_2O_3 ...	67

CHAPITRE IV

Figure IV-1 : Four de calcination 1000 °C.....	71
Figure IV-2 : Four de calcination 1400°C	72
Figure IV.3 : Broyeur planétaire.....	72
Figure IV-4 : Etapes d'obtention des pastille.....	73
Figure IV-5 : Cycle de frittage naturel de l'alumine.....	74
Figure VI.6 : les fours utilisés dans le frittage.....	74
Figure IV-7 : Pastille d'alumine frittée.....	74
Figure IV-8 : Micrographies MEB de l'alumine- α	75
Figure IV-9 : Spectre DRX de la gibbsite brute.....	76
Figure IV-10 : Spectres de diffraction des rayons X de la gibbsite brute traitée à différentes températures pendant 24 heures (600-1000°C).	76
Figure IV-11 : Spectre DRX de la gibbsite brute traitée à 1400°C pendant 6 heures...	77
Figure IV-12 : Spectres FTIR de la gibbsite calciné à 1400°C.....	79
Figure IV-13 : Spectres FTIR de référence de l'alumine alpha.....	79
Figure IV-14 : Spectres FTIR de l'alumine alpha fritté à 1000°C.....	80

LISTE DES TABLEAUX**CHAPITRE I**

Tableau I-1 : Les biomatériaux les plus couramment utilisés.....	06
Tableau I-2 : Propriétés physiques des matériaux.....	09
Tableau I-3 : Propriétés mécaniques des matériaux céramiques.....	09
Tableau I-4 : Propriétés thermiques des matériaux céramiques.....	10
Tableau I-5 : Classification des éléments d'alliages selon leur influence sur les phases α et β	15
Tableau I-6 : Composition chimique des aciers à forger inoxydables à faible teneur en azote (norme NF ISO 5832-1) et norme NF ISO 5832-9.....	18
Tableau I-7 : Propriétés mécaniques des aciers inoxydables 316 et 316L.....	19

CHAPITRE III

Tableau III-1 : Bilan des différents types de défauts susceptibles d'être créés pour chaque étape de l'élaboration.....	53
Tableau III-2 : Techniques de broyage couramment employées.....	54
Tableau III-3 : Les conditions des essais tribologiques.....	67

CHAPITRE IV

Tableau IV-1 : Position atomique de l'amine- α	77
Tableau IV-2 : Les valeurs d'affectations de spectroscopie IR.....	80

LISTE DES ABREVIATIONS

PTH	: Prothèse totale de la hanche.
DRX	: Diffraction des rayons X.
MEB	: Microscope électronique à balayage.
FTIR	: Infrarouge à transformée de Fourier.
PMMA	: Poly méthyl méthacrylate.
PE	: Polyéthylène.
HRB	: Dureté brinell bille.
HV	: Dureté Vickers.
F_t	: Force du frottement.
F_{ad}	: Force de cisaillement due à l'adhésion.
F_{def}	: Force de déformation due au labourage.
HCP	: Hexagonale compacte.
R3	: Groupe spatial de la phase α .
1D	: Une dimension.
3D	: Trois dimensions.
G	: Energie stockée.
μ	: Coefficient de frottement.
D	: Taille des cristallites.
λ	: La longueur d'onde du rayon X.
θ	: Angle de diffraction de Bragg.
W	: Largeur à mi-hauteur.
β	: Angle à mi-hauteur.
δ	: Bending Vibration.
v	: Stretching Vibration.

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les prothèses sont des rotules mécaniques qui reprennent la fonction articulaire naturelle d'une hanche défaillante (arthrose, rupture du col du fémur...) et qui permettent au patient de reprendre une "vie normale". Dans les années 70, l'utilisation de matériaux céramiques pour réduire l'usure des composants frottantes de la prothèse a fait surgir de nouvelles problématiques mécaniques comme celle du *squeaking*. Le *squeaking* est un bruit aigu, souvent associé à celui d'un grincement de porte, provoqué par la prothèse lors de mouvements des membres inférieurs.

Les nanotechnologies se sont récemment imposées comme un thème majeur de la recherche tant pour les sciences fondamentales que pour les applications. La recherche dans ce domaine est pluridisciplinaire et s'appuie pour une grande part sur le développement de nanomatériaux. Ceux-ci constituent, en effet, les matières premières des nanotechnologies et ouvrent à l'industrie des perspectives extrêmement larges. Toutes les grandes familles de matériaux sont concernées : métaux, céramiques, polymères.

Le développement des céramiques nécessite une grande maîtrise des procédés d'élaboration (élaboration des nano-poudres, mise en forme, frittage, usinage, études de propriétés finales, etc...), qui permettent d'obtenir les microstructures appropriées et qui doivent conduire à la réalisation de pièces à faible coût mais avec une grande fiabilité dans des différents applications biomédicales.

De nombreuses études se sont intéressées à la fabrication de matériaux métalliques massifs nanostructurés. Deux approches existent pour leur élaboration, l'approche dite « Bottom-Up », qui consiste à synthétiser des poudres nanométriques qui sont ensuite consolidées et densifiées pour obtenir un matériau massif, la principale difficulté réside dans l'obtention d'échantillons totalement denses, l'approche dite « top-down », qui consiste à affiner la taille de grains d'un matériau massif microcristallin par déformation sévère. La taille de grains minimale accessible par ce mode de fabrication reste cependant limitée à quelques centaines de nanomètres. Ces différentes voies de synthèse offrent un large panel de microstructures, ce qui s'avère intéressant pour l'étude des propriétés [1].

Ce travail avait comme objectif l'étude de la l'évolution microstructurale et tribologique de nanocéramiques de type oxydes. Nous nous sommes intéressés au cas de l'alumine- α . Cependant, une poudre de la gibbsite est une poudre de départ présentant des phases initiales métastables. Cette gibbsite subira donc des transformations de phases lors de la montée en température qui pourront interférer lors de la calcination, broyage et frittage.

Ce travail, organisé en plusieurs chapitres, avait donc pour objectif de suivre les transformations de phase et leurs effets sur la microstructure d'une alumine- α et son comportement tribologique pour une interaction tolérable ou une biocompatibilité totale avec le corps vivant.

Dans ce but, le premier chapitre consiste en une synthèse bibliographique, dans laquelle sont d'abord rappelées les classes des biomatériaux, puis ensuite, les propriétés et les applications des biomatériaux.

Ensuite, le deuxième chapitre décrit la prothèse totale de hanche (PTH), leurs types et composants, les différents couples de frottement et les problèmes liés à l'usure mécanique des PTH. On a rédigé aussi des notions de biocompatibilité et de la science de tribologie.

Dans le troisième chapitre, nous allons présenter les méthodes expérimentales utilisées pour l'élaboration des alumines et de la caractérisation structurale et tribologique telles que : Microscope électronique à balayage, Diffraction des rayons X, spectromètre IR (FTIR)

Le dernier chapitre a été consacré à une élaboration de l'alumine- α dans une première partie, la deuxième partie consiste à une étude de leurs structures par les techniques de caractérisations usuelles (MEB, DRX, FTIR...) qui permettra de collecter des informations peut être nécessaires à la compréhension de leurs propriétés. Dans un but ultime, nous souhaiterons explorer les possibilités d'application de ces matériaux qui présentent à la fois des caractéristiques biocompatibles.

Nous terminons notre travail par une conclusion générale et les perspectives à donner pour ce travail.

Enfin, **la question** qu'on doit poser pour illustrer notre travail est : comment fait l'élaboration de ce matériau ? et est ce qu'il contient les conditions de biocompatibilité ?

Références bibliographiques

[1] Arab L. « *Elaboration par différentes méthodes et étude optique de poudres nanocristallines de ZnO pur et dopé par différents oxydes* », Thèse de doctorat, Université Mentouri-Constantine, (2012).

CHAPITRE I

LES BIOMATERIAUX

I.1 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 biotolérés 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 invitro 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.2 Définition

La préservation de l'intégrité corporelle, la réparation des lésions tissulaires et la mise au point de systèmes visant à pallier les déficiences fonctionnelles ont conduit à l'utilisation de matériaux non-vivants au contact de l'organisme. Ces procédures déjà utilisées dans l'antiquité ont amené à définir beaucoup plus récemment le concept de biomatériau.

Il ne peut sans doute pas exister une définition totalement satisfaisante des biomatériaux. La conférence de Chester de la Société Européenne des Biomateriaux, dite conférence du Consensus a, en 1986 retenu la définition suivante : "*Matériaux non vivants utilisés dans un dispositif médical destiné à interagir avec les systèmes biologiques*" [2].

Ils peuvent être implantés, réparer des tissus lésés ou même constituer des systèmes d'assistance extra corporelle (par exemple : un système de respiration jouant le rôle d'un troisième poumon). Au-delà de toute définition formelle, la notion de biomatériaux est entièrement contenue dans le nécessaire pris en compte du contact de ces matériaux avec des tissus ou fluides vivants.

Cet aspect de contact, qui est évident dans le cas d'implants, doit être étendu aux contacts qui se réalisent à la surface ou à l'extérieur du corps comme, par exemple, ceux qui se produisent avec le sang dans l'hémodialyse, ou avec la cornée dans les lentilles de contact. A la limite, elle devrait même être étendue aux produits de diagnostic (microplaques, support de culture,...) et aux matériaux pour biotechnologies, qui sont en contact avec des cellules vivantes.

I.3 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 recommandé (norme NF EN 552/A2) [3].

I.4 Caractéristique d'un biomatériau

Les caractéristiques de ces biomatériaux, relevant de la science des matériaux, sont qu'ils doivent avoir des propriétés mécaniques et physico-chimiques aussi proches que possibles des propriétés de l'organe ou de la partie de l'organe. Ces caractéristiques peuvent être regroupées selon 3 grands thèmes :

- Caractéristiques mécaniques ;
- Caractéristiques physico-chimiques ;
- Caractéristiques biologiques : réaction du vivant au contacts des matériaux.

Ils ne se définissent pas par une nature particulière mais par l'usage auquel on les destine (Orthopédie, odontologie, cardio-vasculaire, ophtalmologie, ...).

a) Caractéristique mécanique

Les propriétés mécaniques doivent être aussi proches que possible des propriétés de l'organe remplacé. Elles doivent être garanties après implantation.

b) Caractéristiques physico-chimiques

Le matériau ne doit pas introduire de toxicité, ni par lui-même ni par ses produits de dégradation ou de relargage ou provoquer de réaction néfaste de la part de l'organisme hôte (carcinogénicité, réaction immunitaire ou de rejet, thrombose). Les propriétés physico-chimiques ont également une importance au niveau de la stérilisation.

c) Caractéristiques biologiques

Les caractéristiques biologiques se définissent par les interactions entre la matière artificielle (alliage, céramique, polymère,...) et les milieux vivants.

I.5 Différentes classes des biomatériaux

Les premiers biomatériaux implantés n'étaient pas spécialement adaptés, à l'origine, pour un long séjour en milieu biologique ; ces matériaux étaient au mieux biotolérés et

pouvaient avoir, à long terme, des effets néfastes sur l'organisme.

Tableau I-1 : Les biomatériaux les plus couramment utilisés [4].

Matériau	Domaine d'application
Cobalt-Chrome	Implants articulaires, implants dentaires
Titane-TA6V	Implants articulaires, plaques et vis d'ostéosynthèse, pacemaker, implants dentaires, élément de chirurgie reconstructive
Aciers inoxydables	Pacemaker (électrodes), plaques et vis d'ostéosynthèse, agrafes diverses
Polytétrafluoroéthylène	Implants vasculaires, chirurgie faciale
Polyuréthane	Urologie, implants mammaires, valves cardiaques, pacemaker (isolant)
Silicone	Implants mammaires, urologie, implants testiculaires, pacemaker (isolant), chirurgie faciale, chirurgie de la main
Polyéthylène	Sutures, implants vasculaires
Dacron	Implants vasculaires, ligaments, chirurgie du tube digestif
Polyméthylmethacrylate	Lentilles intraoculaires, ciment orthopédique
Polyester	Sutures, implants vasculaires
Polypropylène	Sutures, ligaments
Polyamide	Sutures
Acides polylactiques et polyglycoliques	Sutures, implants biodégradables, support de médicaments implantables
Alumine	Pacemaker (isolant), prothèses articulaires
Carbone	Valves cardiaques, ligaments
Bioverres	Implants orthopédiques et dentaires
Phosphates de calcium	Implants orthopédiques, ciment, support de médicaments implantables
Collagène	Remplacement tissulaires (tissus durs ou mous), cornée, cicatrisation
Xéno greffes, Allogreffes	Greffes vasculaires, valves cardiaques, tendons ligaments
Acide hyaluronique	Protections oculaires (lubrifiant), fluide synovial

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*¹ 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.

Le tableau I-1 présente les biomatériaux les plus utilisés dans la médecine.

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

- Les métaux et les alliages métalliques ;
- Les polymères et la matière 'molle' ;
- Les céramiques au sens large ;

I.5.1 Les céramiques

La technologie de l'ingénierie des céramiques techniques aide à résoudre de plus de plus de problèmes d'ingénierie dans les domaines mécaniques, électriques, électroniques et médicales avec des applications dans les champs aussi variés que l'automobile, l'électricité, la fabrication, les industries de la consommation et des télécoms.

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 [5, 6].

I.5.1.1 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 :

a) Les céramiques inertes

Essentiellement représentées par l'alumine (Al_2O_3) et le zircon (ZrO₂) partiellement stabilisés. Elles sont insolubles en milieu physiologique.

a.1) La zircon (ZrO₂)

La zircon est le nom commun de l'oxyde de zirconium (ZrO₂). La zircon 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 zircon est sur beaucoup de points semblables à l'alumine, mais offre une résistance

¹ *In vitro* : Se dit sur une opération biologique s'effectue hors de l'organisme.

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-1 : Cupule en zircon [7].

a.2) L'alumine (Al_2O_3)

L'alumine est le nom commun de l'oxyde d'aluminium (Al_2O_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.

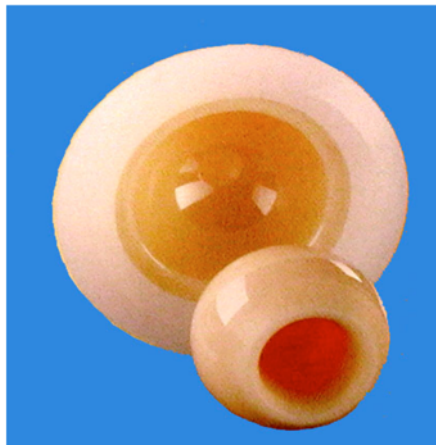


Figure I-2 : Cupule en alumine [7].

b) 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 SiO_2 , P_2O_5 , 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.5.1.2 Propriétés des céramiques

Les tableaux I-(2-3-4) résument les différentes propriétés physiques, mécaniques, électriques et thermiques des matériaux céramiques.

Tableau I-2 : Propriétés physiques des matériaux [7].

	Oxydes				Carbure	Nitrures			
	Al ₂ O ₃	ZrO ₂ / Y ₂ O ₃	ZrO ₂ / MgO	MgO	SiC	Si ₃ N ₄ lié par réaction	Si ₃ N ₄ pressé à chaud	AlN	BN
Masse volumique (g/cm³)		5,9	5,75	3,58	3,2	3,27	3,29	3,26	3,49
Poids moléculaire (g/mole)	102	-	-	40,4	40,1	140	140	41	25
Température maximale d'utilisation (°C)	1700 -1800	1500	1000	2200	1500	1200 -1500	1100 -1600	1000 - 1800	950

Tableau I-3 : Propriétés mécaniques des matériaux céramiques. [7]

	Oxydes				Carbure	Nitrures			
	Al ₂ O ₃	ZrO ₂ / Y ₂ O ₃	ZrO ₂ / MgO	MgO	SiC	Si ₃ N ₄ lié par réaction	Si ₃ N ₄ pressé à chaud	AlN	BN
Dureté (Mohs)	9	.	-	5.5	9	-	-	.7	9
Module d'Young (GPa) -E-	300- 400	200	200	250 -300	420	170 -220	280 -310	318	20 -35
Coefficient de Poisson - ν-	0,25	.	-	0.18	0.14	0.25 -0.26	0,27	0.25	-
Résistance à la flexion (MPa) -σ_r-	380	.	800 -1500	.	400 -600	.520	830	300	-
Ténacité (MPa.m^{1/2}) - K_{1c}-	2-3	7-13	6-10	-	2.5-3.5	3.5-5	6.1	4.5	-

Tableau I-4 : Propriétés thermiques des matériaux céramiques [7].

	Oxydes				Carbure	Nitrures			
	Al ₂ O ₃	ZrO ₂ / Y ₂ O ₃	ZrO ₂ / MgO	MgO	SiC	Si ₃ N ₄ lié par réaction	Si ₃ N ₄ pressé à chaud	AlN	BN
Chaleur spécifique (J/K/kg)	900	400 - 500	420	870 - 880	750	690	680 - 800	800	800 - 2000
Conductivité thermique (W/m/K) à 20°C -λ-	26-35	2,2 - 3,2	1,5-2,5	40 - 50	63-155	9-30	15-43	180	20 - 170
Dilatation linéaire (x10⁻⁶ de 20 à 1000°C -α-	8-9	10-11	5-16	10 - 13	4-5	3	3,3	4,4 - 5,3	1-36
Point de fusion (°C)	2050	2590	-	2800	2500	1900	1900	2200	2600 - 2800

I.5.2 Les 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 [8, 9].



Les homopolymères



Alternée



Séquencée



Statistique

Figure I.3 : Arrangements possibles dans un polymère.

I.5.2.1 Les classes des polymères utilisés dans la médecine

a) Les homopolymères

Les homopolymères sont des polymères qui sont faits avec un même motif monomère, comme le poly (méthyl méthacrylate) (PMMA) qui présente l'avantage d'une très bonne transmission de la lumière.

Le polyéthylène (PE) est utilisé, à sa forme de densité élevée, dans les applications biomédicales parce que les matériaux à basse densité ne peuvent pas résister la température de stérilisation, figure I-4.



Figure I-4 : Cupule en polyéthylène.

b) Les polymères biorésorbables

L'ablation du matériel implanté nécessite une deuxième opération avec tous ces inconvénients. Laisser en place le matériel métallique ne constitue pas une solution acceptable, sauf chez le vieillard, en raison de fracture en bout d'implant, de corrosion et de cancérisation tardive. L'idée d'un matériau qui se dégraderait avec le temps et finirait par disparaître est séduisante et ancienne.

Durant ces deux dernières décennies, divers polymères biorésorbables synthétiques ont été étudiés comme matériaux de fixation interne pour les fractures et ostéotomies².

Notons qu'un polymère est biodégradable quand, dans le milieu biologique, il y a destruction partielle des macromolécules, il est biorésorbables quand la destruction est totale et que les petites molécules sont reprises dans le métabolisme³ général, ou éliminées.

² Ostéotomie : Section des os dans un but thérapeutique.

³ Métabolisme : Terme générale désignant toutes les réactions par lesquelles les cellules d'un organisme produisent et utilisent l'énergie.

Le matériau résorbable doit avoir une durée de vie suffisante pour permettre une stabilité efficace pendant le temps de consolidation.

c) Les copolymères

Les copolymères sont un autre type important des polymères utilisés dans les applications biomédicales. Ce sont des polymères composés d'au moins deux types d'unités répétitives.

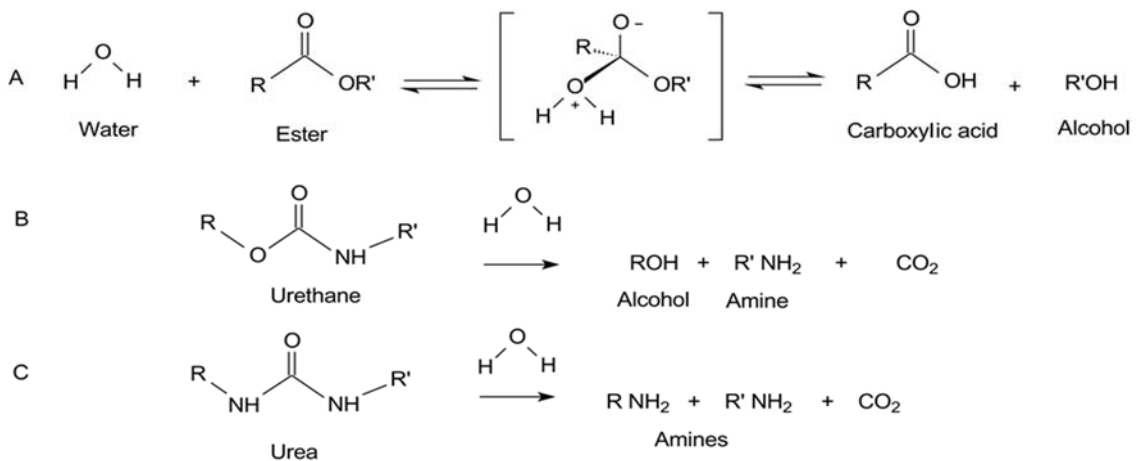
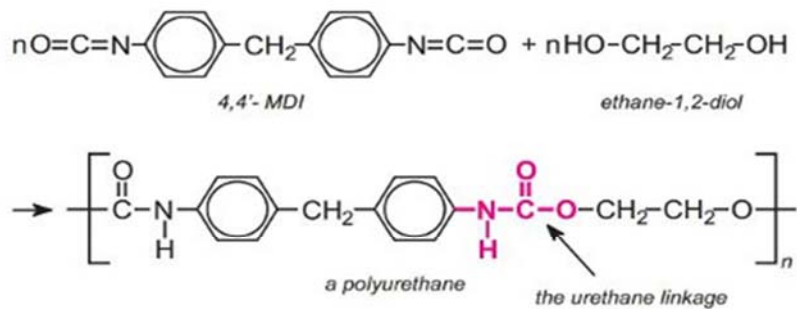
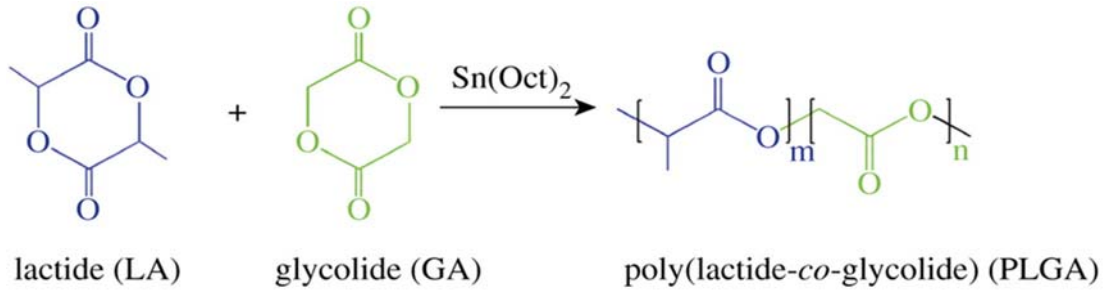


Figure I-5 : Copolymères et leurs monomères de base utilisés dans la médecine.

I.5.3 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.5.4 Métaux et alliages

Se sont en quelque sorte les 'ancêtres' des biomatériaux puisque ce sont les premiers à avoir été utilisés pour faire des implants.

Trois facteurs essentiels doivent être considérés :

- Les propriétés mécaniques nécessaires ;
- La biocompatibilité du matériau ;
- La résistance à la corrosion, car les produits de celle-ci sont susceptibles d'entraîner des réactions toxiques ou allergiques, rendant le matériau non biocompatible [10, 11].

I.5.4.1 Métaux purs

De nombreux métaux purs ont été utilisés par les chirurgiens au cours de l'histoire.

- Le *fer* manque de résistance à la corrosion.
- Le *plomb* est toxique.
- Le *cuivre* n'a pas les propriétés mécaniques nécessaires et il est peu biocompatible.
- Le *platine*, l'*or* et l'*aluminium* ne possèdent pas des propriétés mécaniques suffisantes.
- Seul le *titane* pur est utilisé à l'heure actuelle. Il est parfaitement biocompatible et présente une excellente résistance à la corrosion, mais est d'un prix assez élevé.

I.5.4.2 Alliages

Un alliage est une combinaison de deux éléments ou plus, dont un au moins doit être métallique. Le développement de la chirurgie a amené les fabricants à mettre au point, à tester et à standardiser des alliages considérés comme biocompatibles, résistants à la corrosion et possèdent des caractéristiques mécaniques nécessaires.

Il existe quatre grandes catégories d'alliages utilisés en chirurgie orthopédique :

- Les alliages à base de cobalt ;
- Les alliages à base nickel
- Les alliages à base de titane
- Les alliages inoxydables ;

a) Les alliages cobalt-chrome

Les alliages cobalt-chrome sont principalement utilisés en chirurgie cardiovasculaire et orthopédique [12, 13] (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 μ m) contenant des ions toxiques Cr^{+6} et Co^{+2} susceptibles de conduire au relâchement spontané des tissus entourant la prothèse [14].

b) Les alliages à base nickel

Les alliages *Ni-Cr* ont longtemps été appréciés pour la confection de prothèses dentaires, du fait de la ductilité de ces alliages à base de *Ni* qui les rendait facile à travailler. [15] 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* présentent l'intérêt exceptionnel de la mémoire de forme [16]. 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 ces alliages d'une couche stable de TiO_2 restent utilisés pour des implantations de courte durée d'application, ou dans le cas d'utilisation extracorporelle comme les actionneurs d'orthèses dynamiques programmables [17].

c) Les alliages de titane

Le titane étant un métal de transition, il peut former des solutions solides avec un grand nombre d'éléments d'addition. Le tableau I-5 présente une classification schématique des principaux éléments d'alliage rencontrés. 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 β ou α .

Tableau I-5 : Classification des éléments d’alliages selon leur influence sur les phases α et β . [18]

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

Ainsi, selon leur propension à stabiliser l’une ou l’autre des deux phases nous pouvons distinguer [19] :

- ✓ les *éléments alphagènes* qui tendent à augmenter le domaine de stabilité de la phase α et par conséquent à augmenter la température transus T_β ;
- ✓ les *éléments bétagènes* qui stabilisent la phase β et tendent donc à faire baisser la température de transformation $\beta \rightarrow \alpha$;
- ✓ les *éléments neutres* ayant peu d’effet sur la valeur des températures de transformation.

L’action des éléments d’addition sur la stabilité peut être traduite en termes d’équivalent Molybdène % Mo_{éq} [20]. Ainsi, afin d’évaluer l’influence respective de tous les éléments d’addition, le molybdène est considéré comme référence.

$$\% \text{ Mo } \text{éq} = 1. \text{ Mo} + 0,67 \text{ V} + 0,44 \text{ W} + 0,28 \text{ Nb} + 0,22 \text{ Ta} + 2,9 \text{ Fe} + 1,6 \text{ Cr} \dots - 1. \text{ Al} \dots \dots \dots (1)$$

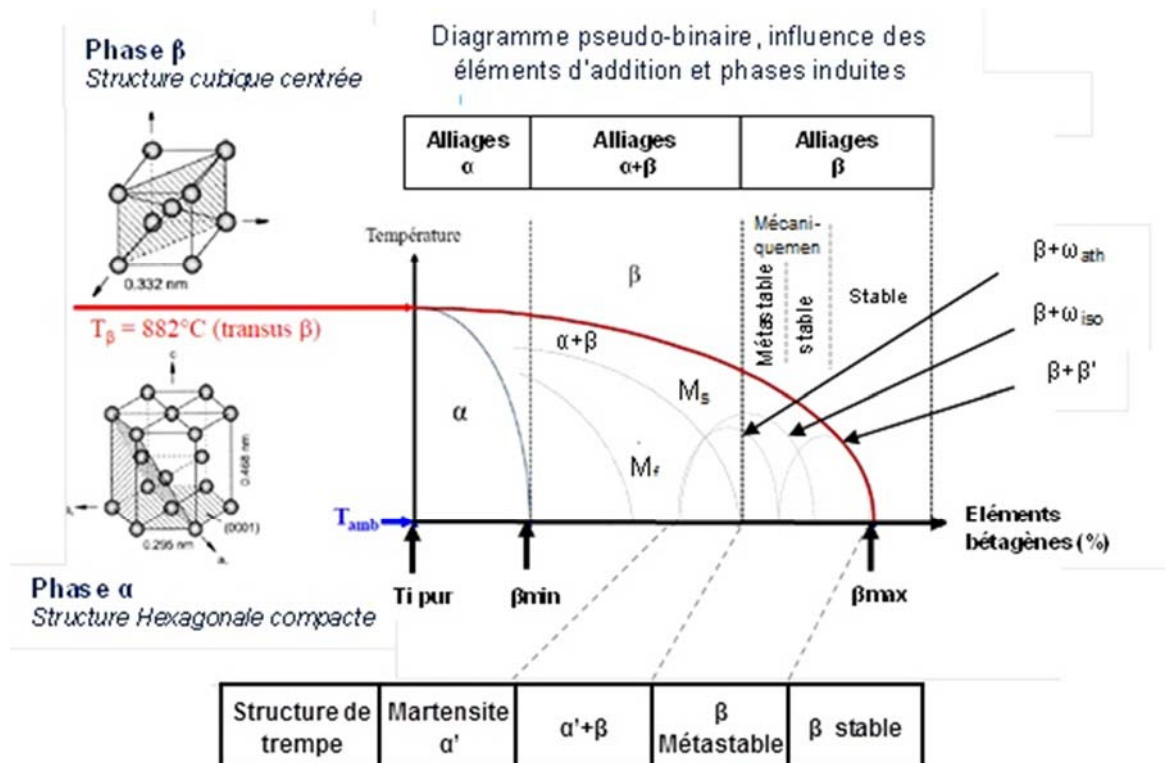


Figure I-6 : Classification des alliages de titane en fonction de leur composition chimique [21].

La constante placée devant le pourcentage massique de chaque élément correspond au rapport entre le caractère Bétagène de la référence (c'est à dire le molybdène), et le caractère Bétagène de l'élément considéré. On peut donc constater que le fer est l'élément le plus Bétagène alors que l'aluminium présente une valeur de coefficient négative traduisant sa tendance à stabiliser la phase α [20].

Il est alors possible de classer les alliages de titane dans différentes classes selon la nature de leur composition chimique.

Trois grandes catégories peuvent ainsi être distinguées (Figure I-6). Selon le degré de stabilité de la phase β et la nature de la microstructure obtenue par trempe à partir du domaine β , les alliages peuvent être classés soit « alpha » (sur le côté gauche du diagramme pseudo-binaire présenté ci-dessous), soit « Alpha/Béta » si les deux phases coexistent, soit enfin β -stable si la phase β est retenue après un refroidissement lent, β -métastable si une trempe est nécessaire pour empêcher un début de transformation.

c.1) Les alliages « alpha »

Ce sont des alliages contenant essentiellement des éléments d'addition de type alphasagène. Dans ce cas, leur composition ne permet donc pas à la phase β d'être retenue sous forme métastable à température ambiante. Si la trempe est suffisamment rapide, une structure de type martensitique peut être obtenue. Après un traitement de recuit, deux types de microstructures peuvent être obtenues :

- ✓ lorsque l'alliage est fortement alphasagène, des grains α équiaxes peuvent être obtenus suite à un traitement dans le domaine α .
- ✓ si l'alliage contient moins d'éléments alphasagènes, une structure dite « β -transformée » constituée de plaquettes α est obtenue.

c.2) Les alliages « alpha/béta »

Cette catégorie représente la grande majorité des alliages de titane développés sur le marché. Les éléments alphasagènes et bétagènes sont présents en quantité suffisante. Pour obtenir un large domaine ($\alpha + \beta$) et de fait, une plus grande diversité de microstructures est possible à température ambiante. Pendant le refroidissement, la phase β peut se décomposer partiellement en phase α ou en martensites α' (hexagonale) ou α (orthorhombique) selon la composition chimique de l'alliage et la vitesse de trempe. Les traitements de mise en solution dans le domaine α/β conduisent à des structures bimodales constituées de grains α primaires dans une matrice « β -transformée ».

c.3) Les alliages « bêta »

Dans les alliages pseudo- β ou alliages β métastables, la concentration en éléments bétagènes est suffisante pour déplacer les points M_s/M_f de transformation martensitique en dessous de la température ambiante. La cinétique de germination de la phase α est fortement ralentie si bien qu'il est possible de retenir sous forme métastable 100 % de la phase β à température ambiante. A nouveau, des traitements de mise en solution conduisent à l'apparition de phases métastables, telles que la phase ω , ou encore la martensite α de structure orthorhombique pour les alliages les moins stables.

Cette dernière apparaît également par transformation sous contrainte lors de la déformation à froid de la phase β . Cette classe d'alliages offre donc l'avantage de pouvoir générer un nombre important de microstructures au chauffage à condition de maîtriser les mécanismes fondamentaux liés à la décomposition de la phase β métastable.

Les alliages Ti-6Al-4V et Ti-6Al-7Nb- sur lesquels porte l'étude, appartiennent à la catégorie ($\alpha + \beta$), le niobium et le vanadium sont des éléments bétagènes puissants et tendent à stabiliser la phase β .

d) Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables sont des alliages dont l'élément principal est le fer. Les aciers austénitiques sont les seuls qui doivent être employés. La composition des aciers utilisables en orthopédie est précisée dans les normes et NF ISO 5832-9 d'octobre 1992. Parmi l'ensemble des propriétés d'un matériau donné, il faut faire la distinction entre ses propriétés en volume et ses propriétés de surface. Les propriétés en volume confèrent au matériau ses caractéristiques mécaniques, de durabilité et de fonctionnalité. Ses propriétés de surface régissent le type d'interactions entre ce matériau avec son environnement.

Parmi l'ensemble des propriétés d'un matériau donné, il faut faire la distinction entre ses propriétés en volume et ses propriétés de surface. Les propriétés en volume confèrent au matériau ses caractéristiques mécaniques, de durabilité et de fonctionnalité. Ses propriétés de surface régissent le type d'interactions entre ce matériau avec son environnement.

Tableau I-6 : Composition chimique des aciers à forger inoxydables à faible teneur en azote (norme NF ISO 5832-1) et norme NF ISO 5832-9 [22].

Elément	Norme NF ISO 5832-1		Norme NF ISO 5832-9
	Nuance D	Nuance E	
Carbone	0.030 max	0.030 max	0.08 max
Silicium	1.0 max	1.0 max	0.75 max
Manganèse	2.0 max	2.0 max	2.0 à 2.45
Phosphore	0.025 max	0.025 max	0.025 max
Soufre	0.010 max	0.010 max	0.010 max
Azote	0.10 max	0.10 à 0.20	0.25 à 0.50
Chrome	17.0 à 19.0	17.0 à 19.0	19.5 à 22.0
Molybdène	2.25 à 3.5	2.35 à 4.2	2.0 à 3.0
Nickel	13.0 à 15.0	14.0 à 16.0	9.0 à 11.0
Cuivre	0.50 max	0.50 max	0.25 max
Fer	Balance	Balance	Balance

e) Propriétés volumiques

Le tout premier acier employé dans le domaine biomédical fut le "*Sherman Vanadium Steel*", utilisé comme vis dans le cas de fractures osseuses en 1926 [23]. Sa faible résistance à la corrosion en milieu vivant stoppa son utilisation au profit de l'acier inoxydable 18-8 *Mo*. Cet alliage, mieux connu désormais sous l'appellation 316, contient environ 2 % de molybdène, qui en améliore la résistance à la corrosion en milieu salin. Dans les années 50, le taux de carbone dans l'acier 316 est passé de 0.08 % poids à 0.03 % poids pour augmenter sa résistance à la corrosion en milieu chloré en limitant la présence de carbures métalliques. Cet alliage est désormais utilisé sous l'appellation d'acier AISI 316L [24]. Les aciers inoxydables 316 et 316L font partie de la famille des aciers austénitiques de structure cubique faces centrées et sont non magnétiques [25]. Outre le fer, l'autre élément principal est le chrome, qui confère à l'acier son caractère résistant à la corrosion via la formation en surface d'une couche d'oxyde de chrome (majoritairement sous forme Cr_2O_3 [26]). Le nickel sert à stabiliser la phase austénitique à température ambiante et à augmenter la résistance à la corrosion. La présence

de molybdène et d'azote est utilisée pour augmenter la résistance à la corrosion par piqûres et par crevasses (Tableau I-6).

Les propriétés mécaniques des aciers 316 et 316L varient d'une manière importante en fonction du type de traitement (à chaud ou à froid) qu'ils ont subi [27]. Classiquement, l'acier est durci à froid avec des étapes intermédiaires de chauffage thermique le plus homogène possible, pour éviter toute formation de carbure de chrome aux joints de grains (zone préférentielle où s'initialise la corrosion). Pendant ce traitement thermique, un autre effet indésirable est observé : la formation de débris d'oxyde de surface qui doivent être éliminés par traitement acide ou mécanique. Le matériau est enfin stérilisé lorsqu'utilisé comme biomatériau.

L'ensemble des propriétés mécaniques des aciers 316 et 316L (travaillés à chaud) est regroupé dans le tableau I-7. Étant donné que leurs compositions chimiques sont extrêmement proches, ils sont généralement regroupés sous l'appellation d'aciers de type 316, dont les propriétés mécaniques sont considérées comme similaires. Comme tous les aciers inoxydables, ils sont peu résistants à la rupture par fatigue, lors de l'application de contraintes répétitives et cycliques.

Tableau I-7 : Propriétés mécaniques des aciers inoxydables 316 et 316L [28].

Propriétés	Valeurs
Module d'young	190-200 Gpa
Coefficient de poisson	0,3
Limite élastique	217 Mpa
Résistance à traction	520-645 Mpa
Allongement à la rupture	40-68 %
Densité	7,6
Coefficient de dilatation thermique moyen de 20 à 1000 °C	16,5 - 19,5.10 ⁻⁶ °C
Résistivité électrique	74 μΩ.cm
Dureté	95 HRB 136 HV

Dans le cadre de son utilisation pour les stents, il est intéressant de noter que des analyses par éléments finis ont modélisé la distribution des contraintes sur différentes géométries de stents déployés. Les contraintes sont ainsi principalement localisées aux nœuds du stent, avec des valeurs de 190 à 400 MPa. Elles correspondent effectivement aux contraintes induisant des déformations plastiques pour l'acier dont la limite élastique est 217 MPa [29].

Enfin, la structure des stents en acier est généralement faite de telle façon à supporter des déformations d'au moins 25 % pendant le déploiement [30].

f) Propriétés de surface

Les aciers 316 et 316L sont dits inoxydables car ils possèdent en surface une couche passive très adhérente qui les protège de l'environnement extérieur. Elle est principalement formée d'un oxyde de chrome Cr_2O_3 de 1 à 10 nm d'épaisseur et de très faible perméabilité ionique [31, 32]. Plusieurs modèles expliquent la formation de la couche passive et démontrent qu'elle est en fait un milieu dynamique, dont l'équilibre peut être rompu par la présence de contraintes chimiques, thermiques et mécaniques [32].

I.6 Conclusion

Dans l'objectif d'allonger la durée de vie du corps humain, le biomatériau est alternatif la plus sérieusement envisagé par les médecins. Dans ce chapitre on a cité toutes les classes des biomatériaux utilisés pour la prothèse totale de hanche et leurs propriétés et caractéristiques.

Reference bibliographique

- [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 Abbès Laghrour, Khenchela, (2016).
- [2] A.S. Loir, « *Elaboration de couches minces de carbone par ablation laser femtoseconde pour application aux biomatériaux implantables* », Thèse, Université Saint-Etienne (2004).
- [3] J. Thanner, « *The acetabular component in total hip arthroplasty. Evaluation of different fixation principles* », Acta Orthopaedica Scandinavica. 70 (286) (1999), 1-41.
- [4] Dr. Fellah M, « *Cours nouveau matériaux* », Université Abbess Laghrour – Khenchela (2015).
- [5] A. Milles, « *Les biomatériaux propriétés, applications et perspectives* », Mémoire d'ingénieur d'état, Université de Batna. (2007).
- [6] G. Texier, « *Elaborations et caractérisations micro et nanostructurales des alliages à base de titane à destination biomédicale* », Thèse, INSA de Rennes. N° D 05-20 (2005).
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] H.J. Breme, « *Surface Modification and Tailoring* », Metals as Biomaterials, éd. Wiley and Sons. (1998), 153-176.
- [10] S.G. Steinemann, « *Surface reaction of titanium in living tissue. Surface performance of titanium* ». TMS, (1997), 33-41.
- [11] N. Passuti, M. Baquey, M. Guillot, M. Reach, « *Les biomatériaux* », Fondation pour la recherche médicale. (2000), 1. www.frm.org.
- [12] 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).
- [13] A. Blaga, « *Propriétés et comportement des matières plastique* », Archivé CBD-157-F http://irc.nrc-cnrc.gc.ca/pubs/cbd/cbd157_f.html.
- [14] H.F. Hildebrand & J.C. Hornez, « *Biological response and biocompatibility* », Metals as Biomaterials. éd. Wiley and Sons. (1998), 265-290.
- [15] 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.
- [16] H.J. Breme, V. Biehl et J.A. Hielsen, « *Metals and implants* », Metals as Biomaterials, éd. Wiley and Sons. (1998), 36-71.
- [17] B. Gelas, M. Armand, L. Seraphin, R. Tricot, « *Titane et alliages de titane* », Techniques de l'Ingénieur. M 557 (1976).

- [18] J.H. Qiu, « *Passivity and its breakdown on stainless steels and alloys* », Surface and Interface Analysis. 33 (2002), 830-833.
- [19] 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.
- [20] R. Tricot, « *Matériaux et Techniques* », 1-2 (1988), 47.
- [21] K. Wang, L. Gustavson et J. Dumbleton, « *Low modulus, high strength, biocompatible alloy for medical implants* », Titanium Science and Technology. 92 (1993), 2697-2704.
- [22] 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.
- [23] P. Lacombe, B. Baroux, G. Béranger, « *Les aciers inoxydables* », Eds Les Ulis : Editions de physique, France. (1990).
- [24] D. Jenkinson, « *Stainless steel : The importance of being smooth and passive* », Corrosion Materials. 27 (2002), 10-13.
- [25] H. Blehaut, D. Gognau, P. Flahaut, L. Khouchaf et al, « *Characterization of the effects of grinding on residual stresses* », Material Science Forum. (2002), 179-184.
- [26] R.M. Pilliar, « *Metals and orthopaedics implants - Past successes, present limitations, futur challenges* », Materials and processes for medical devices conference, Anaheim, Calif. USA. (2004), 8-22.
- [27] C.-O.A. Olsson, D. Landolt, « *Passive films on stainless steels - Chemistry, structure and growth* », Electrochimica Acta. (2003), 48-55.
- [28] 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.
- [29] J.L. Gilbert, Z. Bai, j. Bearinger, S. Megremis, « *The dynamics of oxide films on metallic biomaterials* », Materials and processes for medical devices conference, Anaheim, Calif. USA. (2004), 139-143.
- [30] V.S. Muralidharan, « *Role of anions in the dissolution, passivation and pitting of metals, a review* », Corrosion Review. 21 (2003), 327-347.
- [31] K. Rohly, N. Istephaneous, A. Belu, D. Untereker, et al., « *Effect of time, temperature and solution composition on the passivation of 316L stainless steel for biomedical applications* », Materials Sciences Forum. (2003), 3017-3022.
- [32] M. Mozetic, « *Discharge cleaning with hydrogen plasma* ». Vacuum, 61 (2001), 367-371.

CHAPITRE II

PROTHESES DE HANCHE

ET LEURS PROBLEMES

II.1 Prothèses totales de hanche

II.1.1 Introduction

Les Prothèses totales de hanche (PTH) sont aujourd'hui largement utilisées pour soigner des pathologies conduisant à la dégradation de l'articulation coxo-fémorale. Ces pathologies peuvent être traumatiques, dégénératives souvent, et tumorales parfois. Le nombre de poses de PTH, en perpétuelle croissance, s'accompagne d'une qualité de résultat qui transforme presque du jour au lendemain la vie des patients. En France, plus de 120 000 prothèses sont implantées par an ; en Europe, environ 1.300.000 patients sont concernés annuellement [1].

Dans un premier sous-chapitre, nous essayerons de faire le tour des définitions de base et de l'historique sur les prothèses orthopédiques en général et sur les prothèses totales de hanche en particulier. Étant donné l'utilisation de ces derniers dans le corps humain, ils sont soumis à un contrôle sévère aussi bien dans leur fabrication que dans leur utilisation. Le fretting, la corrosion, le frottement et l'usure sont des facteurs conduisant à l'explantation de prothèses de hanche d'où la diminution de la durée de vie de l'implant. Nous allons donc détailler le fonctionnement de l'articulation coxo-fémorale et les zones sensibles à la dégradation.

II.1.2 Généralités

La définition la plus simple du terme prothèse est une pièce ajoutée. Généralement, cette pièce est ajoutée pour suppléer un organe malade ou pour le remplacer complètement lorsqu'il est manquant. La prothèse orthopédique en particulier remplace quasiment toujours une articulation ou un membre. Dans le premier cas, elle est dite interne ; dans le second, externe. Dans ce cas, on peut dire qu'une prothèse de hanche est un dispositif articulaire interne qui vise à remplacer l'articulation de la hanche et lui permettre un fonctionnement quasi normal, en tout cas permettant la marche.

II.1.3 Composants de prothèse totale de hanche

Elle remplace à la fois l'extrémité supérieure du fémur et la cotyle. Des centaines de modèles différents de prothèses totales de hanche ont été conçus et utilisés depuis les années 1960.

Prothèse fémorale et cotyle prothétique existent en de nombreuses tailles ce qui permet de les adapter à la morphologie de chaque individu. Dans quelques cas exceptionnels de malformation congénitale, la prothèse peut être réalisée sur mesure, après détermination par scanner des dimensions nécessaires.

- La **queue** est fixée dans le fémur. Elle comporte parfois une collerette qui vient s'appuyer sur la coupe osseuse du fémur.
- Le **col** est conique. Dans certaines prothèses il est amovible, ce qui permet de faire varier sa direction et sa longueur.
- La **tête** sphérique est amovible. Elle se fixe sur le col. Elle existe en plusieurs tailles d'enfoncement sur le col ce qui permet de régler la tension musculaire et la longueur du membre et en plusieurs diamètres (22 - 23 - 28 – 32 mm) [2].

La prothèse totale de la hanche est décomposée en deux parties :

- Première partie composée du métal et du plastique :
- Pièce métallique vissée dans la cavité du bassin
- Pièce de plastique insérée à l'intérieur de la pièce métallique.
- Deuxième partie composée d'une tête métallique qui remplace la tête du fémur et d'une tige fémorale :
 - ✓ Tête métallique posée sur la tige fémorale et appuyée dans la cavité du bassin.
 - ✓ Tige fémorale implantée dans le fémur.

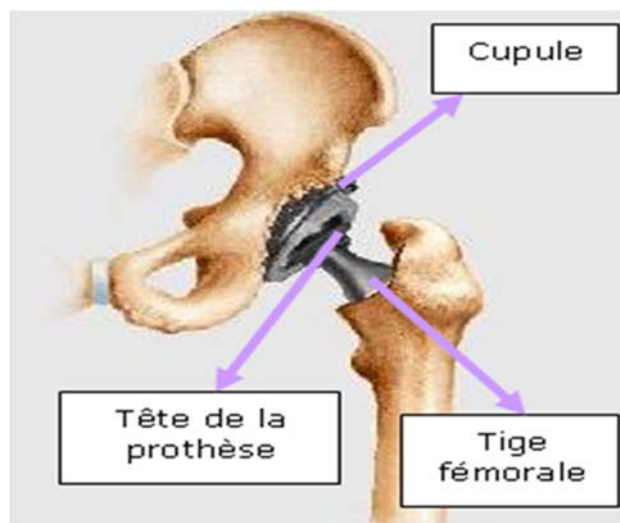


Figure II-1 : Éléments constitutants d'une prothèse totale de hanche modulaire [3].

II.1.4 Types des prothèses

La réussite d'une arthroplastie de la hanche repose en grande partie sur la technique de fixation choisie (cimenté ou non cimenté), ce choix peut être décisif dans la détermination de la longévité de la P.T.H. Concernant le mode de fixation des P.T.H dans l'os, l'analyse permet de dégager trois groupes :

- Les prothèses cimentées, avec une surface de l'implant lisse ou rugueuse ;

- Les prothèses non cimentées avec ou sans hydroxyapatite et avec une surface de l'implant lisse ou rugueuse ;
- Les prothèses hybrides qui comportent en général une cupule non et une tige fémorale cimentée [4].

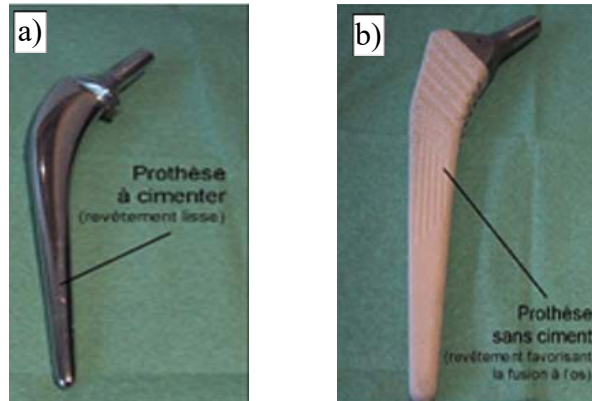


Figure II-2 : Prothèses totales de hanche : a) Queue cimentée b) Queue non cimentée [5].

II.1.4.1 Prothèses cimentées

Dans le cas où la cimentation est réalisée, le médecin utilise un ciment chirurgical à base de résines acryliques. L'utilisation de ciment, qui ne doit servir que d'adaptateur entre une prothèse ajustée au fût fémoral et l'os environnant, impose des règles de préparation et de mise en place pour assurer ses propriétés mécaniques [6]. Le ciment chirurgical est un polymère acrylique.



Figure II-3 : Fixation par ciment : a- Préparation du ciment, b- Exemple de fixation cimentée [7].

a) Le ciment chirurgical

Le ciment chirurgical est un polymère acrylique. Il est introduit dans les cavités osseuses à l'état pâteux avant l'insertion des prothèses. Il durcira par polymérisation en 10 minutes environ, ancrant ainsi les composants prothétiques au squelette. Ce moyen de fixation immédiatement solide, autorise rapidement la marche sans limitation de charge.



Figure II-4 : Ciment acrylique [8].

b) Avantages et inconvénients de fixation par ciment

Cette technique a l'avantage d'assurer une stabilité immédiate parfaite de l'implant, donc de reprendre l'appui :

- La marche immédiatement et sans douleur ;
- A long terme, le ciment perd ses qualités mécaniques ;
- Les descellements peuvent apparaître imposant une reprise chirurgicale ;
- La reprise comporte l'ablation de la prothèse, du ciment ;
- Fortes contraintes mécaniques sur le ciment pendant toute la vie du patient ;
- La mise en place d'une nouvelle prothèse.

Les prothèses cimentées sont actuellement celles qui ont le recul le plus long avec les meilleurs résultats [9].

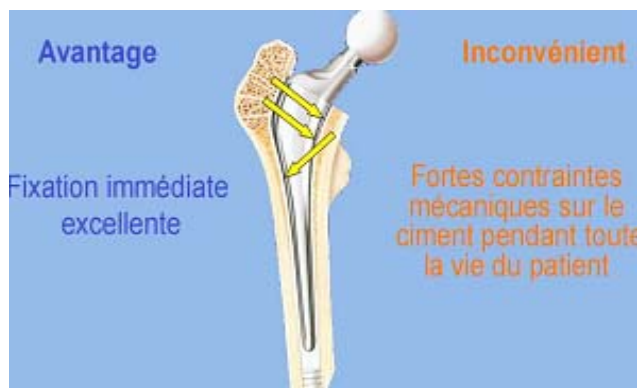


Figure II-5 : Prothèse totale de hanche cimentée [7].

c) Conditionnement du ciment

Les ciments sont proposés sous la forme de deux composants individuels, stériles et prémesurés, fournis en emballages unitaires, à mélanger au bloc opératoire au moment de l'implantation de chaque pièce prothétique :

La poudre pré-polymérisée de PMMA, sous la forme de microbilles dont la taille est de l'ordre de quelques dizaines de microns et diffère selon les formulations, conditionnée en sachets ou en flacons de 40 g environ pour une (01) dose.

Le monomère liquide MMA, présenté en ampoules de 20 ml environ pour 1 dose, le ratio poudre / liquide étant approximativement de 2/1 pour tous les ciments.

La présentation sous cette forme, permet de réduire les effets négatifs, liés au seul monomère liquide, accompagnant la polymérisation in vivo du ciment acrylique qui sont :

- ✓ Une forte élévation de la température du ciment ;
- ✓ Des variations de volume du ciment ;
- ✓ La libération du monomère, toxique et volatil, n'ayant pas réagi [4].

d) Stérilisation du ciment

Le mode de stérilisation des deux constituants du ciment varie suivant les différentes marques commerciales :

- ✓ La poudre : par l'oxyde d'éthylène ou par irradiation gamma ;
- ✓ Le liquide : par filtration ou par ultrafiltration [4].

II.1.4.2 Prothèses non cimentées

Le principe de la fixation sans ciment est d'obtenir un ancrage des implants par repousse osseuse dans les anfractuosités du revêtement de surface. La pièce cotyloïdienne de la prothèse est alors soit enclavée dans l'os (+/- adjonction de vis) soit fixée par vissage.

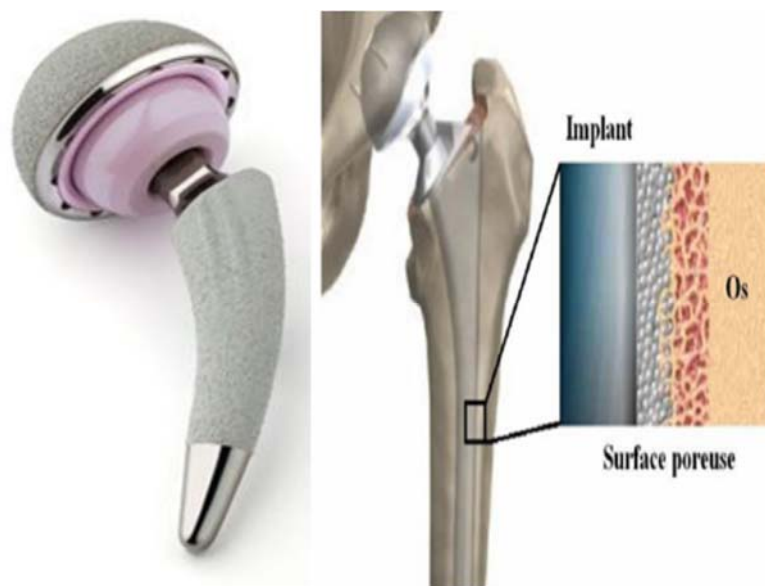


Figure II-6 : Prothèse totale de hanche non cimentée [7].

La pièce fémorale nécessite un ancrage primaire immédiat et doit s'adapter de manière suffisante aux variations individuelles de l'anatomie fémorale, Afin d'assurer une meilleure repousse osseuse, les implants peuvent être recouverts de substances ostéoconductrices, essentiellement l'hydroxyapatite et le phosphate tricalcique [9].

II.1.4.3 Prothèses hybrides

Lorsque l'un des composants de la prothèse est cimenté tandis que l'autre ne l'est pas, la prothèse est dite hybride. En général, la tige est cimentée et la cotyle ne l'est pas.

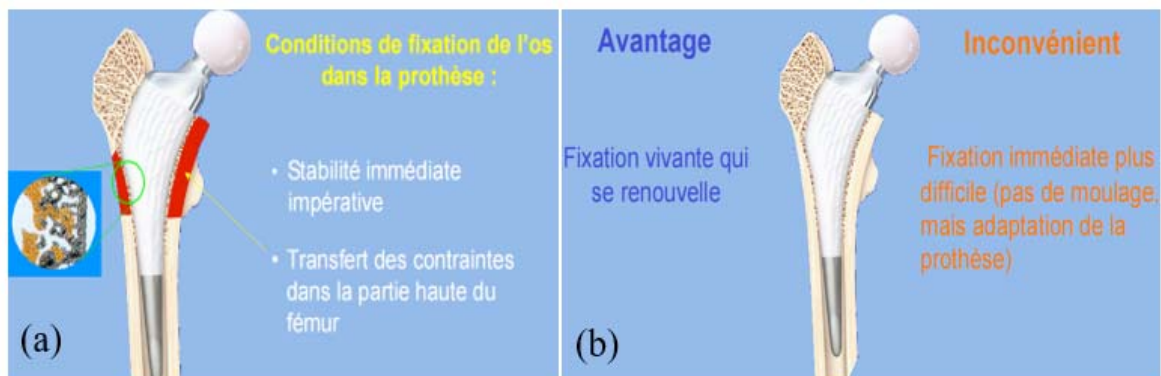


Figure II-7 : Fixation non cimentée, a- Conditions de fixation de l'os dans la prothèse, b- Exemple de fixation sans ciment [10].

II.1.5 Différents couples de frottement

Le couple de frottement est assuré le plus souvent par une tête en alliage chrome-cobalt sur un cotyle en polyéthylène.

Le polyéthylène s'use lors du frottement répété de la tête et libère des microparticules à l'origine d'une destruction osseuse conduisant au descellement des implants.

D'autres couples de frottement ont été proposés pour réduire cette usure.

II.1.5.1 Couple métal / plastique

Le couple le plus communément utilisé est le couple Métal/Polyéthylène malgré le taux de débris d'usure qu'il génère. L'objectif de faire reculer la production des débris et l'ostéolyse qui découle de l'usure du polyéthylène repose essentiellement sur la mise au point d'un PE de qualité supérieure [11]. De nouveaux couples de frottements, essentiellement Céramique-Céramique et Métal-Métal, ont été également introduits afin de diminuer l'usure et les réactions ostéolytiques qui en découlent [12].



Figure II-8 : Couple métal / Polyéthylène [8].

II.1.5.2 Couple céramique / plastique

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

Elles ont un prix plus élevé, et l'inconvénient du cimentage du PE dans l'os (risque plus élevé de liseré et descellement os-ciment).

Le degré d'usure est amélioré par rapport au couple précédent mais on a décrit des ruptures de tête même sans choc.



Figure II-9 : Couple céramique / Polyéthylène [1].

II.1.5.3 Couple céramique / céramique

C'est certainement le plus parfait sur le plan de l'usure et des conditions physiques de frottement. Il a cependant l'inconvénient de ne pas encaisser les chocs et de pouvoir se briser même sans choc. La tête et la cotyle sont composés du même matériau en céramique. Il s'agit actuellement d'une céramique d'alumine renforcée (céramique Delta). La céramique de zircon n'est plus employée depuis la survenue de fractures de têtes et de son instabilité physique dans le temps. Les propriétés de glissement, et de lubrification de la céramique d'alumine sont les plus performantes comparées à tous les autres couples de frottement. C'est le couple de frottement qui génère le moins de particules d'usure. De plus, ces particules sont inertes, ne diffusent pas hors de l'articulation et n'entraînent pas de complications. Les inserts cotyloïdiens en céramiques sont impactés dans une cupule métallique qui est fixé à l'os du bassin. La tête céramique s'impacte sur le col fémoral. La technologie actuelle permet d'obtenir des têtes en céramique delta de gros diamètre : 32, 36,40 ; cela diminue le risque de rupture de tête, et diminue le risque de luxation post-opératoire.



Figure II-10 : Couple céramique / céramique [8].

II.1.5.4 Couple métal / métal

Il ne produit pas plus de débris que le couple céramique mais le relargage d'ions métalliques dans tout l'organisme doit rendre son utilisation prudente.

L'expérience a montré que les grosses têtes provoquent une usure et un descellement plus rapide de la cotyle en polyéthylène. Elles ont été abandonnées. Les petites têtes semblent se luxer plus facilement, bien que les statistiques à ce sujet soient discordantes.

Le diamètre de 28 mm semble à l'heure actuelle le plus utilisé car il réalise un bon compromis entre usure et risque de luxation. Par contre l'utilisation de têtes métalliques de gros

diamètres dans les couples de frottement Métal/métal ne semble pas poser de problème d'usure et diminuer le risque de luxation postopératoire [13].



Figure II-11 : Couple métal / métal [8].

II.1.6 Dégradation des prothèses totales de hanche

Dans certaines conditions, la tête, normalement parfaitement encastrée dans la cupule, peut se séparer de celle-ci, et donc venir l'impacter lors du choc. Ce phénomène, appelé décoaptation, peut avoir des conséquences importantes sur la dégradation des éléments de la prothèse, et en particulier si elle est en biocéramique et donc sensible à ce type de sollicitations[4].

II.1.6.1 Causes des échecs des implants

La prothèse de hanche doit supporter un effort lié au poids du corps, et au cours d'un cycle démarche (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.

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 [4].

Le phénomène de "*stress-shielding*" décrit le déplacement des contraintes lorsqu'une prothèse est implantée. Lors de la marche, le fémur est soumis à des contraintes sur sa longueur totale et se déforme légèrement sous la charge. Lors de l'implantation de la tige fémorale, les contraintes deviennent maximales à l'extrémité de la tige fémorale. L'os, tissu vivant, va alors changer ses propriétés mécaniques locales et les adapter aux contraintes.

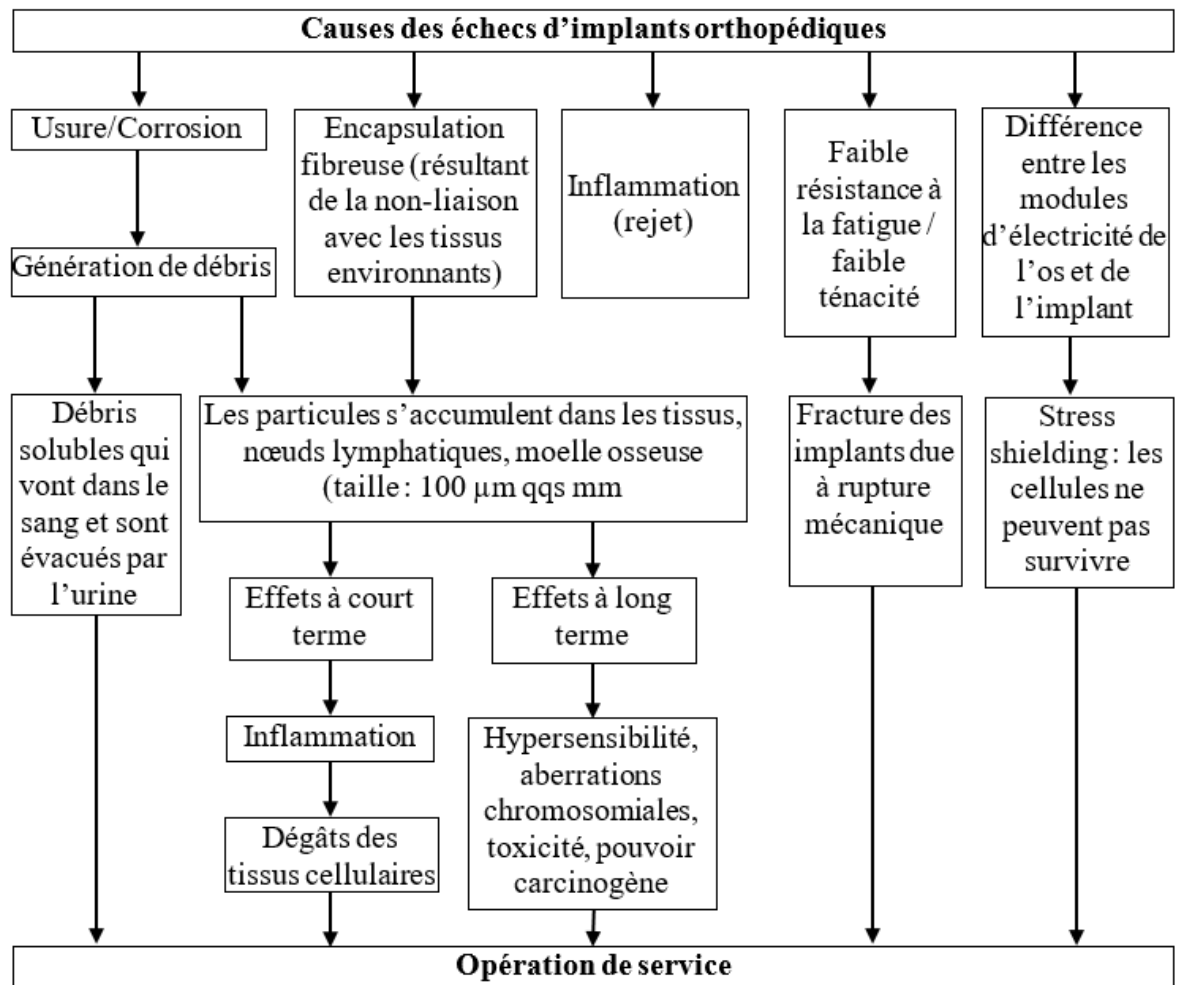


Figure II-12 : Différentes causes des échecs des implants orthopédiques [14].

Il apparaît alors au niveau des contraintes maximales (extrémité de la tige fémorale), un épaissement des tissus osseux (*ostéocondensation*) et au niveau des contraintes minimales (col de la tige fémorale), une déminéralisation osseuse et un amincissement, qui va rendre l'os plus susceptible de se fracturer (figure II-13).

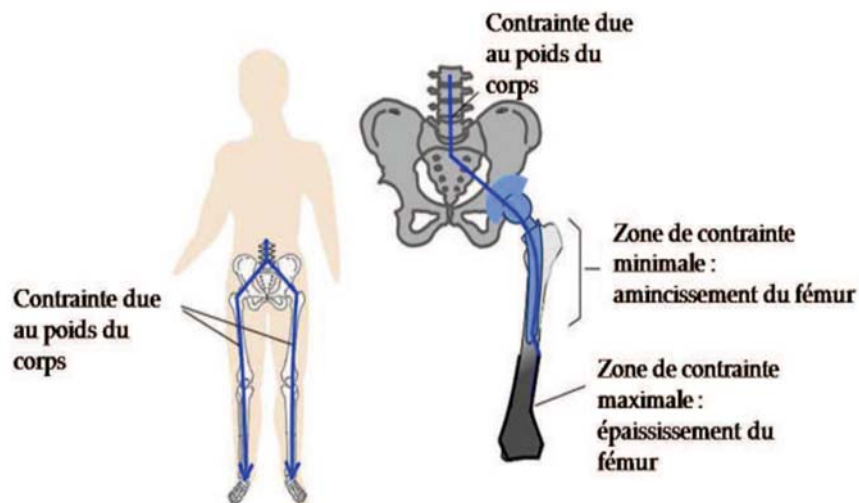


Figure II-13 : Phénomène de “stress-shielding” lors de l’implantation d’une prothèse totale de hanche [14].

Le ciment chirurgical sert alors d'interface entre la tige fémorale et l'os, avec un module d'Young intermédiaire entre celui du métal et de l'os.

Il s'agit ainsi en répartiteur des contraintes évitant des pics néfastes à la bonne vitalité de l'os [15].

II.1.6.2 Zones sensibles à la dégradation

Existe plusieurs zones de dégradation pour une prothèse totale de hanche. Le couple de frottement le plus sollicité est le couple tête fémorale-cupule cotyloïdienne. Cependant, nous intéresserons ici à un autre couple de frottement, concernant les prothèses totales de hanche cimentées, le couple tige fémorale-ciment chirurgical.

Ces dégradations, comme rupture de la prothèse ou génération de débris, sont causées par quatre différents modes de défaillances : effet de piston, pivot par rapport au milieu de la tige fémorale, pivot par rapport au col de la tige fémorale et flexion en porte-à-faux (fatigue)[16].

L'effet de piston peut avoir lieu entre la tige fémorale et le ciment chirurgical ou entre la tige fémorale et l'os. Ce mode de dégradation résulte d'un manque de ciment chirurgical, mais peut aussi provenir du fait que la force appliquée a tendance à perturber la liaison mécanique de l'interface ciment-os, entraînant ainsi des micromouvements.

Les zones où l'on observe des débris de ciment et une fragmentation de celui-ci sont répertoriées sur la figure II-15. Il existe cinq zones principales de génération de débris :

Le morcellement du ciment observé au niveau des zones a, b et d est dû à une hyper pression localisée, provenant notamment des liaisons pivots (figure II-14b et II-14c).

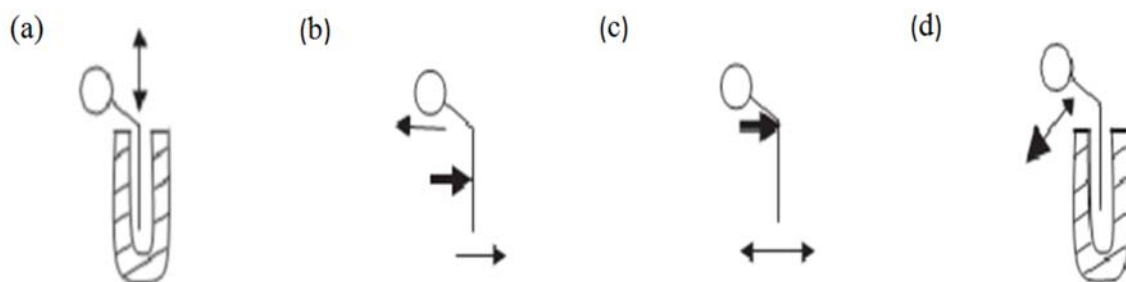


Figure II-14 : Modes de dégradation des PTH : (a)- Effet de piston ; (b)- pivot par rapport au Milieu de la tige fémorale ; (c)- pivot par rapport au col de la tige fémorale (fatigue) ; (d) flexion en porte -à- Faux [17].

L'effet de piston (Figure II-14 a) entraîne un frottement entre la tige fémorale et le ciment : zone C [18]. La dernière zone, la zone E, correspond à l'usure entre l'anneau cotyloïdien et le ciment.

On remarque que les lieux de fragmentation du ciment, et donc de génération de débris, sont également les zones où se produit l'ostéolyse (destruction osseuse qui fragilise l'os).

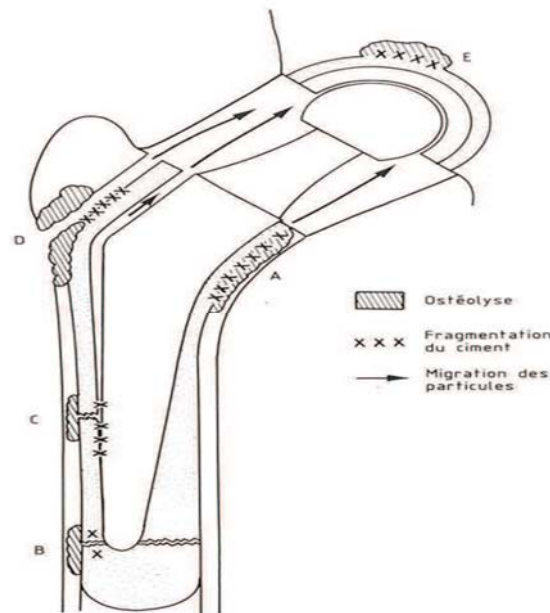


Figure II-15 : Zones de fragmentation du ciment et de migration des particules, zones d'ostéolyse dues aux particules de ciment [15].

II.1.7 Problèmes liés à l'usure mécanique des surfaces articulaires

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) [2].

II.1.7.1 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 II -16 : Luxation d'une prothèse de hanche [8].

II.1.7.2 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).

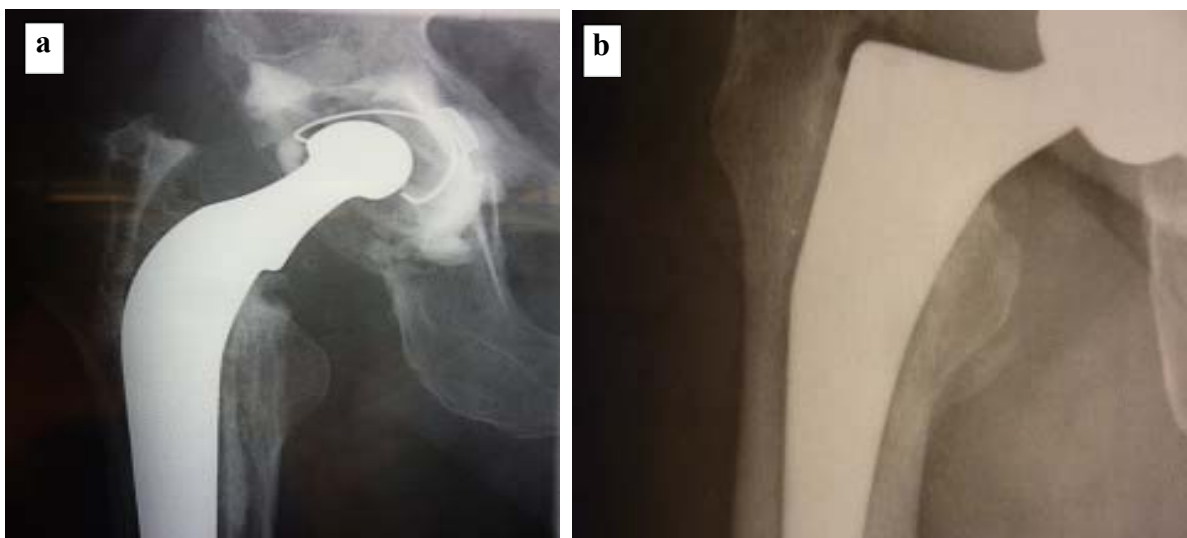


Figure II-17 : Descellement de la tige ; a) cimentée. b) non cimentée [19].

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.

II.2 Notions de biocompatibilité

II.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 [20].

II.2.2 Les différents types de biocompatibilité

a) 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) [21].

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 [22].

b) Biocompatibilité surfacique

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 Waals*) précède une phase d'adhésion plus lente impliquant diverses protéines (protéines de la matrice extracellulaire d'une part, et protéines du cytosquelette d'autre part) qui par leur interaction, induisent l'expression de nouvelles protéines qui favorisent l'ancrage définitif des cellules [23].

II.2.3 Bioactivité

Selon Hench (1990) la bio activité désigne les caractéristiques d'un matériau lui permettant d'obtenir une liaison avec les tissus environnants sans interposition d'une couche fibreuse. La liaison osseuse correspond à l'établissement, par des processus physico-chimiques, d'une continuité entre l'os et l'implant.

II.2.4 Biofonctionnalité

On parle de bio fonctionnalité lorsque la fonction d'un système biologique est remplacée par un système technique ; ce qui suppose que les réactions puissent être contrôlées séparément et qu'elles puissent être intégrées dans un système global. Ceci n'est réalisable que de manière incomplète, même pour les cas les plus simples [24]. Quant à la biofonctionnalité, la conception d'un biomatériau naît généralement d'un besoin médical précis. Des solutions techniques empruntant aux connaissances des matériaux sont développées pour répondre aux cahiers des charges souvent très contraignants. L'énoncé des contraintes auxquelles le nouveau matériau est censé résister doit être pris au sens le plus large, incluant notamment les problèmes de mécanique, de durée fonctionnelle, de tolérance par les tissus dans lesquels le matériau sera placé et de résistance du matériau aux composants du milieu. Dans le cahier de charge de certaines pièces d'implants, comme les prothèses de hanches, les exigences mécaniques souhaitées sur la partie tête par exemple ne sont pas similaires à la partie tige, ce qui engendre une répartition non uniforme de la contrainte à l'interface de ces deux composants.

II.3 Tribologie

II.3.1 Introduction

La tribologie est la science qui étudie l'ensemble des phénomènes qui ont lieu lorsque des corps en contact sont mis en mouvement relatif. Elle présente trois aspects distincts : le frottement qui est la résistance à un déplacement imposé, l'usure suite à la dégradation des surfaces qui se traduit par une perte de matière et la lubrification qui consiste à interposer un fluide entre les deux corps en contact. C'est une science pluridisciplinaire faisant intervenir des notions de mécanique, de physicochimie et de science des matériaux en général.

Le mot tribologie, construit à partir des racines grec tribein (frotter) et logos (parole, étude ou science), a été proposé en 1968 par G. Salomon pour désigner la science qui étudie l'ensemble des phénomènes qui ont lieu lorsque deux corps en contact sont animés de mouvements relatifs. La tribologie est ainsi une branche de la mécanique qui concerne le frottement, l'usure et la lubrification des surfaces de contact entre deux solides [25].

II.3.2 Système tribologique

La tribologie des interfaces concerne le milieu interfacial entre les deux corps en contact. On définit ainsi un contact tribologique ou tribosystème comme étant composé de trois éléments principaux (Figure II-18) : deux solides A et B en contact (premiers corps) et le milieu interfacial I désigné sous le terme de troisième corps. Ce troisième corps sépare partiellement ou totalement les deux matériaux en contact et possède des propriétés différentes de celles des premiers corps.

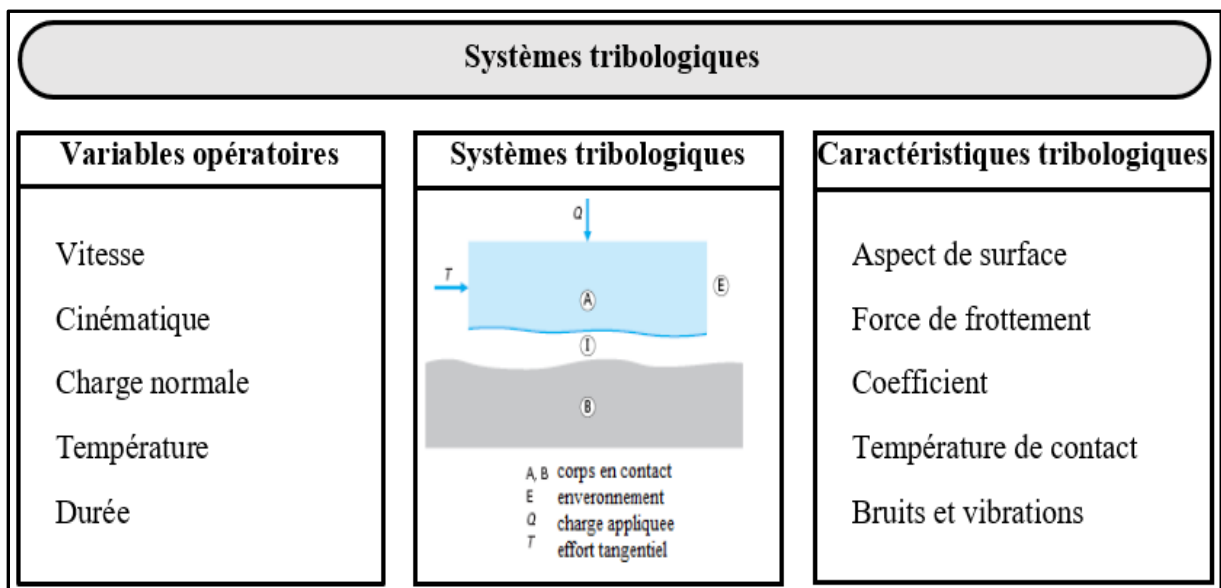


Figure II-18 : Systèmes tribologiques

L'origine de ce milieu interfacial peut être externe (lubrifiant solide ou liquide) ou interne par formation in situ (détachement de particules des premiers corps). Ce tribosystème se trouve dans un environnement E qui constitue l'ambiance de fonctionnement du contact. Des interactions entre cet environnement et le contact peuvent ainsi avoir lieu en fonction de sa composition, sa température, sa pollution éventuelle [26].

II.3.3 Frottement

II.3.3.1 Définition

Le frottement désigne les phénomènes qui naissent dans les zones superficielles de deux corps appuyant l'un sur l'autre en se déplaçant l'un par rapport à l'autre. Le frottement peut être défini comme la force qui agit entre deux corps à leur de contact, de façon à freiner le déplacement de l'une par rapport à l'autre [4].

II.3.3.2 Les types de frottements

Il existe trois types de frottement :

a) Frottement sec

Le frottement sec désigne l'ensemble des phénomènes qui naissent dans la zone de contact entre deux corps, en l'absence de lubrification, et qui s'opposent au glissement de ces corps. S'il y a glissement relatif entre les deux corps en contact, on parle du frottement dynamique, sinon le frottement est dit statique. La compréhension des mécanismes entrant en jeu est restée longtemps très lacunaire, malgré l'intérêt porté à ce problème depuis déjà de nombreuses années. Ce n'est que ces dernières décennies, grâce à l'accumulation de données expérimentales et de résultats théoriques, que des progrès importants ont été faits.

Cependant, des progrès importants ont été réalisés à la suite des travaux de Holm en 1938, qui montrent que les aspérités en contact se déforment plastiquement et peuvent se souder, ainsi la force de frottement est directement reliée aux contraintes de cisaillement des jonctions formées.

Le modèle de Bowden et Tabor suppose que le frottement sec entre deux surfaces rugueuses est dû essentiellement à deux processus physiques fondamentaux : le cisaillement des microjonctions adhésives formées au niveau des points de contact et le labourage des surfaces par les aspérités. La force du frottement sec est ainsi la somme d'une force de cisaillement due à l'adhésion et d'une force de déformation due au labourage [27].

$$F_t = F_{ad} + F_{def} \dots \dots \dots (1)$$

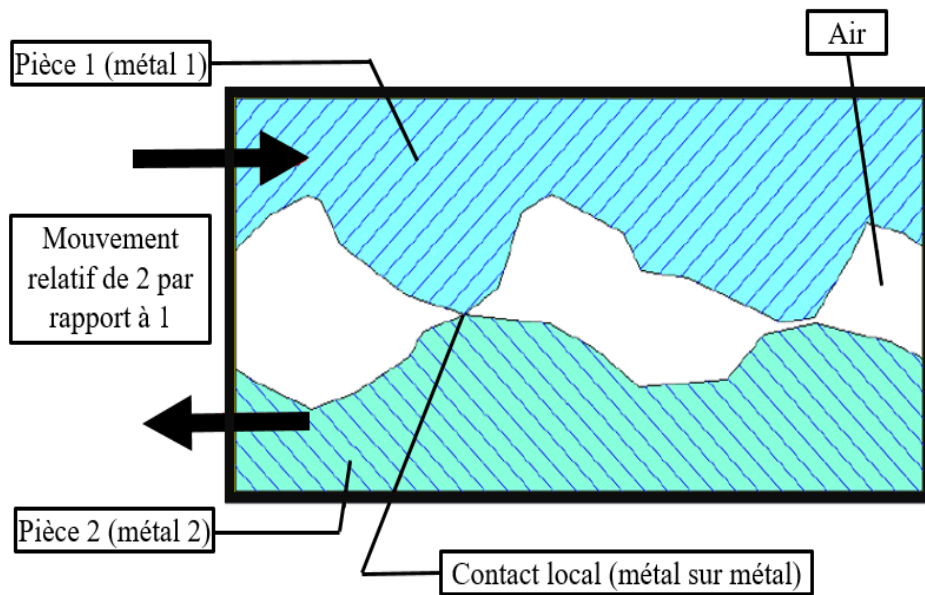


Figure II-19 : Frottement sec.

b) Frottement hydrodynamique (Elastohydrodynamique)

Les surfaces en mouvement relatif ne sont pas en contact par leurs aspérités parce qu'elles sont séparées par un épais film de lubrifiant. Le coefficient de frottement est faible et ce type de frottement est indiqué pour l'utilisation à haute vitesse ou lorsque la force normale est élevée [27].

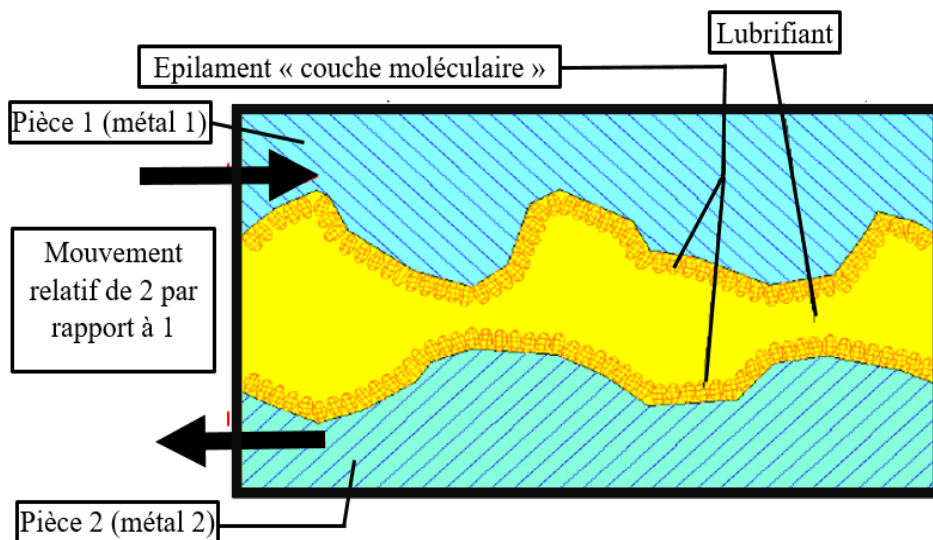


Figure II-20 : Frottement hydrodynamique.

c) Frottement onctueux

C'est un frottement de niveau intermédiaire entre le frottement sec et hydrodynamique: le film du liquide absorbé en surface ou formé par réaction chimique est de faible épaisseur.

Le degré d'adhérence de ce film avec la surface détermine son efficacité. Ce régime offre un coefficient de frottement plus faible que le régime sec [27].

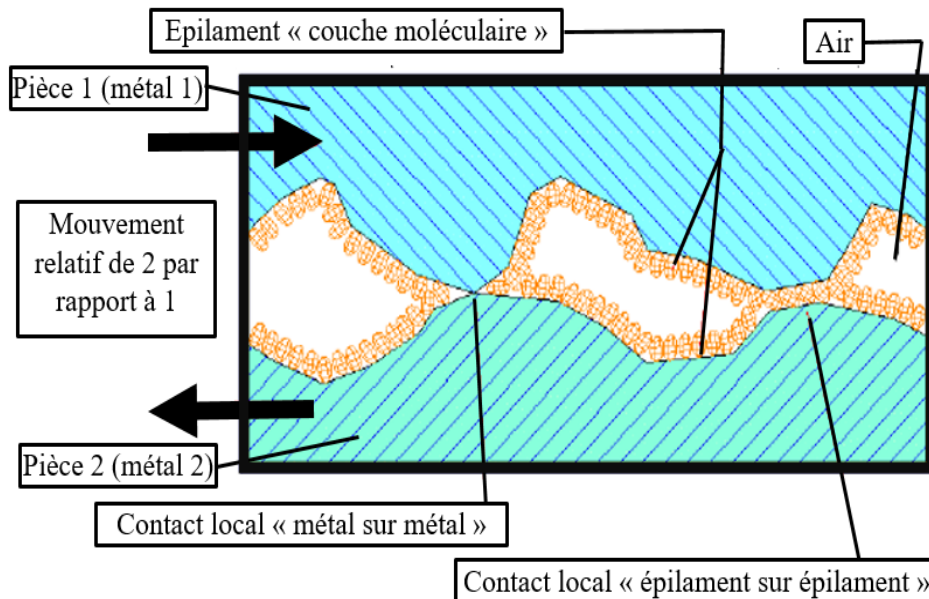


Figure II-21 : Frottement onctueux.

II.3.4 La lubrification

Il résulte de tout ce qui précède concernant les lois du frottement sec et les inconvénients du frottement entre les corps mobiles d'une machine, qu'il s'avère très nécessaire de substituer au cisaillement de la matière solide superficielle, le cisaillement d'un fluide visqueux que l'on introduit dans l'interface séparant les deux solides, c'est à dire l'interposition d'une couche fluide entre les surfaces frottantes permet de diminuer considérablement la résistance au glissement donc de protéger contre l'usure adhésive les pièces en contact. Donc la lubrification est la troisième solution de protéger les pièces frottantes contre l'usure.

En plus, il est nécessaire que le milieu résistant interfacial possède une épaisseur suffisante pour éviter tout contact entre les aspérités des surfaces frottantes quelles que soient les valeurs des charges appliquées [28].

II.3.5 L'usure

II.3.5.1 Définition

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 [29].

II.3.5.2 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 [30].

II.3.5.3 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.) [2].

II.3.5.4 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 [30].

II.3.5.5 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) [2].

II.4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons reporté quelque aspects généraux ayant trait aux prothèses totales de hanches et leurs problèmes liés aux couple de frottement , quelque notions de biocompatibilité et une partie de notions de base de la tribologie pour comprendre tous les paramètres qui influent sur le comportement tribologique.

Références Bibliographiques

- [1] A. Yamamoto, R. Honma, A. Tanaka, M. Sumita, « *Generic tendency of metal salt cytotoxicity for six cell lines* », Biomedical and Materials Research. 47 (1999), 396-403.
- [2] 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.
- [3] S. Gokul, Lakshmi, V. Raman, N. Rajendran, M. Babi, et Al, « *In vitro corrosion behaviour of plasma nitrided Ti-6Al-7Nb orthopaedic alloy in Hank's solution* », Science and Technology of Advanced Materials. 4 (2003), 415-418.
- [4] 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).
- [5] N. Passuti, M. Baquey, M. Guillot, M. Reach, « *Les biomatériaux* », Fondation pour la recherche médicale. (2000), 2. www.frm.org.
- [6] M. Uo, F. Watari, A. Yaokoyama, H. Matsuno, et al., « *Tissue reaction around metal implants observed by X-ray scanning analytical microscopy* », Biomaterials. 22 (2001), 677-685.
- [7] C. Trépanier, A.R. Pelton, « *Effect of strain on the corrosion resistance of nitinol and stainless steel in simulated physiological environment* », Materials and processes for medical devices conference", Anaheim, Calif. USA. (2004), 176-179.
- [8] 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.
- [9] H. Migaud, J. Girard, O. May, M. Soenen, et al, « *Les arthroplasties de hanche aujourd'hui : principaux matériaux, voies d'abord* », Revue du Rhumatisme. 76 (2009), 367-373.
- [10] P.H. Vallotton, « *Prothèse totale de hanche : Intégration du processus de soins et rôle des matériaux* », Symbiose Orthopédie SA, Yverdon-les-Bains ; Cours EPFL Biomatériaux. (21.11.2008).
- [11] A. Lopez, « *Etude des phénomènes physico-chimiques d'un contact céramique-métal soumis à des sollicitations mécaniques en environnement corrosif* », Thèse, ENSMSE. (1992), n°63T.

- [12] Norme ISO 14242-1, « *Loading and displacements parameters for wear testing machines and corresponding environmental conditions for test* », Implants for surgery - Wear of total prostheses. Part 1 (2002).
- [13] F. Langlais, « *Prothèses articulaires : facteurs biologiques et mécanismes de tolérance* », Conférences d'enseignement, cahiers d'enseignement de la SOFCOT n°19, Expansion scientifique française, Paris, (1983).
- [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 porestructure* », *Acta Materialia*. 48 (2000), 3895-3904.
- [15] M. Niinomi, « *Recent Titanium R&D for biomedical applications in Japan* ». *JOM* (1999), 32-34.
- [16] M. Könönen, « *Effect of surface processing on the attachment orientation, and proliferation of human gingival fibroblasts on Titanium* ». *Journal of Biomedical Materials Research* 26 (1992), 1325-1341.
- [17] H.J. Breme, « *Surface Modification and Tailoring* ». *Metals as Biomaterials*, éd. Wiley and Sons (1998), 153-176..
- [18] M FELLAH, O. ASSALA, A. TALEB, M. LABAÏZ M, « *Comportement électrochimique d'une prothèse totale de hanche en alliage à base de titane – Ti-6Al-4V* ». 3ème Conférence Internationale sur la Maintenance et la Sécurité Industrielle (CIMSI'15). Département de Génie Mécanique, Université de Skikda, (09-10 novembre 2015) Algérie
- [19] Naili Mokhtar « *modalisation géométrique d'une prothèse totale de hanche* » mémoire de magister, université de Batna (2008).
- [20] B. CALES. NORTON, « *Desmarquest Fine Ceramics - Z.I* ». n°1 - 27025 Evreux – France. www.maitrise-orthopédique.com
- [21] M. ELLAH, 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.
- [22] M. FELLAH, ABDUL SAMAD Mohammed, LABAÏZ Mohamed, ASSALA Omar, « *Sliding friction and wear performance of the nano-bioceramica-Al2O3 prepared by high energy milling* ». *Tribology International*, 91 (2015)151-159.

- [23] M. FELLAH, « *Hot isostatical pressing of the nano-bioceramica-Al₂O₃, Improvement of mechanical proprieties* ». Proceedings of the 14th International Conference on Tribology SERBIATRIB'15, published by Serbian Tribology Society, Kragujevac. Edited by A.Venci (13-15Mai 2015) 485-498 <http://tribolab.mas.bg.ac.rs/proceedings.html>
- [24] Rainer Schmidt, « *Comportement des matériaux dans les milieux biologiques* », presses polytechniques et universitaires romandes ; 2-88074-403-2 (1999).
- [25] J. FRENE, « *La tribologie de l'antiquité à nos jours, Mécanique et Industrie* », Vol. 2, p.263-282, (2001).
- [26] M. GOUIDER, « *Tribologie des composites Carbone/Carbone : Echelles et contributions de la mécanique et de la physico-chimie* », Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, (2004).
- [27] Mohamed Sadek KEHIL, « *Tenue à l'usure d'un acier ordinaire à dépôt d'alumine par plasma* », mémoire de Magister, Université Ferhat Abbas-Setif, (2012).
- [28] SAID Bensaada, M.T.Bouziane, « *Tribologie, Principes et Matériaux* ».
- [29] 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.
- [30] H.J. Breme, « *Surface Modification and Tailoring* », Metals as Biomaterials, éd. Wiley and Sons. (1998), 153-176.

CHAPITRE III

MATERIAUX ET

TECHNIQUES

EXPERIMENTALES

III.1 Introduction

Ce chapitre présente les méthodes expérimentales utilisées pour les différentes étapes d’élaboration et de caractérisations. Plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour l’extrusion de matériau à étudier avec les techniques de caractérisation structural et tribologique telles que : Microscope électronique à balayage, Diffraction des rayons X, et l’infrarouge.

III.2 Techniques expérimentales d’élaboration

III.2.1 Types de matériaux nanostructurés

Les matériaux nanostructurés peuvent être classés selon différents critères : la dimensionnalité apparaît dans la littérature comme le critère le plus pertinent. Ainsi, nous avons représenté sur la figure III-1 une classification des nanomatériaux [1] :

- Des amas d’atomes (quelques milliers) jusqu’à la nanoparticule (~10⁶ atomes) ;
- Les couches simples et multiples modulées selon une ou deux dimensions ;
- Les matériaux nanophasés ou nanocristallins tridimensionnels.

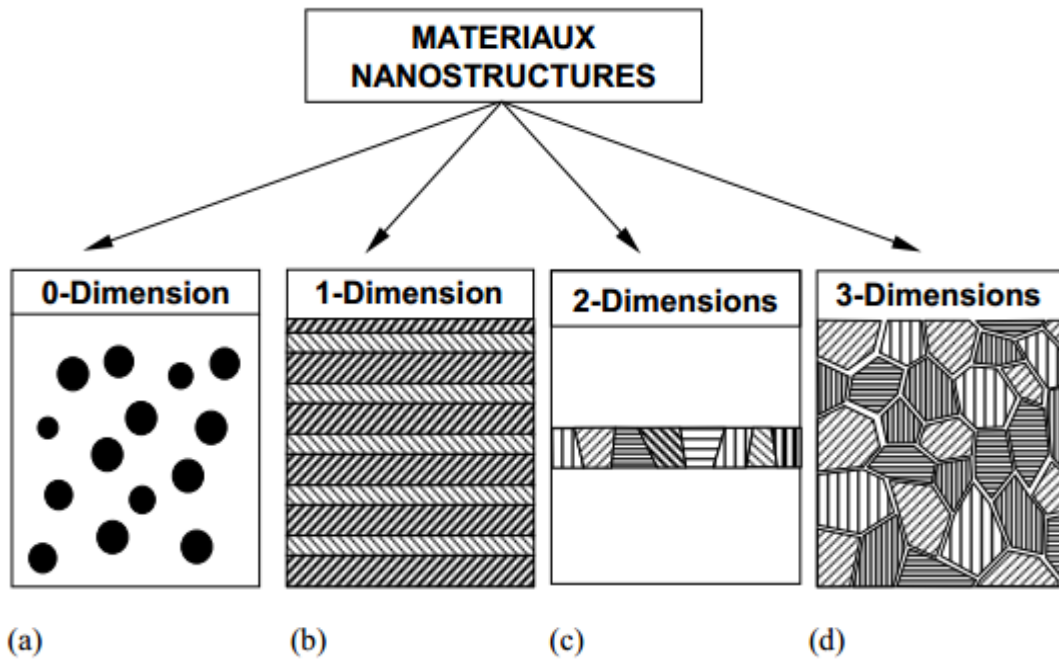


Figure III-1 : Représentation des quatre types de matériaux à nanostructure.

- (a) nanoparticules ou amas d’atomes.
- (b) multicouches constituées de couche d’épaisseur nanométrique.
- (c) couches simples nanostructurées.
- (d) matériaux nanocristallins ou nanostructurés à 3D.

III.2.2 Propriétés des nanomatériaux

Les structures nanométriques permettent alors d'obtenir de nouveaux matériaux présentant des propriétés physiques, mécaniques, électriques, magnétiques, optiques et catalytiques particulières ou des combinaisons de propriétés originales, différant parfois des propriétés du même matériau à une échelle différente [2].

III.2.3 Principaux minerais

On peut dire que ce sont les bauxites qui constituent jusqu'ici les principaux minerais d'alumine utilisés à cause du fait qu'ils contiennent leur alumine sous forme d'hydroxydes facilement extractibles. L'historique de la découverte des bauxites est intéressant à évoquer [3].

III.2.4 Gibbsite

La gibbsite est un hydroxyde d'aluminium qui cristallise dans la phase monoclinique (γ -Al(OH)₃, groupe spatial : P21/b : a=8,64 Å, b=5,07 Å, c=9,72 Å, $\beta=85^{\circ}26'$). Sa structure contient des doubles couches d'ions : des hydroxydes (les deux couches sont étroites et empilées dans un réseau hexagonal (HCP) et des atomes d'aluminium qui se trouvent dans les sites octaédriques à l'intérieur des couches de structure hexagonale (suivant une périodicité ABBA) [4].



Figure III-2 : La Gibbsite.

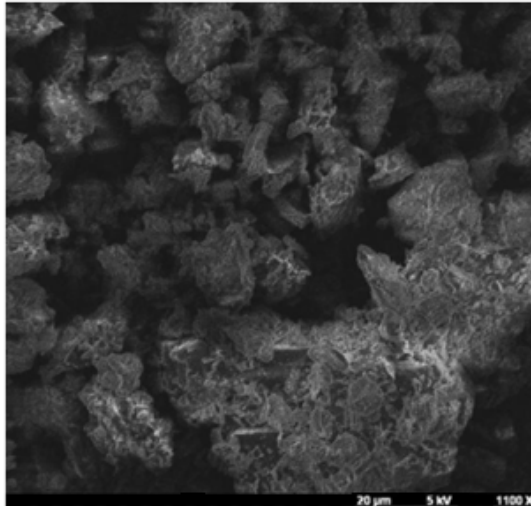
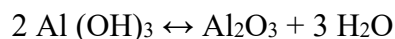


Figure III-3 : Micrographies MEB de la Gibbsite.

III.2.4.1 Eau de constitution

En fait, il ne s'agit non pas de molécules d'eau mais de groupements OH intégrés dans la structure cristalline et liés à la composition chimique du composé. L'élimination de deux OH donne lieu à la formation d'une molécule d'eau et à la libération d'un atome d'oxygène qui reste lié à l'ensemble de la molécule ($2 \text{ OH} = \text{H}_2\text{O} + \text{O}$), ce qui entraîne la formation d'un nouveau corps [5]. Cette destruction de la molécule primitive peut conduire à un équilibre monovariant tel que :



III.2.4.2 Structure des groupements hydrargilite

Dans l'hydrargilite, les cations sont disposés en un réseau hexagonal plan non centré, c'est-à-dire en un réseau dans lequel les centres des mailles hexagonales restent vides, ce qui entraîne une dissymétrie dans la distribution des liens valentiels quand elle est associée au réseau hexagonal des tétraèdres de silice. Ce type de structure est dit di-octaédrique [5].

III.2.4.3 Relation entre température de déshydratation et structures des aluminés

Les températures de déshydratation données aussi bien par la méthode de la thermobalance que par celle de l'analyse thermique différentielle conduisent à mettre en évidence l'action de la structure des minéraux sur leur température de déshydratation. Les températures de déshydratation des hydrates d'alumine s'établissent comme suit :

- Gibbsite (hydrargilite) $\text{Al}(\text{OH})_3$240 à 380°C

Ceci montre que les trihydrates perdent leur eau à une température inférieure aux monohydrates. Les températures de début et de fin de déshydratation sont assez délicates à

évaluer. Les températures concernant la zone de déshydratation ont été déterminées arbitrairement par l'intersection des tangentes aux courbes de début, de fin et de période de déshydratation active données par la thermo-balance [5].

III.2.5 Alumine- α

L'alumine ou oxyde d'aluminium, de formule chimique Al_2O_3 , est un composé chimique qui existe à l'état naturel dans la bauxite, sous forme d'alumine hydratée mélangée avec de l'oxyde de fer. L'alumine a été isolée en 1754 par le chimiste allemand Marggraf à partir d'alun. C'est Louis Guyton de Morveau (1737-1816), collaborateur de Lavoisier, qui baptisa Alumine l'un des sulfates contenu dans l'alun [6].



Figure III-4 : Quelques photos de l'alumine alpha.

III.2.5.1 Structure cristallographique

L'alumine α ou corindon cristallise dans le système rhomboédrique. La structure rhomboédrique est généralement représentée dans un repère hexagonal dont le rapport c/a dépend des paramètres l et α de la maille rhomboédrique [7].

Le groupe spatial de la phase α est $R\bar{3}c$. La maille élémentaire, un rhomboèdre de paramètre $a=0,5126$ nm et $\beta=55^\circ 17'$, est défini pour le motif Al_4O_6 . On simplifie parfois cette représentation en considérant le réseau de l'oxygène qui définit une structure hexagonale compacte (les atomes d'oxygène suivent une périodicité ABAB). Dans une telle structure, l'aluminium n'occupe que $2/3$ des sites octaédriques [8], le tiers restant est constitué de sites vacants, ce qui entraîne une légère distorsion de la maille hexagonale (figure III-5).

Selon la position du site cationique vacant dans la couche, trois types de couches de cations peuvent être définies notées a, b, c. Ainsi, il existe entre deux couches d'atomes d'aluminium, une couche d'oxygène de sorte qu'il faut sept couches d'atomes d'oxygène pour représenter la maille structurale du corindon (figure III-5) selon la séquence AaBbAcBaAbBcA [7].

La densité théorique d'une mole d'alumine peut être calculée à partir des paramètres de maille : elle a été évaluée à 3,9852 g/cm³ par PHILIPS et al. En 1980 [9], avec $a=0,475923$ et $c=1,299208$ nm.

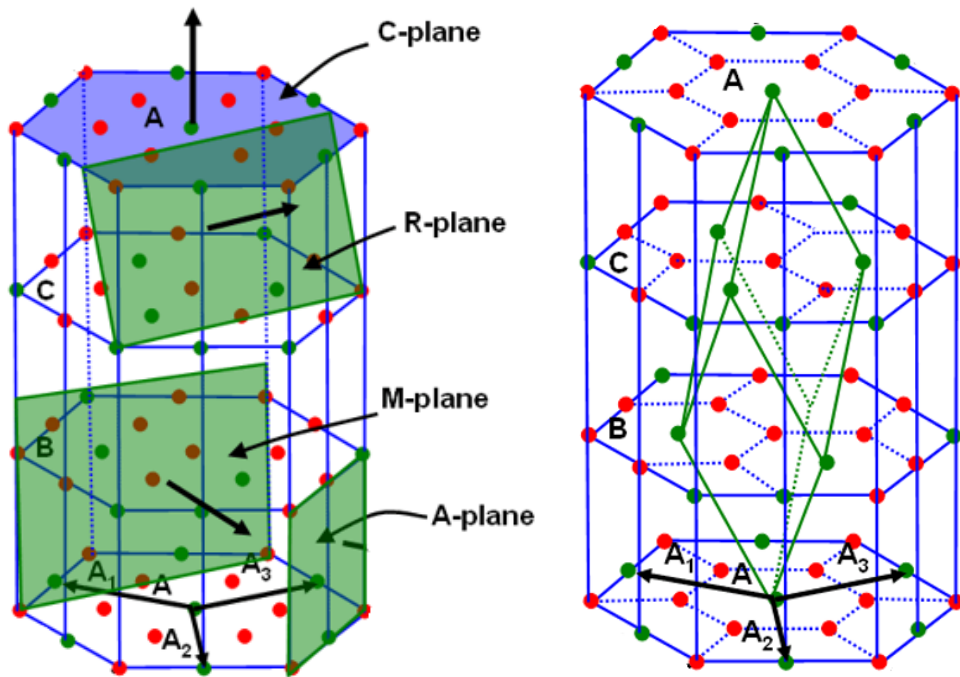


Figure III-5 : Représentation de la maille primitive rhomboédrique de l'alumine- α (vecteurs de base a_i) et de la maille hexagonale (vecteurs de base A_i).

III.2.5.2 Calcination des alumines hydratées

Toutes les alumines hydratées se transforment en alumine- α après calcination à haute température (1000-1200°C). Cette phase α est la plus stable sous des conditions normales.

Les monohydrates et les tri-hydrates forment premièrement des phases transitoires métastables avant de se transformer en phase α . La gibbsite forme successivement des alumines de transition de type χ ($\geq 300^\circ\text{C}$) et κ ($\geq 800^\circ\text{C}$) alors que la boehmite transite par les phases γ ($\geq 500^\circ\text{C}$), δ ($\geq 850^\circ\text{C}$), θ ($\geq 1050^\circ\text{C}$) avant de se transformer en alumine α vers 1150°C. Par contre, la bayérite transite par les phases η (300°C) et θ ($\geq 850^\circ\text{C}$). Le diaspore ($\beta\text{-Al}_2\text{O}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$) est le seul hydrate qui conduit directement à l'alumine α vers 500°C.

L'apparition des alumines de transition est une conséquence de l'énergie de surface associée aux phases. L'énergie de surface de l'alumine- α est plus grande que $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

L'augmentation de la surface spécifique au-dessus de 175 m²/g de l'alumine stabilisera la phase $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Le matériau « abaisse » son énergie en adoptant une forme métastable convenable.

Généralement, les phases de transition coexistent avec les phases de précurseurs.

Une calcination à température élevée conduit à une croissance exagérée des grains de la phase α . Après frittage, une faible densification est obtenue, ce qui se répercute négativement sur les caractéristiques mécaniques du produit. Pour remédier à cela (abaisser la température de formation de l'alumine α), des traitements appropriés des poudres hydrates de départ sont possibles [10]. Un pré traitement de la gibbsite ($\text{Al}(\text{OH})_3$) par broyage abaisse la température de transformation de l'ordre de 250°C . L'énergie accumulée lors de la fragmentation des grains et leur distorsion facilite la nucléation de la phase α . Un ajout d'une quantité de la phase α dans l'hydrate précurseur facilite la transformation des alumines de transition. Le broyage combiné à l'ajout d'une poudre α , diminue encore plus la température de la transformation pour un mélange à 50% de gibbsite et d'alumine α .

Dans le cas d'une poudre de gibbsite à gros grains, la vitesse d'évacuation de son eau de structure est moins rapide, par conséquent, la boehmite peut se former. La transformation microstructurale d'une alumine transitoire en phase α cristallisée se déroule selon un processus de deux étapes : nucléation suivie d'un mécanisme de grossissement. La formation de la phase stable α requiert une énergie d'activation élevée, ce qui nécessite une haute température [10].

III.2.6 Elaboration des céramiques

L'art de céramiste consiste à réaliser dans la même opération le matériau et la pièce, alors que le métallurgiste produit d'abord des lingots qui, dans un second temps, sont mis en forme. En général, le cycle d'élaboration d'un produit céramique comprend trois étapes principales : la préparation de la poudre, la mise en forme puis un traitement thermique appelé frittage. Chacune de ces étapes peut être une source potentielle de défauts.

Il existe plusieurs types de défauts qui sont introduits lors des phases de l'élaboration et qui persistent lors de la densification. Ces défauts microstructuraux pénalisent par la suite les propriétés mécaniques des céramiques. C'est pourquoi il est important de bien maîtriser toutes les phases de l'élaboration.

Un bilan de différents types de défauts susceptibles d'être créés pour chaque étape de l'élaboration est donné au tableau III-1.

La voie liquide est indispensable pour réaliser des mélanges homogènes. Elle facilite d'autre part l'élimination des défauts contenus dans les poudres et l'ajout d'adjuvants. Pour obtenir une suspension exempte d'agglomération, la dispersion des poudres doit être réalisée

de telle sorte que les particules soient soumises à des forces empêchant leur rapprochement à des distances trop faibles. Cependant ceci ne suffit pas et des broyages sont généralement nécessaires pour éliminer les agglomérats, en particulier les agrégats.

Pour réaliser la mise en forme, le pressage à sec est la méthode mieux adaptée aux grandes séries. Pour favoriser le remplissage des matrices de pressage et limiter les défauts créés à cette occasion, les poudres devront être préalablement granulées : l'atomisation constitue un procédé industriel efficace mais complexe, qui reste limité aux grandes quantités

Tableau III-1 : Bilan des différents types de défauts susceptibles d'être créés pour chaque étape de l'élaboration [7].

Phases d'élaboration	Types de défauts
Poudre	Agglomérats, agrégats, Inclusion organiques, Inclusion inorganiques, Impuretés solubles, autres impuretés,...
Traitement des poudres	Agglomérats, agrégats, pollutions diverses (poussières, broyages,...), création des phases liantes (cf. hydroxydes dans alumines), granulats de forme et résistance mal contrôlée, agglomération de phase (composites),...
Mise en forme	Gradients de densité dans les crus, porosité résiduelle de grande taille et/ou inhomogène, fissuration des crus,...
Frittage	Grossissement de grains, frittage différentiel, fissuration (déliantage), création de porosité (de frittage ou production de réactants gazeux), ségrégation,...

III.2.6.1 Broyage des poudres

Le broyage mécanique à haute énergie également appelé mécanosynthèse a été développé dans les années 60, par John Benjamin [11] pour réaliser des dispersions d'oxydes (Al_2O_3 , Y_2O_3) dans des alliages de nickel dans le but de renforcer leurs propriétés mécaniques.

A partir des années 80, cette technique fut utilisée des solutions solides sursaturées constituées d'éléments immiscibles et des matériaux nanostructurées [2].

La technique de mécanosynthèse a un potentiel d'application assez vaste. Elle permet d'obtenir des structures uniques avec des coûts d'élaboration peu élevés. C'est pourquoi elle a connu un véritable essor dans les années 1980 et 1990. Deux terminologies sont employées pour définir le broyage à haute énergie : on parle de mécanosynthèse, quand les poudres initiales ont une composition différente de celle(s) d'arrivée, et de "broyage mécanique", dans le cas contraire.

Principe

Le broyage à haute énergie consiste à agiter plus ou moins violemment, une poudre et des billes contenues dans une enceinte étanche. Sous l'effet des collisions, les grains de poudre sont alternativement déformés plastiquement, fracturés et recollés les uns aux autres, conduisant à un mélange des différents constituants. C'est le rapport des fréquences de fracture et de collage qui fixe la taille finale des agrégats de poudre. Ces trois phénomènes sont à l'origine de l'obtention d'une structure nanocristalline (Figure III-6). La poudre subit donc, au cours du broyage, de sévères déformations plastiques qui engendrent la formation de nombreux défauts ponctuels (lacunes, interstitiels...), ainsi que des bandes de cisaillement constituées de réseaux de dislocations. Les dislocations se réorganisent en parois par annihilation et recombinaison afin de former des sous-joints, et donc des sous-grains [2].

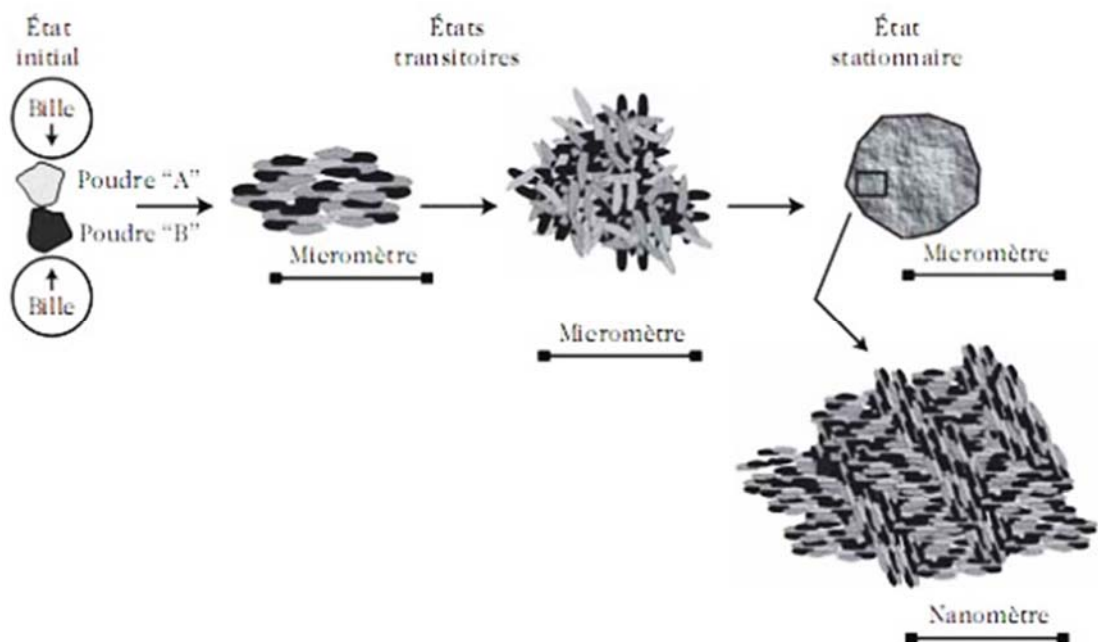


Figure III-6 : Schéma de principe du broyage à haute énergie [2].

Tableau III-2 : Techniques de broyage couramment employées [10].

Technique	Mécanisme de broyage
Tourne-jarres	Impact
Broyeur à marteaux	Impact
Broyeur planétaire	Impact
Attrition	Frottement, cisaillement

III.2.6.2 Les différents types des broyeurs

a) **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.

b) **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.

c) **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.

d) **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.

e) **Broyeur vibratoire 3D** : Le principe reprend celui du broyeur vibratoire à 1D. mais cette fois-ci plus complexe puisqu'à 3 dimensions [12].

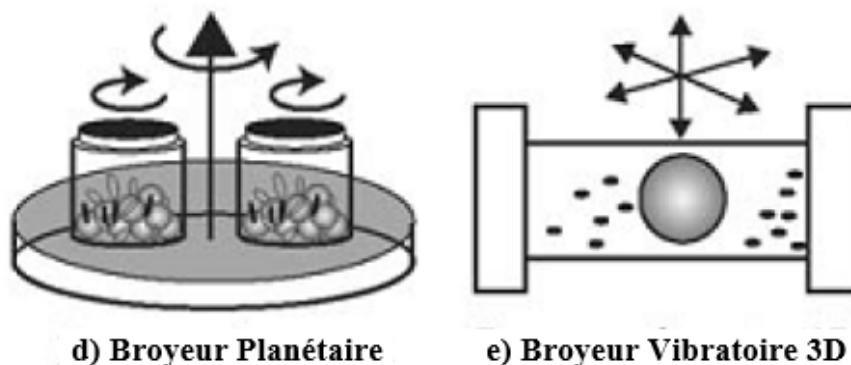
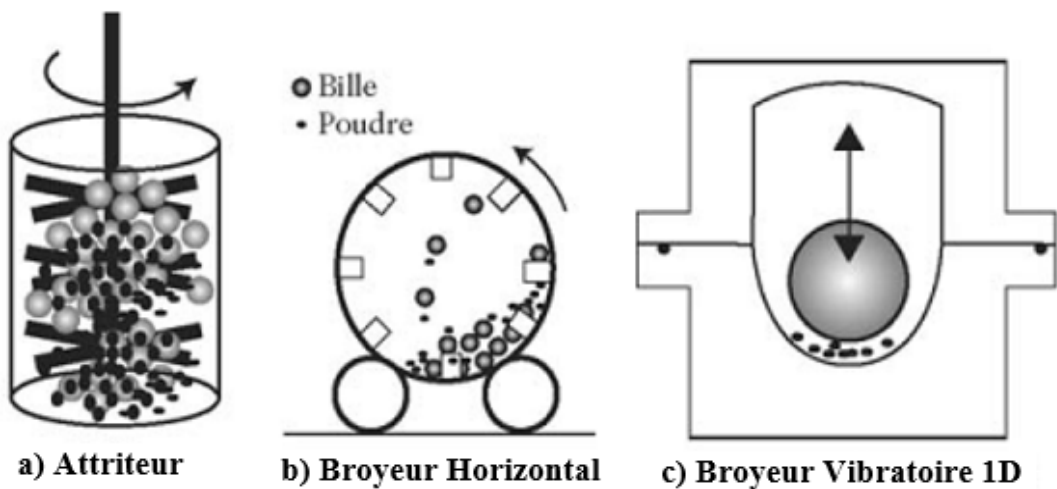


Figure III-7 : Les différents types de broyeurs [12].

III.2.6.3 Conditions expérimentales du broyage

- Nature des poudres ;
- Le broyeur ;
- L'intensité de broyage ;
- Temps de broyage ;
- Rapport massique billes/poudre RBP ;
- Atmosphère de broyage ;
- Température de broyage [2].

a) Mécanisme de broyage d'alliages et de composés

Lors du broyage haute énergie les particules de la poudre sont respectivement aplaties, soudées, fracturées et ressoudées. A chaque collision, une certaine quantité de poudre (environ 1000 particules) sont piégées entre les billes. La force de l'impact déforme les particules entraînant une fracture. La nouvelle surface ainsi créée est capable d'accepter le ressoudage. Dans ce cas, ceci conduit à la croissance de la taille des particules. En utilisant des matériaux malléables, ductiles, souples, cassants et fragiles.

b) Composé intermétallique désordonné

Le broyage haute énergie introduit une forte énergie libre dans le matériau pendant le processus. Cette énergie peut être stockée sous forme de désordre anti-site ou de joint de grain telle que $\Delta G (\text{broyage}) = \Delta G (\text{désordre}) + \Delta G (\text{joint de grain}) \dots\dots\dots (1)$

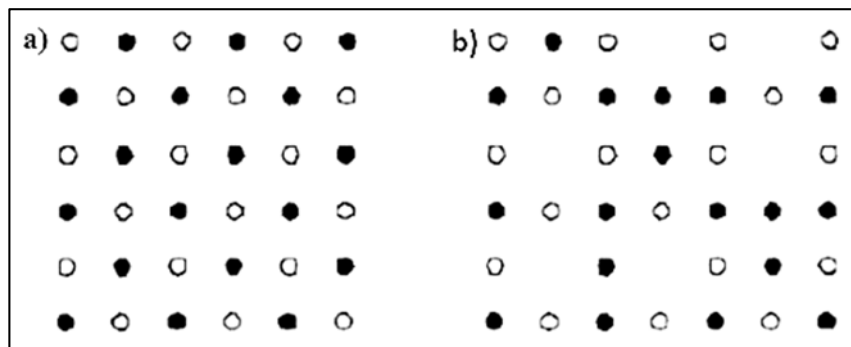


Figure III-8 : Représentation à 2D d'un défaut triple désordonné.

a- Structure ordonnée

b- Défaut triple désordonnée

c) Mécanisme d'amorphisation

Les particules de poudres se fusionnent à cause du fort taux de déformation plastique aboutissant ainsi à une élévation importante de la température locale des poudres.

Cependant les mesures de température effectuées lors du broyage indiquent une valeur de température en dessous de la température de fusion des particules. Pour expliquer ce mécanisme, les auteurs émettent comme hypothèse que l'amorphisation lors du broyage n'est pas purement un processus mécanique puisqu'une réaction d'état solide similaire a été observée dans les films minces.

Pendant le broyage, la déstructuration de la phase cristalline provient d'une accumulation de défauts structuraux tels que dislocations, lacunes, joints de grains. La diminution progressive de la taille des grains et par conséquent l'augmentation de la région interfaciale et l'expansion du paramètre de maille pourrait contribuer à accroître l'énergie libre du système [1].

III.2.7 Mise en forme

III.2.7.1 Compaction

La compaction de poudres peut être effectuée en matrice fermée ou en condition isostatique. D'autres méthodes utilisées plus marginalement sont le moulage par injection et le laminage.

a) La compression en matrice fermée

La forme d'une pièce fabriquée par compression en matrice fermée est déterminée par les outils (parois de la matrice ou poinçons) et la densification s'obtient par application d'une force axiale, qui génère des contraintes radiales, assurant le moulage de la poudre contre les parois verticales des outils. Le procédé de compaction est constitué de plusieurs étapes : remplissage, fermeture de l'outil, application de la force, décharge et finalement l'éjection de l'échantillon comme on montre dans la figure III-9.

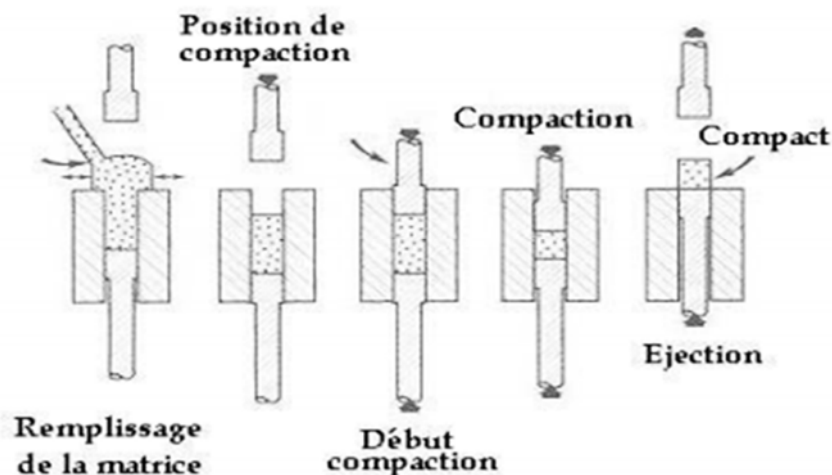


Figure III-9 : Cycle de compaction de poudres.

Un des plus grands problèmes pour une compaction uniaxiale concerne la distribution de contraintes à l'intérieur du comprimé. Les contraintes générées par la compression deviennent plus faibles quand on s'éloigne du poinçon qui applique la charge, à cause du frottement entre la poudre et les parois de la matrice. Cette différence de contraintes produit une différence dans la densité à l'intérieur du compact : la densité est plus élevée près des outils et plus faible au centre de l'échantillon. Ceci crée des propriétés hétérogènes dans le compact.

Finalement l'éjection du comprimé par déplacement du piston inférieur est une étape délicate à cause du relâchement localisé des contraintes et du frottement avec les parois de la matrice. Ces efforts peuvent causer la fissuration du comprimé.

b) La compression isostatique

Comme on l'a mentionné précédemment, les principaux désavantages de la compaction en matrice fermée sont la distribution non-uniforme de densité et l'anisotropie des comprimés. La compression isostatique permet de pallier ces inconvénients. Le résultat est une résistance plus élevée et une densité à vert plus homogène et plus élevée en comparaison avec celle obtenue par compaction en matrice. Par exemple la résistance à vert pour une poudre d'acier pressée de façon isostatique peut être 50% plus élevée que celle obtenue en matrice à la même pression. Dans cette méthode, la poudre est introduite à l'intérieur d'un moule élastique (généralement du polyuréthane). Ensuite le moule avec la poudre est placé dans une enceinte haute pression en acier et la pression est appliquée par l'intermédiaire d'un liquide, souvent de l'huile. Le schéma de l'installation est montré sur la figure III-10. Cette technique est souvent employée pour la fabrication de grandes pièces cylindriques. Ses désavantages sont les faibles cadences de production, la précision dimensionnelle et l'état de surface médiocres [13].

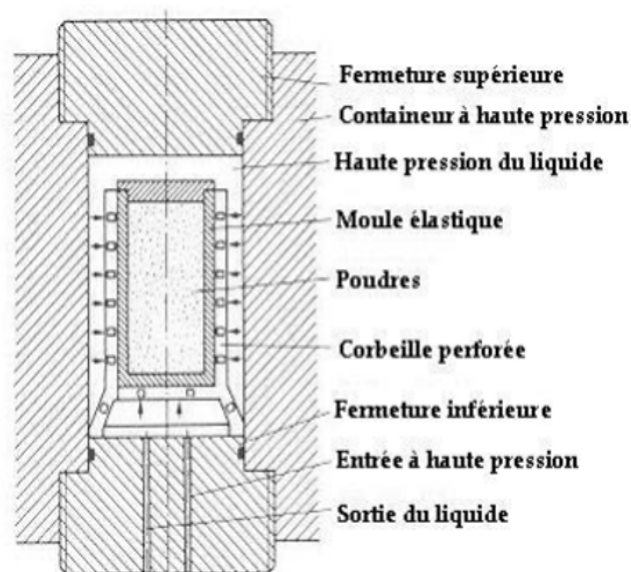


Figure III-10 : Schéma d'un système de compaction isostatique.

III.2.7.2 Frittage

Les céramiques sont des matériaux présentant des températures de fusion élevées (rendant impossible le coulage), une grande fragilité (façonnage par déformation impossible) et une grande dureté (rendant difficile l'usinage). Lors de la phase de frittage, l'échantillon mis en forme se densifie avec une perte de la porosité, tout en gardant sa forme.

Ce traitement thermique est réalisé à une température inférieure à la température de fusion, afin de conserver une certaine tenue mécanique. On peut alors définir simplement le frittage comme étant la consolidation par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compact, avec ou sans fusion d'un ou plusieurs constituants. Lors de la cuisson, l'augmentation de la densité de la pièce s'opère par retrait volumique. Au cours du traitement, si l'agitation thermique est suffisante pour permettre la diffusion de la matière, deux phénomènes coexistent simultanément : le soudage des grains et le grossissement, responsable de la réduction de surface. On distingue communément trois étapes dans le frittage qui se produisent successivement pendant la montée en température et le palier de frittage :

- Réarrangement et collage des particules, quelques fois favorisés par la présence d'une phase liquide ;
- Densification et élimination des porosités intergranulaires ;
- Grossissement des grains et élimination progressive des porosités fermées.

Il existe deux types de frittage :

- En phase liquide lorsqu'une partie de la matière atteint la fusion, on a alors des phénomènes de viscosité et de mouillabilité qui entrent en jeu ;
- En phase solide lorsqu'il n'y a pas fusion, ce sont alors uniquement les défauts ponctuels qui interviennent.

Pour améliorer la densification, le traitement thermique est souvent réalisé sous pression.

a) Frittage en phase solide

Au cours de ce type de frittage, tous les constituants restent à l'état solide et la densification résulte alors de la soudure et du changement de la forme des grains. La densification, lorsqu'elle a lieu au cours du frittage en phase solide, se produit en trois étapes d'après la courbe isotherme de l'évolution de la densité relative en fonction du temps (Figure III-11) :

- La formation des ponts, entre les grains, qui se termine vers une densité relative de 0,65;
- L'élimination de la porosité ouverte qui se déroule entre des valeurs de densité relatives de 0,65 et 0,92 ;
- L'élimination de la porosité fermée jusqu'à la fin du frittage, cette dernière étape est la plus difficile.

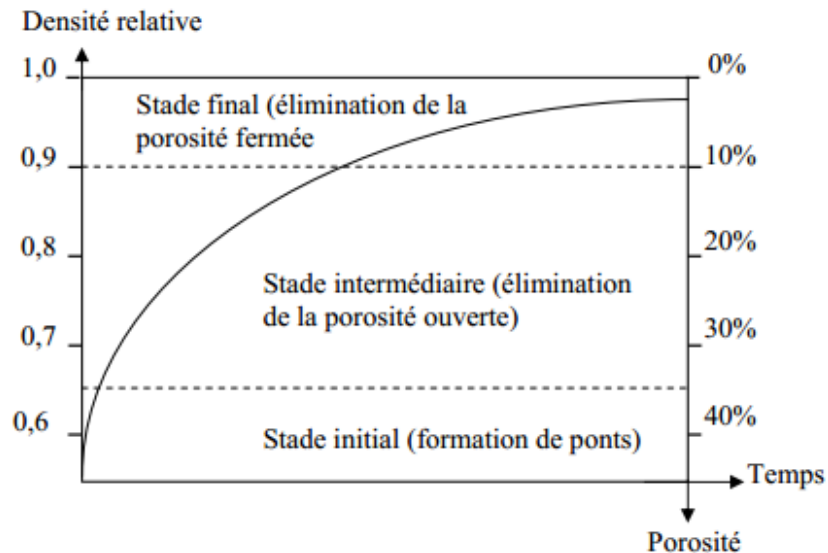


Figure III-11 : Les différents stades de densification [14].

Plusieurs mécanismes de transport de la matière vers le pont peuvent intervenir lors de la première étape du frittage, on distingue :

- Les transports gazeux par évaporation-condensation ou par diffusion gazeuse qui conduisent la matière de la surface des grains vers le pont ;
- La diffusion superficielle de la matière issue de la surface des grains ;
- La diffusion en volume de la matière issue de la surface des grains ;
- La diffusion en volume de la matière issue des joints de grains ;
- La diffusion aux joints de grains de la matière issue des joints de grains ;
- La déformation plastique dans le volume.

Dans tous les cas, les transports gazeux et les transports superficiels conduisent à une simple consolidation de la pièce tandis que les diffusions en volume et aux joints de grains permettent en plus une densification de la pièce.

b) Frittage avec phase liquide

Ce procédé d'élaboration est utilisé depuis le début du 20^{ème} siècle. Plusieurs études ont été réalisées sur les principes du frittage en phase liquide, mais, il reste des zones d'ombre à cause de la complexité des systèmes étudiés. Pour ce qui est des mélanges de matières premières argileuses, il y a d'abord une étape de pré-frittage jusqu'à 950°C. Chaque minéral argileux évolue alors de façon individuelle, les interactions n'intervenant qu'au-delà de cette température. La présence d'alcalin ou d'alcalino-terreux dans les formulations initiales peut

modifier fortement la température d'apparition d'une phase liquide dans les céramiques au cours du frittage. Cette dernière, même en très faible quantité, va accentuer fortement les phénomènes de densification.

Compte tenu de la complexité des interactions entre phases dans les céramiques, la présence d'un liquide est souvent difficile à mettre en évidence étant donné que plusieurs mécanismes peuvent alors être en compétition. La compréhension des phénomènes impliqués dans le frittage en phase liquide nécessite une bonne maîtrise de l'influence du cycle thermique, du temps de palier et de la granulométrie des poudres sur la microstructure et les propriétés du produit final.

III.3 Caractérisation structurale

III.3.1 Matériau étudié

L'alumine pur alpha Al_2O_3 c'est le matériau utilisé dans cette étude, qui a été préparé à partir d'une poudre de la gibbsite calcinée à des différentes températures, destinés à l'usage biomédical, qui ont été mis sous forme de petits échantillons pour la :

- Caractérisation structurale ;
- Caractérisation tribologique.

III.3.2 Mode opératoire

Les alumines étudiées ont été élaborées par frittage naturel. Par définition, le frittage est un traitement thermique d'un ensemble des particules individuelles ou d'un aggloméré poreux, avec ou sans l'application d'une pression externe, conduisant à une réduction de l'énergie libre globale du système. Cette évolution entraîne une densification partielle ou complète du matériau initial. Le processus suppose qu'au moins une phase solide existe constamment pendant tout le traitement thermique, de façon à conserver une certaine stabilité de forme et de dimension au système considéré.

Le frittage naturel est le procédé d'élaboration le plus simple et le plus utilisé industriellement.

Aucune contrainte externe n'est appliquée pendant le frittage naturel. Mais la nécessité des températures de palier élevées peut causer une croissance granulaire importante pouvant à son tour empêcher l'élimination totale de la porosité [15].

Dans ce type de frittage, bien qu'il ne soit pas nécessaire d'appliquer une pression externe, il faut une densité en sec suffisante pour obtenir une densité proche de la densité

théorique après frittage. Cette bonne densité en sec est obtenue par matriçage, c'est-à-dire par l'action d'une compression uniaxiale, ou une compression isostatique à froid.



Figure III-12 : Le four utilisé dans le frittage.

III.3.3 Techniques de caractérisation

III.3.3.1 Analyse spectrométrie (Infrarouge)

La spectrométrie infrarouge permet d'identifier les composés organiques et inorganiques, qu'ils soient cristallins ou amorphes. Elle saisit seulement les mouvements (vibrations par exemple) des atomes les uns par rapport aux autres. Elle connaît un regain d'intérêt avec l'apparition des spectromètres à transformée de Fourier. L'analyse des produits inorganiques peut se faire de manière très efficace, sur de faibles quantités par micro-prélèvement (~30 mg), à condition d'avoir des produits soigneusement broyés. L'utilisation d'un support en bromure de césium (CsBr de l'ordre de 100mg) et d'un spectromètre allant dans l'infrarouge lointain jusqu'à 200 cm^{-1} , un support de bromure de potassium (KBr) peut aller vers 400 cm^{-1} . Ainsi on peut identifier la plupart des produits inorganiques, qu'ils soient amorphes, mal ou bien cristallisés. Le domaine de signature des matériaux (oxydes, carbonates, sulfates, ou autres) se situe entre ~1500 et 200 cm^{-1} , cette partie du spectre FTIR est nommée Finger-Print.

Le rayonnement électromagnétique a la capacité d'interagir avec la matière et d'échanger de l'énergie, donnant ainsi naissance à un spectre d'absorption. Dans les spectroscopies vibrationnelles, auxquelles appartiennent le NIR et le MIR, les interactions se traduisent par le transfert de l'énergie du rayonnement vers l'énergie mécanique associée principalement à la vibration des atomes dans les liaisons chimiques (vibrations d'étirement et de flexion).



Figure III-13 : Photo d'une microscopie infra rouge. [Laboratoire de la chimie université Abbess Laghrour de Khenchela].

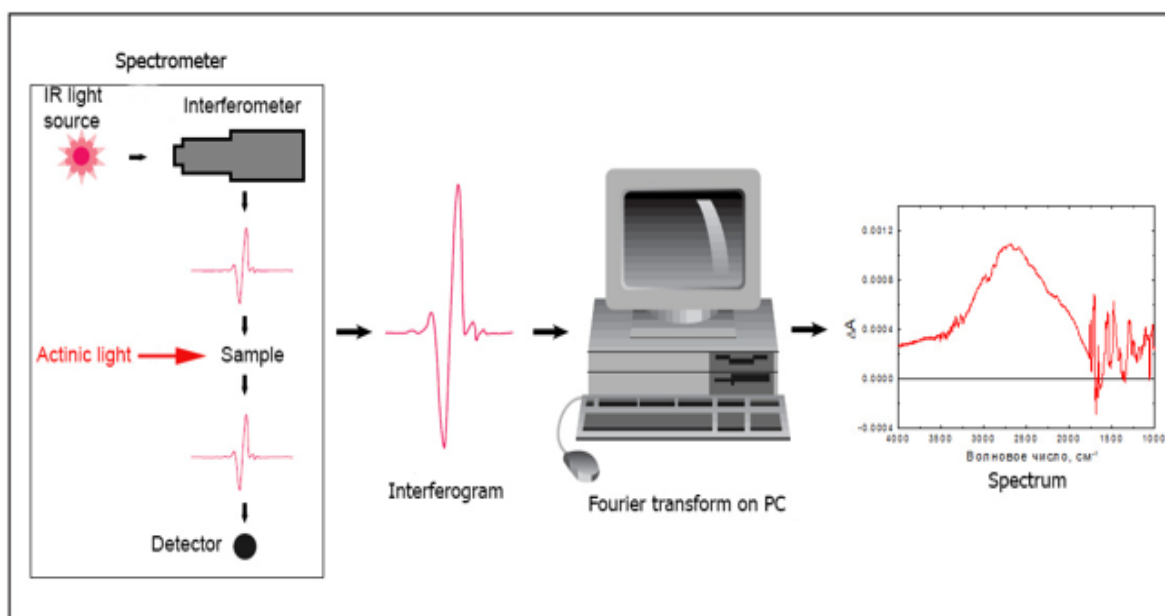


Figure III-14 : Principe de fonctionnement d'équipement FTIR.

III.3.3.2 Analyse par diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X est une technique puissante pour résoudre de nombreux problèmes technologiques dès lors que les matériaux considérés sont cristallins : elle peut être en effet utilisée pour le suivi de production dans une usine (contrôle de la qualité), et la fabrication des céramiques, mais aussi dans l'industrie pharmaceutique et médicale. Cela sert notamment à vérifier que l'on a bien obtenu le produit sous la forme cristallographique désirée ou qu'on n'a pas fabriqué une autre molécule de même formule, mais de forme différente.

Et cela pour le but de rappeler tout d'abord les grands principes de la DRX, et de montrer l'intérêt que cette technique peut avoir dans des domaines aussi appliqués.



Figure III-15 : Diffractomètre Panalytical. [Laboratoire des sciences, Chaabt Erssass, université Frère Mentouri, Constantine].

Principes

La diffraction des rayons X sur monocristal permet d'étudier les structures cristallines. La diffraction sur poudres est principalement utilisée pour l'identification de phases. C'est une méthode non destructive utilisée pour l'analyse qualitative et quantitative d'échantillons polycristallins. Cette technique est basée sur les interactions de la structure cristalline d'un échantillon avec des radiations de courte longueur d'onde [16].

III.3.3.3 La Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface. Dans la pratique, au XXI^{ème} siècle, un grand nombre de constructeurs proposent des microscopes à balayage de série équipés de détecteurs d'électrons secondaires et dont la résolution se situe entre 1nm à 20 nm [17].



Figure III-16 : La Microscopie Electronique à Balayage (MEB),
Université Frère Mentouri, Constantine

III.4 Caractérisations tribologiques

III.4.1 Le coefficient de frottement

Est une propriété du système, formant le contact, sa valeur dépend entre autres de :

- Facteurs mécaniques : force normale, vitesse de déplacement, viscosité du lubrifiant.
- Facteurs chimiques : humidité, oxydants, additifs.
- Propriétés des matériaux : dureté, plasticité, énergie de surface.

Dans les systèmes à mouvement, on cherche le plus souvent à minimiser les frottements, pour cela, on utilise normalement des lubrifiants. Ces derniers permettent de réduire le coefficient de frottement jusqu'à des valeurs inférieures à 0,1.

De nombreuses situations requièrent, cependant, un coefficient de frottement élevé, par exemple le contact entre un pneu de voiture et le sol. Dans ce cas, l'usure doit rester faible, malgré un coefficient de frottement élevé [18].

III.4.2 Contact tribologique ponctuel

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. La vitesse de frottement peut être modifiée ainsi que la charge appliquée [19].

III.4.3 Tests tribologiques

L'échantillon subit un déplacement rotatif ou alternatif en contact avec la bille en alumine (Al_2O_3) ou l'os montée sur un bras élastique sur la surface de l'échantillon durant 20mètre qui correspond approximativement à 17 min. Cependant ce processus nous a permet de trouver empiriquement la valeur de coefficient de frottement « μ » [20].

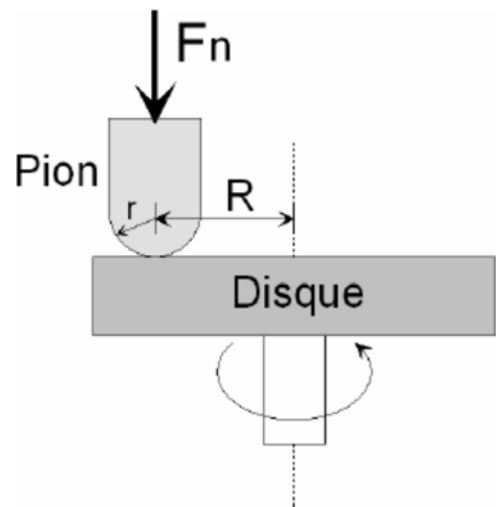


Figure III-17 : Un tribomètre.

Les essais tribologiques ont été réalisés à l'aide d'un tribomètre de marque CSM Instrument dopé avec un logiciel sur PC en configuration pion-plan *figure II.2*.

Les conditions des essais sont résumées dans le tableau III-2 [20].

Tableau III-3 : Les conditions des essais tribologiques [21].

Les conditions	Valeurs
Vitesse	2 [cm/s]
Force normale	5 [N]
Condition d'arrêt	20 [m]
Taux d'acquisition	31 [hz]
Température	25 [°c]
Atmosphère	Air
Humidité	50 [%]

III.4.4 Courbes de frottement

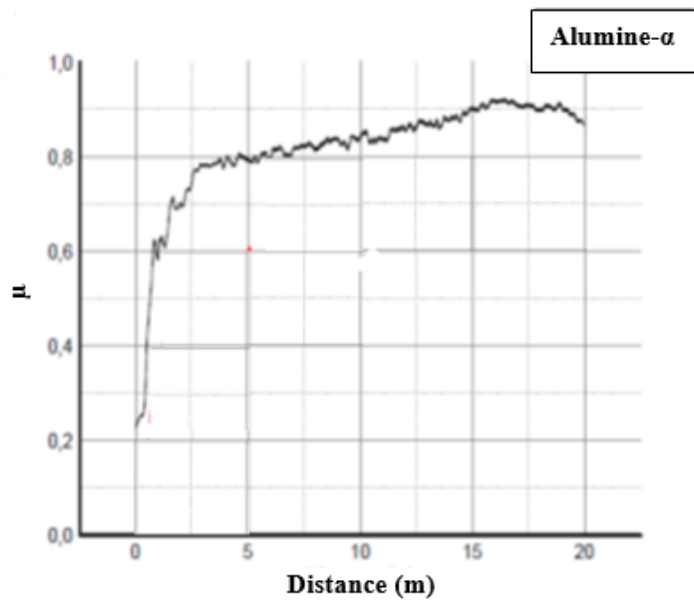


Figure III-18 : Evolution de coefficient de frottement en fonction de la distance de Al₂O₃ » [20].

Le coefficient de frottement moyen de l'alumine (Al₂O₃) est $\mu_{moy} = 0.815$

D'après les courbes au-dessus on observe l'augmentation du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue jusqu'à une certaine valeur puis il stabilise progressivement. La stabilité du μ a la formation de troisième corps au cours de phénomène d'usure qui apparait pendant l'essai de tribologie.

Les particules (troisième corps) produites à la dégradation de la surface sont incrustées dans cette dernière, ce qui résultent l'usure à deux corps (particules, bille abrasive) [21].

III.5 Conclusion

Dans ce chapitre on a présenté avec détails, les étapes d'élaboration du matériau (calcination et broyage) et de mise en forme (compactage et frittage naturel). Les différents systèmes tribologiques et les techniques de caractérisation microstructurale utilisées pour étudier le comportement à l'usure et au frottement de la céramique à savoir :

- Techniques de caractérisation microstructurale (FTIR, MEB, DRX, ,...) ;
- Caractérisations tribologiques.

Références Bibliographiques

- [1] GRAFOUTE M. « *Etude des propriétés structurales et modélisations des poudres nanostructurées de ferobtenues par broyage mécanique* », Thèse doctorat, Université du Maine, (2004).
- [2] GHERIB M. « *Elaboration et caractérisation des matériaux nanostructurés et leurs propriétés physiques et mécaniques* », Thèse doctorat, Annaba, (2013).
- [3] ERHART H. « *Itinéraires géochimiques et cycle géologique de l'aluminium* », DOIN, Ed, S. A. (1973), P. 11-16.
- [4] V. J. INGRAM-JONES, et AL, « *Dehydration sequence of gibbsite and boehmite :study of differences between soak and flash calcination and of particle-size effects* », J. Mater. Chem., (1996), 6 (1), P. 73-79.
- [5] C. A. JOUENNE, « *Traité de céramiques et Matériaux Minéraux* », Ed, SEPTIMA, Paris (1990).
- [6] HAMDAOUI A, ATHMANI C, « *Etude des évolutions structurales de la Gibbsite calcinée : Analyse par diverses méthodes d'investigation (TG, ATD, MEB, DRX et FTIR)* », Mémoire de Master, Université de Abbas Laghrour Khenchela, (2011).
- [7] Y. JORAND, « *Elaboration et caractérisation de composites dispersoïdes ternaires base Alumine-Zircone a vocation thermomécanique* », Thèse de Doctorat, (INSA de Lyon, GEMPPM), (1991).
- [8] LOUET, N. « *Influence du dopage à la silice ou à l'oxyde de calcium sur le frittage et sur l'évolution microstructurale d'une alumine-alpha ultra pure* », Thèse de Doctorat, INSA de Lyon, (2003).
- [9] PHILIPS, D. S. et al. « *Precipitation in star sapphire. III Chemical effects accompanying precipitation* », Phil. Mag, (1980).
- [10] BELHOUCHE H. « *Elaboration et caractérisation d'un composite a dispersives à base d'alumine et de zircon* », Thèse de Doctorat, UFA-SETIF, (2008).
- [11] J.S. Benjamin, « *Metallurgical transaction 1* », (02 février 1970), 2943-2951.
- [12] ERIC G, Gérard L.C. « *Chapitre 19 : Broyage Mécanique* », www.researchgate.net/publication/236894806, (2006).

- [13] Luis Rafael OLMOS NAVARRETE « *Etude du frittage de poudres par microtomographie in situ et modélisation discrète* », Thèse Doctorat, Institut polytechnique de Grenoble, (2009)
- [14] M. Descamps, « *Frittage et évolution microstructurale de céramiques de type oxide. Application à l'alumine et à la zircone yttrée* », thèse, Institut National Polytechnique de Grenoble et de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint Etienne, France, 328 pages (1991).
- [15] Aydemir Güralp Ural, « *performances en frottement de composites Alumine-Metal avec ou sans nanotubes de carbone : identification des conditions de grippage et des mecanismes d'usure* », Thèse Doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse (INP Toulouse), (2011)
- [16] Frédéric SERNA, Jean LAGNEAU, Jean-Marc CARPENTIER, « *Diffraction des rayons X et Catalyse* », Centre de Recherches de l'Industrie Belge de la Céramique, octobre 2014
- [17] I. RAHIL, « *élaboration et caractérisation de revêtement durs Mo-Cr et Mo-Cr-N* », Thèse de magister, Université Mentouri constantine, (2008).
- [18] Said BENZAADA, M.T. BOUZIANE, « *Tribologie, principes et matériaux* ».
- [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] HEBBAZ A, « *Etude de comportement tribologique de l'alliage ti-ni-Cu* », Mémoire master, ENSMM -Annaba-, (2016).
- [21] BOUSSAFEL H, « *Etude comparative tribologique et physicochimique d'un acier 316L et TA6V4* », Mémoire master, ENSMM-ANNABA, (2016).

CHAPITRE IV

ELABORATIONS,

CARACTERISATIONS

ET DISCUSSIONS

IV.1 Introduction

Pour éclaircir le but de cette étude, on a réalisé les techniques suivantes :

- Techniques d'élaboration ;
- Techniques d'observation tel que microscopie électronique à balayage (MEB) ;
- Techniques d'analyse tel que diffraction des rayons X (DRX), spectroscopie infrarouge FTIR ;
- Technique de caractérisation tribologique.

Il n'est pas facile de s'étaler sur toutes ces techniques du moins dans notre rapport de mémoire de fin d'études. Un bref aperçu a été donné pour ces expériences scientifiques. Cependant ; Nous consacrerons ce chapitre à la description des différentes techniques d'élaboration, d'observation par (MEB), de diffraction (DRX) et spectroscopie infrarouge FTIR et ce au vu de l'originalité des résultats obtenus.

IV.2 Modes d'élaboration

IV.2.1 Calcination

La gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$ a été utilisée pour provoquer la formation de l'alumine- α par calcination à différentes températures. La poudre de gibbsite a été calcinée dans l'atmosphère ambiante (air naturelle) à des températures entre 400 et 1400°C suivant les séquences suivantes :

- Chauffage à la température spécifiée à des différentes vitesses ;
- Maintien pendant des différentes durées à la température de calcination ;
- Refroidissement à la température ambiante (trempe à l'air).

Certains échantillons (de la gibbsite) ont été calcinés à des températures pour des temps plus long (24 h à 1000 °c) ou plus court (1 h à 400 – 600 - 800 °c) et ensuite analysés.



Figure IV-1 : Four de calcination 1000 °C (laboratoire -Université Abbess Laghrour- Khenchela).



Figure IV-2 : four de calcination 1400°C

(Laboratoire des sciences a Chaabet erssasse, université Mantouri Constantine).

IV.2.2 Broyage

Après la calcination de la gibbsite, le produit de la réaction est broyé avec un mortier munit d'un pilon.

Le but de ce broyage est de réduire les agglomérats formés lors de la synthèse à différentes distributions granulométriques. Le broyage été fait pendant 4 heures à une vitesse 200 tr/min permet d'obtenir une distribution granulométrique moyenne de l'ordre de 1 μm .

IV.2.2.1 Broyeur planétaire

Le broyeur utilisé est un broyeur de marque Fritsch. Son principe de fonctionnement est le suivant : jarre contenant des billes, se fixée sur un plateau tournant. La jarre tourne autour d'un axe vertical dans le sens inverse de rotation du plateau. Ainsi, sous des forces centrifuges, les poudres sont soumises à des effets de friction et choc [1].



Figure IV.3 : Broyeur planétaire [1].

IV.2.3 Compactage

La poudre d'alumine a été mise en forme par pressage à froid pour limiter la porosité pendant la densification au frittage à chaud, ce pressage se résume en une montée contrôlée en pression de 8 à 10 tonnes.

Le compactage a été effectué dans le laboratoire de l'université de Abbess Laghrour Khenchela, pour le but d'obtenir des pastilles. Les étapes de cette opération sont les suivantes :



Figure IV-4 : Etapes d'obtention des pastille.

IV.2.4 Frittage

L'échantillon est fritté à 1000 °C. La température de palier est mesurée en surface du matériau, est différente de la température du cœur du matériau pendant le cycle de frittage, car il n'y a pas suffisamment de temps pour la stabilisation de la température. Les conditions de frittage sont représentées dans la figure suivante :

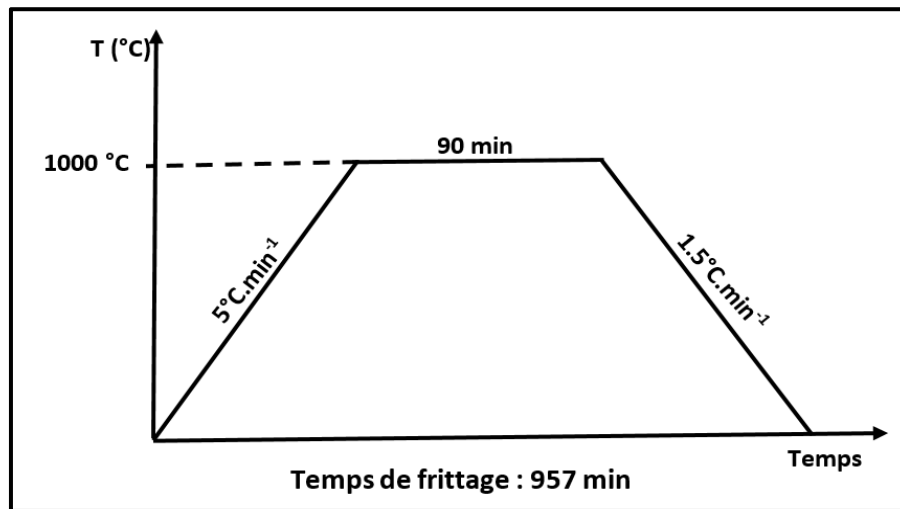


Figure IV-5 : Cycle de frittage naturel de l'alumine.



Figure VI.6 : les fours utilisés dans le frittage.

Après les procédés suivis dans cette synthèse on a obtenu des pastilles d'alumine fritté de 13 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur.

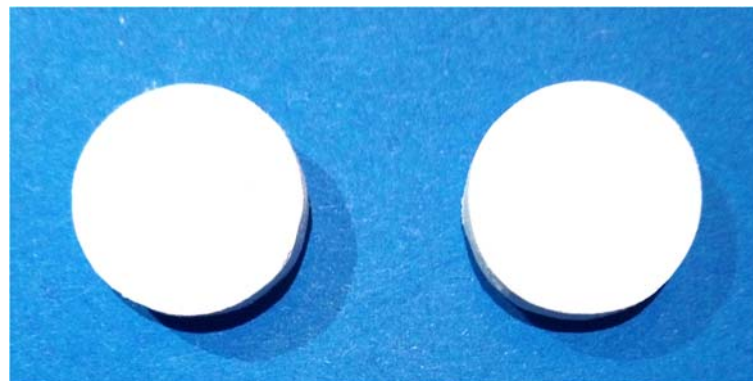


Figure IV-7 : Pastille d'alumine frittée

IV.3 Modes de caractérisation

IV.3.1 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie à balayage (MEB), a été mise à profit pour approfondir les observations métallographiques et permettre une appréciation plus complète des phases formées. L'identification des phases et de leur situation dans la structure, a été grandement facilitée. Une cartographie X a été également effectuée pour confirmer la disposition des différentes phases et plus particulièrement celle de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ dans la structure.

Le MEB fonctionne sous vide de l'ordre de 10^{-3} Pa, avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière.

En ce qui concerne l'observation de la morphologie des échantillons réalisés, elle a été effectuée à l'université Mentouri de Constantine grâce au MEB microscope Joël JSM 5900 LV, avec source à effet de champ. Cette dernière autorise une densité de signal plus importante qu'un filament en tungstène et une meilleure résolution à fort grandissement.

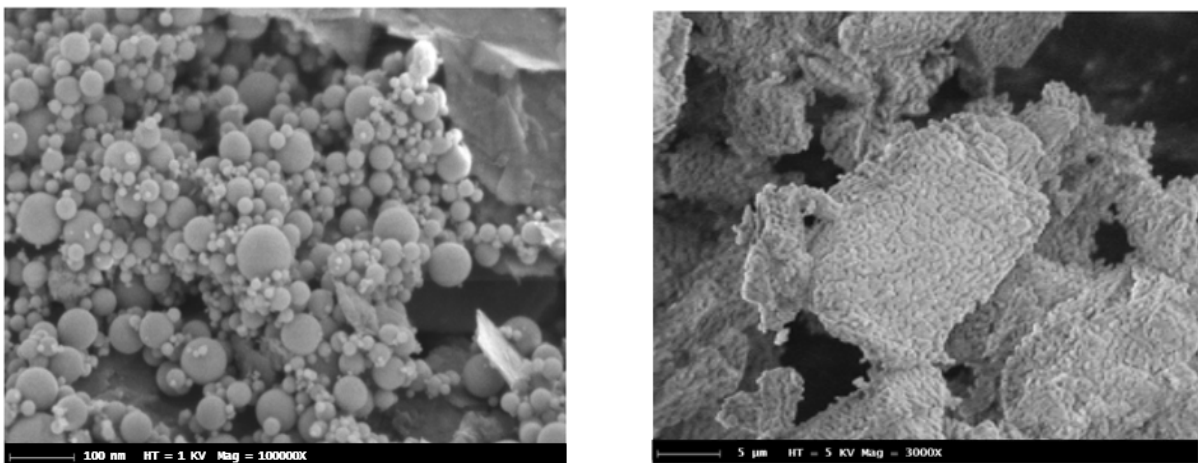


Figure IV-8 : Micrographies MEB de l'alumine- α

IV.3.2 Analyse par diffraction des rayons X

La figure IV-9, montre la réalisation de l'analyse DRX d'une poudre de la gibbsite non traitée et non broyée. Donc on distingue une gibbsite trihydratée ($\text{Al}(\text{OH})_3$).

On a effectué un traitement thermique à des différentes températures intermédiaires de 600°C à 1000°C qui produisent différentes phases transitoires (Gamma, Delta et Thêta) (figure IV-10).

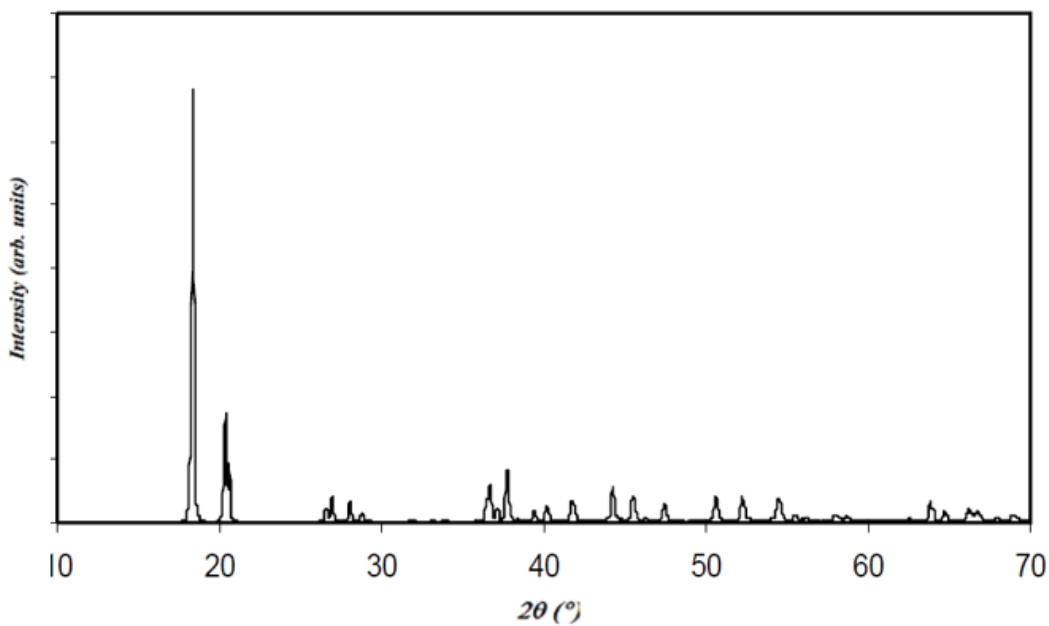


Figure IV-9 : Spectre DRX de la gibbsite brute.

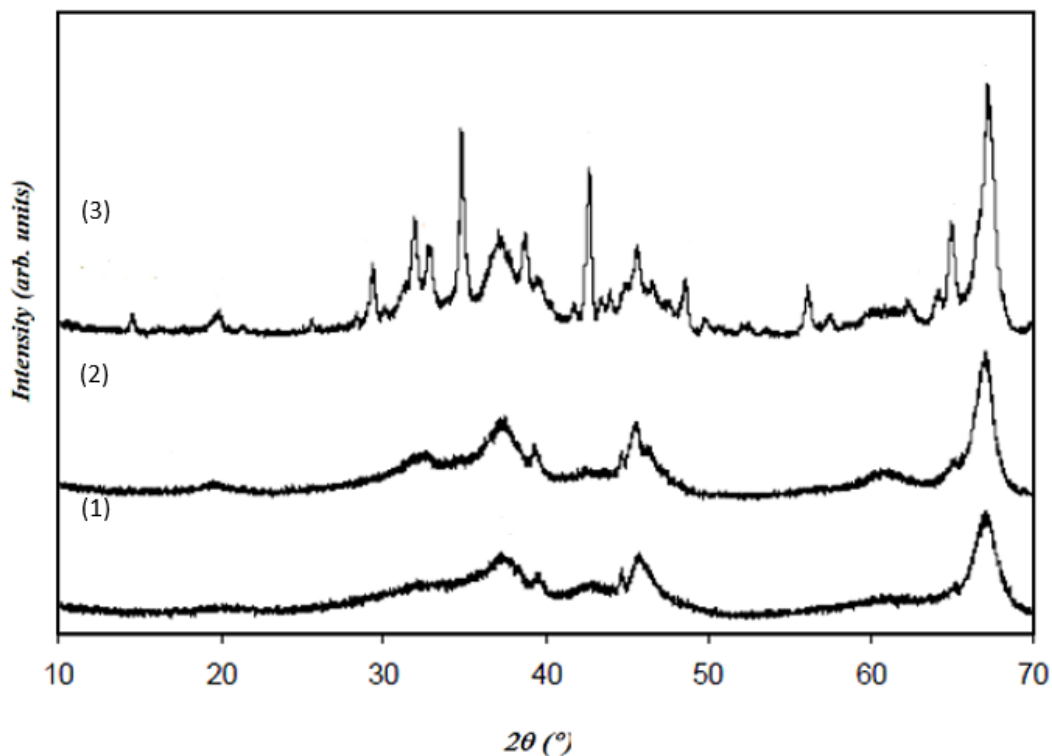


Figure IV-10 : Spectres de diffraction des rayons X de la gibbsite brute traitée à différentes températures pendant 24 heures (600-1000°C) : (1) Gibbsite calcinée (600°C) ; Alumine γ . (2) Gibbsite calcinée (800°C) ; Alumine K. (3) Gibbsite calcinée (1000°C) ; Alumine K+Alumine α .

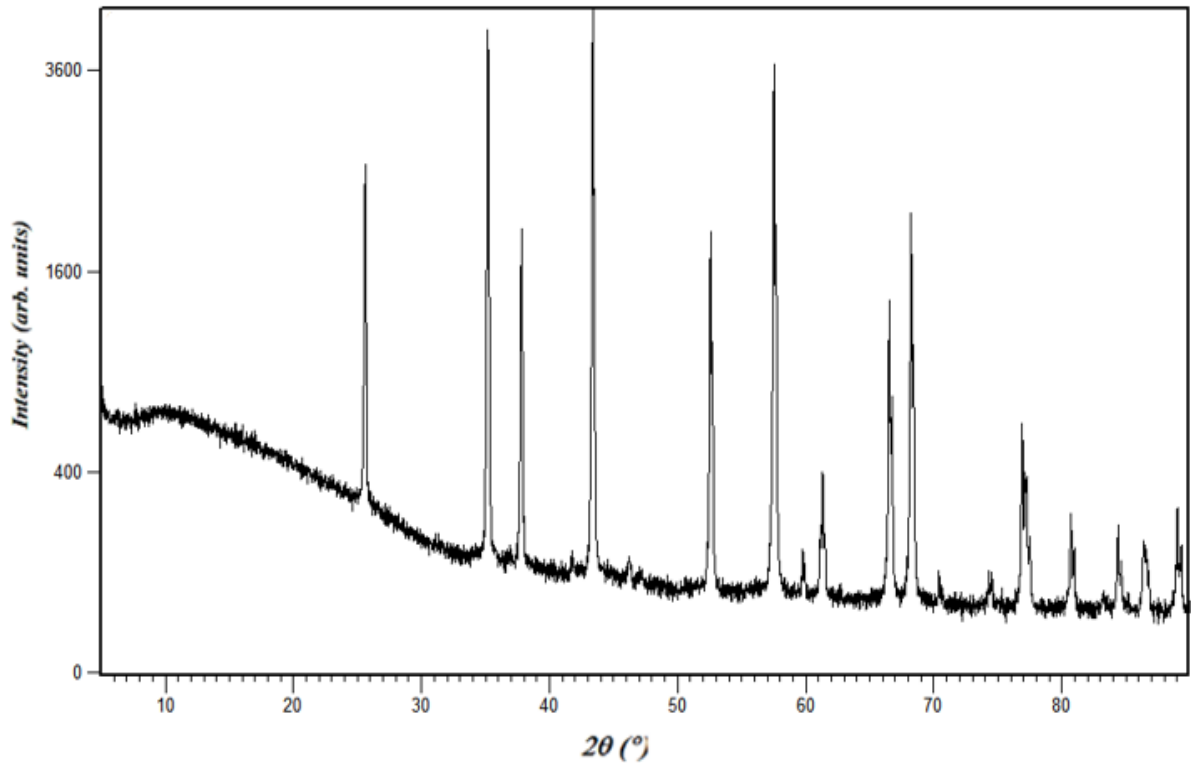


Figure IV-11 : Spectre DRX de la gibbsite brute traitée à 1400°C pendant 6 heures (Alumine α)

Tableau IV-1 : Position atomique de l'amine-α

Atome	X	Y	Z
Al1	0	0	0.35200
O1	0	0.30600	1/4

IV.3.2.1 Taille des cristallites

La taille des cristallites dans les différents domaines de la calcination de la gibbsite. La taille approximative de cristallite ou taille de la gibbsite α-Al₂O₃ est déterminée par l'application de la formule de Scherrer.

Taille des cristallites : $D = 0.9\lambda / \beta \cos\theta$ (1)

$\beta = W(\pi/180)$ (2)

- λ : la longueur d'onde du rayon X du cuivre (0.15406 nm)
- θ : angle de diffraction de Bragg
- W : Largeur à mi-hauteur

La valeur des paramètres W et θ sont estimés par un fitage par Gaussien des Pics XRD. Cette formule n'est pas limitée par l'orientation préférentielle. La taille des cristallites de la Gibbsite sont estimées à (28.52) nm et ne varient pas avec les réflexions (hkl). Après la calcination à 600°C pendant 24 heures ; la Gibbsite est transformée en χ -Al₂O₃. L'estimation de la taille moyenne de la cristallite de cette phase est de (9.2) nm. À 1000°C durant 24 heures la Gibbsite est transformée en κ -Al₂O₃ ; l'estimation de la taille moyenne des cristallites de cette phase est de (24.33) nm. Les Pics de l'alumine alpha présente des variations significatives et donne la valeur de (40.73) nm à 1400°C [2].

IV.3.3 Discussion

L'alumine alpha qu'il a été calciné à 1400°C a été rapporté sur la transformation Al₂O₃- κ → Al₂O₃- α que l'empilement des anions d'oxygène est conservée au cours de cette modification, mais la séquence d'empilement qui existait Al₂O₃- κ et qui estABAC..... se transforme à la séquence ABAB..... dans l'alumine- α .

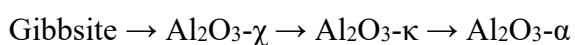
La phase la plus stable de l'alumine (Le corindon) possède une structure rhomboédrique dans laquelle les ions oxygène forment un sous-réseau hexagonal compact dans lequel les ions d'aluminium occupent 2 / 3 des sites octaédriques interstitielles. Les paramètres de maille sont $a = 4.76020 \text{ \AA}$, $c = 12.99330 \text{ \AA}$ soit $a = 0,47602 \text{ nm}$, $c = 1,29933 \text{ nm}$. Lors du chauffage à des températures supérieures à 1100°C, la gibbsite se transforme en alumine alpha.

La micrographie MEB de la poudre de Gibbsite utilisée dans cette étude est montrée dans la figure IV-9, la morphologie des particules montre la poudre chauffée à 1400°C ; les cristaux en forme de plaquettes sont coalescés et frittés, aspect lié à la haute température de calcination.

L'analyse par DRX de l'échantillon de 1400°C (figure IV-12) montre que l'alumine- α est seule présente, courbe en bon accord avec les fichiers de référence (46-1212 fichiers JCPDS). Dans cette structure, les unités tétraédriques AlO₄ sont inexistantes et seuls les cations Al³⁺ subsistent (en sites octaédriques AlO₆).

IV.3.4 Spectroscopie IR

Dans la gamme de température augmentant de 600 à 1400°C, la spectroscopie IR a permis de confirmer la séquence :



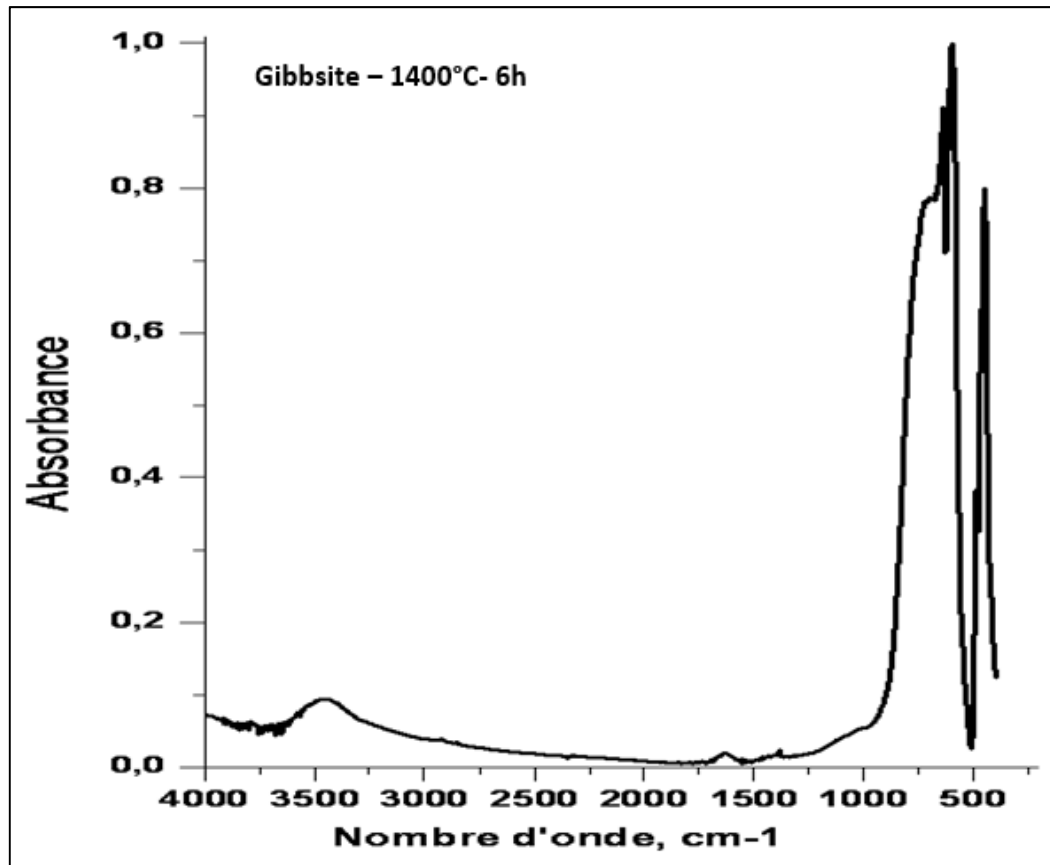


Figure IV-12 : Spectres FTIR de la gibbsite calciné à 1400°C.

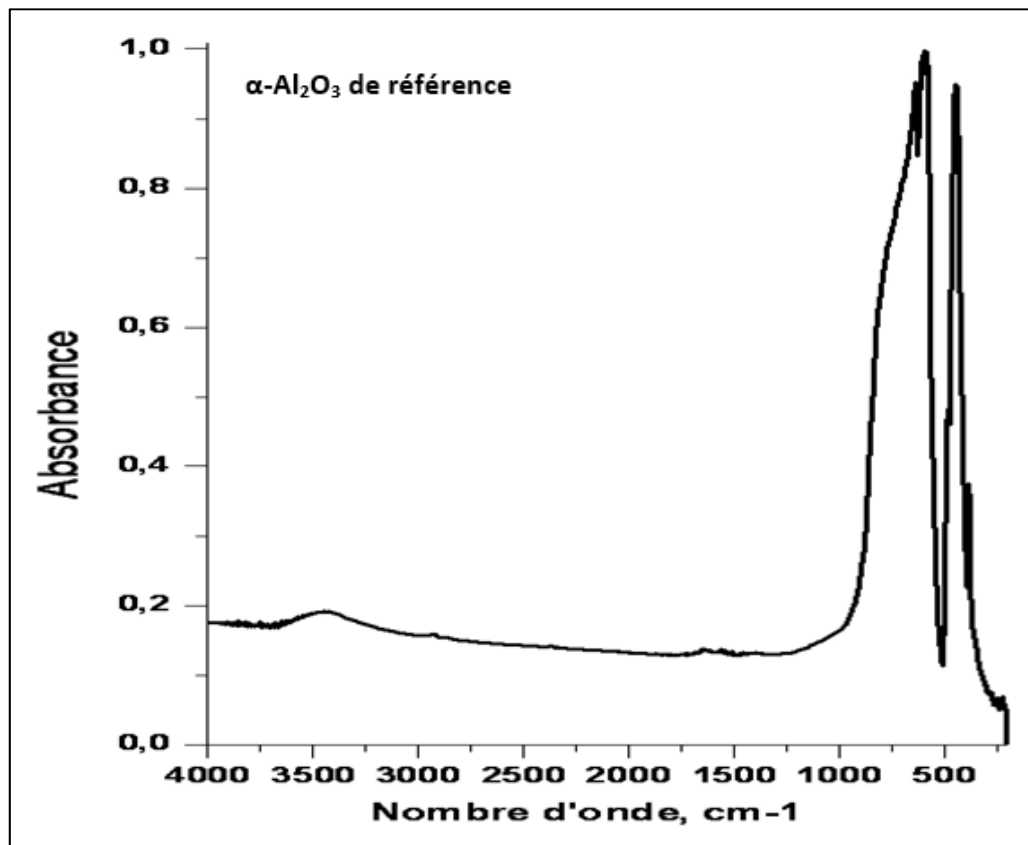


Figure IV-13 : Spectres FTIR de référence de l'alumine alpha [2].

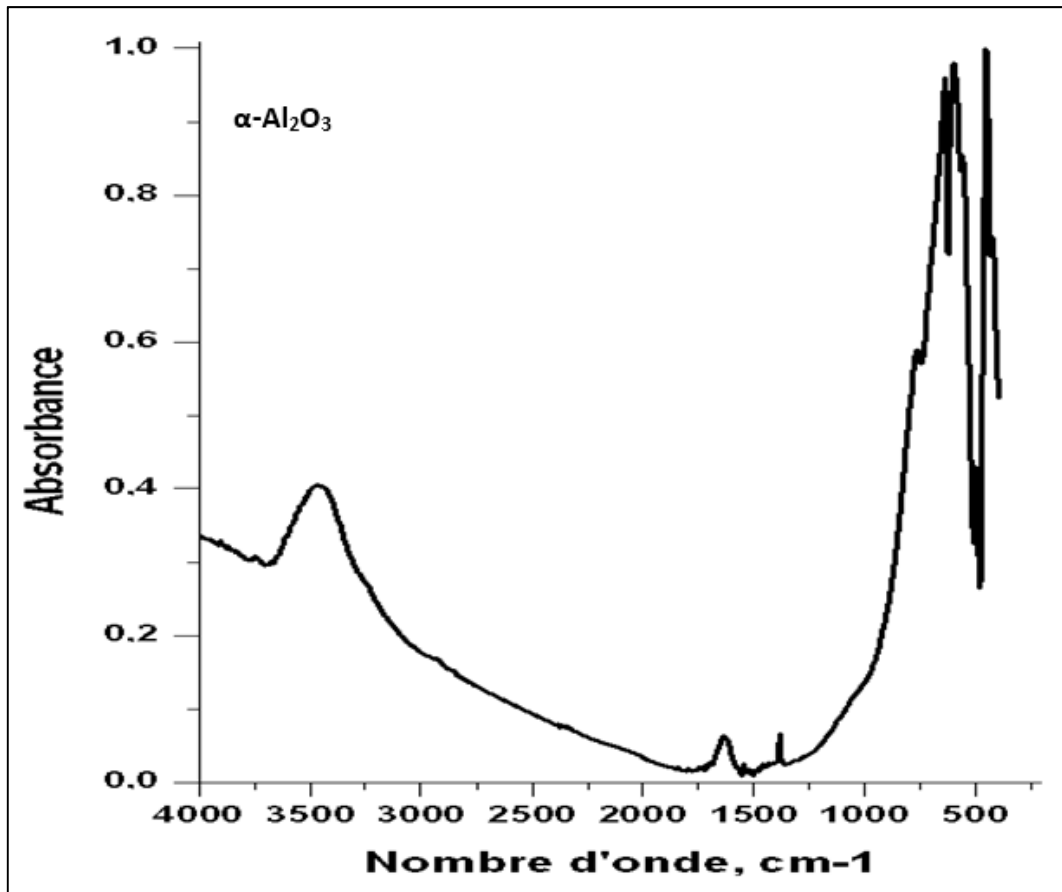


Figure IV-14 : Spectres FTIR de l'alumine alpha fritté à 1000°C.

Tableau IV-2 : Les valeurs d'affectations de spectroscopie IR

Valeurs	Affectations
452	δ (Bending Vibrations)
487	AlO ₆ unités (flexion O-Al-O)
598	ν (Stretching Vibrations)
639	AlO ₆ unités

IV.3.4.1 Discussion : (zone entre 200 et 800 cm⁻¹)

Finger-Print (empreinte digitale) ; zone caractéristique des vibrations d'élongations et de déformations des oxydes. Entre 400 et 650 cm⁻¹, Les pics d'énergie plus faible (moins de 500 cm⁻¹) sont affectées aux modes de flexion des unités AlO₆, les bandes au-dessus de 500 cm⁻¹ résultent de l'élongation des liaisons Al-O. Plus important encore, un continuum large et intense dans le domaine entre 650-800 cm⁻¹ est constaté ; région où aucune structure n'est à prévoir. Cette structure à haute énergie ressemble clairement le continuum d'énergies élevées déjà observé sur le spectre kappa. En analogie avec la suggestion faite pour ce dernier

cas, nous proposons ces structures supplémentaires peuvent résulter soit des modes liés aux phases de transitions (χ ou κ) et/ou les modes de surfaces, bien qu'aucune alumine de transition soit détectée par les analyses par rayons X.

IV.4 Analyse tribologique

Vue l'indisponibilité des équipements de réalisation de cette analyse tribologique, on n'est pas faire ce travail, qu'il reste une perspective à réaliser dans l'avenir.

IV.5 Conclusion

Ce chapitre décrit les étapes d'élaboration et les caractérisations microstructurales préliminaires principales réalisées sur le matériau étudié, $Al_2O_3-\alpha$.

L'élaboration de l'alumine- α est faite à partir de la calcination de la gibbsite a une température de 1400°C dans un four avec des conditions d'élaboration bien déterminées. La mise en forme de l'alumine a été effectuée par le broyage, le compactage et le frittage naturel.

Le processus de formation des poudres nanostructurées de l'alumine par broyage mécanique a été suivi par MEB et par DRX. La micrographie MEB montre que la morphologie (taille, forme) des particules de poudres est le résultat des phénomènes de friction et choc.

Pendant le broyage, l'élargissement des pics de diffraction et la diminution de leurs intensités sont causés par la diminution de la taille des cristallites et l'augmentation du taux de microdéformation des différentes phases.

Pour la caractérisation tribologique, dommage, nous sommes entrés en collision avec le problème de manque d'équipement nécessaire pour réaliser cette analyse.

Références bibliographiques

[1] CHANBI D, « *Elaboration, caractérisation des alliages Fe1-X-Y ALX CRY et étude du comportement à l'oxydation haute température* », Mémoire de magister, Université de Annaba, (2006).

[2] HAMDAOUI A, ATHMANI C, « *Etude des évolutions structurales de la Gibbsite calcinée : Analyse par diverses méthodes d'investigation (TG, ATD, MEB, DRX et FTIR)* », Mémoire de Master, Université de Abbas Laghrour Khenchela, (2011).

CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Notre travail consiste en une synthèse d'élaboration et étude microstructurale et tribologique, en laboratoire d'une prothèse totale de hanche en nanobiocéramique.

Premièrement, nous avons présenté une synthèse bibliographique en deux chapitres dans laquelle on a d'abord décrits la structure d'une prothèse de hanche ainsi que les biomatériaux. Les différents problèmes liés à l'usure mécanique et la science de tribologie.

En troisième chapitre, Des méthodes expérimentales utilisées pour l'élaboration (calcination, broyage, compactage et frittage) et les différentes caractérisations ont été présentées. Plusieurs techniques ont été mises en œuvre pour la caractérisation structurale et tribologique à savoir MEB, DRX, FTIR,...

Dans le quatrième chapitre, L'analyse par DRX et FTIR montre que la calcination de la gibbsite ($Al(OH)_3$) est réussite pour l'obtention de la phase alpha de l'alumine (Al_2O_3) avec une taille des grains moyenne, de structure hexagonale compacte (HC), ce résultat a été confirmée par le microscope électronique à balayage.

Le processus de formation des poudres nanostructurées de l'alumine par broyage mécanique a été suivi par MEB et par DRX. La micrographie MEB montre que la morphologie (taille, forme) des particules de poudres est le résultat des phénomènes de friction et choc. Pendant le broyage, l'élargissement des pics de diffraction et la diminution de leurs intensités sont causés par la diminution de la taille des cristallites et l'augmentation du taux de microdéformation des différentes phases.

La spectroscopie infrarouge permet de distinguer facilement les différentes variétés structurelles de ces alumines, et par conséquent être utilisée comme un diagnostic rapide pour confirmer ou infirmer la présence de ces composés. La spectroscopie infrarouge dans le domaine du lointain fournit des données plus détaillées pour caractériser les transformations de phase basées sur la présence des groupes AlO_4 , AlO_6 et éventuellement OH.

La stabilité de cette phase de l'alumine α faite en sorte qu'elle ne réagit pas avec le corps vivant et donc ne dégage pas des ions ce qui nous ramène à la définition de la biocompatibilité structurale d'où nous concluons que l'alumine α est biocompatible.

Pour calculer le taux d'usure et le coefficient de frottement de l'alumine alpha il faut faire un test tribologique, le manque d'équipement nous a fait arrêter à ce stade de notre étude.

RESUME

Le but de ce travail est l'élaboration et l'étude de comportement microstructural et tribologique d'un nanobiocéramique utilisé dans la prothèse totale de la hanche. Après l'élaboration du matériau (Al_2O_3) à partir de la calcination de la gibbsite ($AlOH_3$) à différentes températures, le broyage du matériau calciné a été effectué à l'aide d'un broyeur planétaire Fritsch pour obtenir une poudre fine, qui est mise en forme des pastilles par compression à froid puis frittée naturellement à une température de $1000^{\circ}C$. La microstructure de matériau résultant est évaluée par des techniques de caractérisation microstructurales, en utilisant un diffractomètre des rayons X, un microscope électronique à balayage, et un spectroscope infrarouge de type FTIR (*Laboratoire de Physique Université des Frères Mentouri – Constantine et au Laboratoires de recherche Physique et Biologique Université Abbés Laghrour de Khenchela*) qui montre que l'alumine obtenu est d'une phase alpha (α) qui est la phase la plus stable ce que justifier la biocompatibilité structurale de cet matériau.

On est intéressé aussi à l'étude du comportement tribologique au moyen des tests d'usure en contact alternatif utilisant un tribomètre type bille sur plan. Ces tests consistent à mesurer la perte de masse et le coefficient de frottement de matériau étudié sous différentes conditions, de charge et de vitesse de glissement pour confirmer les résultats bibliographiques et respectent les normes imposées par le domaine du biomédical notamment au niveau de l'état de surface articulaires des prothèses de hanche.

D'autres méthodes d'élaboration et l'étude de comportement microstructural et tribologique obtenues à différentes résolutions par d'autres chercheurs, pourraient faire l'objet d'analyse statistique supplémentaire, de calcination, broyage et frittage afin d'enrichir la banque des données de la recherche. Une autre perspective est de faire une expérience sur l'étude tribologique.

Mots clés : *nanobiocéramique, Al_2O_3 , $AlOH_3$, calcination, broyage, mise en forme, prothèse totale de hanche, tribologie, phase alpha, biocompatibilité, frottement, usure.*

ABSTRACT

The aim of this work is to elaborate to study the microstructural and tribological behavior of a nanobioceramic for total hip prosthesis. After the elaboration of the material (Al_2O_3) from the calcination of the gibbsite ($Al(OH)_3$) at a temperature of $1400^\circ C$, the calcined material was milled using a Fritsch planetary mill to obtain a powder. The crushed powder is formed into pellets by cold compression and then sintered naturally at a temperature of $1000^\circ C$. The microstructure of the resulting material is evaluated by microstructural characterization techniques, using an X-ray diffractometer, a scanning electron microscope, and an infrared spectroscope of FTIR (Physics laboratory of the brothers Mentouri – Constantine and physical and biological research laboratories of Abbes Laghrour university – Khenchela) which shows that the alumina obtained is of an alpha phase that it is the most stable phase what justifies the biocompatibility structural of this material.

We are also interested in the study of tribological behavior by means of the tests of wear in alternative contact using a tribometer type ball on plan. These tests consist in measuring the loss of mass and the coefficient of friction of studied material under different conditions, load and slip speed confirmed by the bibliographic results and respect the standards imposed by the field of biomedical in particular at the level of the joint surface condition of hip prostheses.

Keywords : *Tribology, milling, calcination, formed, total hip prosthesis, Al_2O_3 , $Al(OH)_3$, nanobioceramic, friction, wear, alpha phase, biocompatibility.*

ملخص

الهدف من هذا العمل هو إعداد مادة الألومين ودراسة السلوك المجهرى والسلوك الاحتكاكي لهذه المادة المستعملة لمفصل الورك، بعد الحصول على هذه المادة عن طريق عملية التكلis لمادة الجيبسيت ($Al(OH)_3$) تحت درجات حرارة مختلفة، تم طحن الجيبسيت المكس بواسطة مطحنة من نوع فريتش من أجل الحصول على مسحوق رطب الذي تم تشكيله على البارد عن طريق الضغط لتمر هذه العينة بعملية التلبيد تحت درجة حرارة 1000 درجة مئوية، وللحصول على نتائج دراسة السلوك المجهرى تم إستعمال كل من جهاز الأشعة السينية، المجهر الالكتروني الماسح وكذا جهاز الأشعة فوق الحمراء.

تعتمد دراسة مقاومة الكشط والكلل على استخدام الات اختبار في ظروف معينة، الهدف منها هو قياس ضياع الكتلة ومعامل الاحتكاك لمادة Al_2O_3 . هناك أساليب أخرى للإنجاز ودراسة سلوك التركيب المجهرى، والاحتكاكي التي تم الحصول عليها في قرارات مختلفة من الباحثين الآخرين والتي يمكن أن تكون إضافة لموضوع التحليل الإحصائي للتكلis، الطحن والتلبيد لإثراء بنك بيانات البحوث منظور آخر للقيام بتجارب أخرى لدراسة الاحتكاك.

كلمات مفتاحية : نانوبيوسيراميك، Al_2O_3 , $Al(OH)_3$ ، التكلis، الطحن، التشكيل، مفصل الورك الكلي، علم الاحتكاك، التآكل، المرحلة ألفا، الاحتكاك.