

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR**

**ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**



**UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA BEJAIA**

**FACULTE DE TECHNOLOGIE**

**DEPARTEMENT DE GENIE MECANIQUE**

**MEMOIRE**

Présenté pour l'obtention du diplôme de

**MASTER**

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Génie des matériaux

Par :

**LAINCEUR Mohamed Lamine**

**MOUSSAOUI Yacine**

**Thème**

---

**Elaboration et caractérisation d'une poudre biocéramique  
pour le médical**

---

Soutenu le 30/06/2024 devant le jury composé de :

Pr.	RABOUHI Hassiba	Présidente
Pr.	AMARI Djamel	Examineur
Pr.	IDIR Abdelhak	Rapporteur
Mr.	AZZI Mohand Akli	Corapporteur

**Année Universitaire 2023-2024**

# Remerciements

## Remerciements

---

Tout d'abord, nous remercions « Allah » le tout puissant et miséricordieux de nous avoir prêté foi, courage, santé et volonté d'entamer et de terminer ce modeste travail.

On remercie vivement notre chère professeur Madame RABOUHI Hassiba qui nous a fait honneur en étant présidente du jury et d'avoir accepté d'examiner ce travail pour mieux le perfectionner.

On remercie notre professeur AMARI Djamel qui nous a fait l'honneur de faire partie de notre jury en apportant son savoir pour examiner et améliorer ce travail.

Un grand merci à notre rapporteur Professeur IDIR Abdelhak et corapporteur Monsieur AZZI Mohand Akli : pour leur bienveillance, leurs motivations, leur aide, leur précieux conseils, leur disponibilité, leur temps passé avec nous et leur patience, sans eux on n'aurait pas pu réaliser a bien ce modeste travail et quel plaisir d'avoir travaillé avec vous messieurs.

On tient à remercier toutes personnes ayant participer de loin ou de près à ce modeste travail :

Mme BELKACEMI du laboratoire LGE, Mme AMRANI et toute son équipe du laboratoire LTMGP, Le doyen de faculté de technologie Monsieur BRADAI, Madame BRADAI, Mr SLIMANI Nadir, Mr ADJISSA Massinissa, tout le personnel du Hall de Technologie, l'équipe du laboratoire polymères avancée, Mr DJERMOUNE Atmane et AIT MERZOUGUE Farid du CRAPC de l'université de Bejaia et laboratoire caractérisation mécanique de l'université de Sétif.

# **Dédicaces**

*A mes chers parents  
Qu'ils trouvent en moi la source de leur  
fierté A qui je dois tout*

*A ma sœur Yasmine  
A qui je souhaite un avenir radieux plein de réussite*

*A mes proches des familles Moussaoui et Djermouni*

*A mes amis proches et camarades de  
classes*

*Yacine*

*A mes chers parents  
Qu'ils trouvent en moi la source de leur fierté A qui  
je dois tout.*

*A ma sœur Nadine et a mon frère Nassim  
A qui je souhaite un avenir radieux plein de réussite.*

*A mes proches des familles Linceur et Ouahrani*

*A mes amis proches et camarades de classes*

*Lamine*

# **Sommaire**

## Sommaire

Remerciement.....	i
Dédicaces.....	ii
Sommaire.....	v
Introduction.....	1

### Chapitre I : Le tissu osseux et les biomatériaux

I.1. Le tissu osseux .....	3
I.1.1. Définition.....	3
I.1.2. Importance du tissu osseux.....	3
I.1.3. Morphologie des os.....	4
I.1.3.1. Types morphologiques d'os .....	4
I.1.4. Composition du tissu osseux .....	5
I.1.4.1. Matrice extracellulaire.....	5
I.1.4.2. Les cellules osseuses.....	6
I.1.5. Les Caractéristiques de l'os .....	6
I.1.6. Le remodelage de l'os.....	7
I.1.6.1. Les phases du remodelage osseux.....	8
I.1.7. Les pathologies de l'os et traitement.....	9
I.1.8. Greffes osseuses.....	10
I.1.8.1. Définition.....	10
I.1.8.2. Types de greffes osseuses.....	10
I.2. Les biomatériaux.....	12
I.2.1. Définition générale.....	12
I.2.2. Classification des biomatériaux.....	13
I.2.2.1. Les biomatériaux métalliques.....	13
I.2.2.2. Les biomatériaux polymères.....	14
I.2.2.3. Les biomatériaux céramiques.....	14
I.2.2.4. Les biomatériaux composites .....	16
I.2.2.5. Les biomatériaux naturels.....	17
I.2.3 Biomatériaux pour comblement osseux.....	18
I.2.4. Propriétés des biomatériaux pour comblement osseux.....	19

### Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

II.1. Introduction.....	20
-------------------------	----



## Sommaire

---

II.2. Coquillage cauris.....	20
II.3. Elaboration de la poudre.....	20
II.3.1. Broyage.....	20
II.3.2. Tamisage.....	21
II.4. Caractérisation de la poudre.....	22
II.4.1. Analyse de la taille des grains des poudres.....	22
II.4.1.1. Principe de la granulométrie laser.....	23
II.4.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.....	24
II.4.2.1. Principe de la Spectroscopie infrarouge.....	24
II.4.3. Caractérisation par ATG.....	25
II.4.3.1 Principe ATG.....	26
II.5. Élaboration de pastille.....	27
II.5.1. Traitement thermique.....	28
II.5.1.1. Principe traitement thermique.....	28
II.6. Caractérisation des pastille.....	29
II.6.1. Caractérisation de la Microstructure par un Diffractomètre à rayon X.....	30
II.6.1.1. Principe du DRX.....	30
II.6.2. Fluorescence X.....	32
II.6.2.1. Principe de la fluorescence X.....	32
II.6.3. Caractérisation mécanique.....	33
II.6.3.1. Définition de l'essai Brésilien.....	34

### Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Caractérisation de poudre de coquillage de cauris.....	35
III.1.1. Granulométrie.....	35
III.1.2. Analyse thermogravimétrique ATG.....	36
III.1.3. Infrarouge.....	38
III.2. Caractérisation des pastilles.....	39
III.2.1. Résultats des Analyses FRX des Échantillons.....	39
III.2.2. Caractérisation par DRX.....	41

## Sommaire

---

III.2.3. Essai brésilien.....	45
Conclusion.....	63
Références bibliographiques	
Résumé	

# Liste des figures

# Liste des figures

## Chapitre I : Le tissu osseux et les biomatériaux

Figure I.1 : Tissu osseux.....	3.
Figure I.2 : Structure de l'os.....	4.
Figure I.3 : Les cellules osseuses (A) Ostéoclaste (B) Ostéoblaste (C) Ostéocyte.....	6.
Figure I.4 : Les phases du remodelage osseux.....	8.
Figure I.5 : Classification des biomatériaux.....	13.
Figure I.6 : Prothèse métalliques.....	14.
Figure I.7 : Biomateriau à base de polymères pour comblement osseux.....	14.
Figure I.8 : Tête fémorale d'une prothèse en céramique .....	16.

## Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

Figure II.1 : Coquillage Cauris.....	20.
Figure II.2 : Broyeur FRITSCH pulverisette 9.....	21.
Figure II.3 : Tamiseur.....	21.
Figure II.4 : Poudre obtenue après broyage.....	22.
Figure II.5 : Granulomètre laser FRITSCH.....	23.
Figure II.6 : Principe de la granulométrie laser.....	24.
Figure II.7 : Spectromètre infrarouge à transformée de Fourier « IRAffinity -1 ».....	24.
Figure II.8 : Principe de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).....	25.
Figure II.9 : Analyse thermogravimétrique (ATG).....	25.
Figure II.10 : Principe de l'ATG.....	26.
Figure II.11 : Presse hydraulique Specac.....	28.
Figure II.12 : Pastille.....	28.
Figure II.13 : Four du hall technologie.....	29.
Figure II.14 : Principe traitement thermique.....	29.
Figure II.15 : Diffractomètre à rayons X.....	30.
Figure II.16 : Schéma de détermination de la loi de Bragg.....	31.

Figure II.17 : Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre.....	31.
Figure II.18 : Fluoromètre.....	32.
Figure II.19 : Principe de la fluorescence.....	32
Figure II.20 : machine de traction ZWICK ROELLE.....	33
Figure II.21 : schéma de l'essai Brésilien.....	34

### **Chapitre III : Résultats et discussions**

Figure III.1 : Courbe granulométrie (Originelab).....	35.
Figure III.2 : Courbe d'analyse thermogravimétrique.....	36.
Figure III.3 : Spectre infrarouge de poudre de cauris CaCO <sub>3</sub> .....	38.
Figure III.4 : DRX de la pastille avant traitement.....	41.
Figure III.5 : DRX de la pastille traitée à 450°C.....	42.
Figure III.6 : DRX de la pastille traitée à 500°C.....	43.
Figure III.7 : DRX de la pastille traitée à 550°C.....	44.
Figure III.8 : Courbe de compression transversale (sans traitement).....	45.
Figure III.9 : Courbe de compression transversale (450°C).....	46.
Figure III.10 : Courbe de compression transversale (500°C).....	47.
Figure III.11 : Courbe de compression transversale (550°C).....	48.
Figure III.12 : Histogramme des valeurs du module de Young E.....	49.
Figure III.13 : Histogrammes de la contrainte de traction.....	50.

# Liste des tableaux

# Liste des tableaux

### Chapitre I : Le tissu osseux et les biomatériaux

Tableaux.1 : Propriété mécanique du tissu osseux.....	7
Tableaux.2 : Propriété physico chimique.....	7
Tableaux I.3 : Classes des biomatériaux (Avantages, inconvénients et exemples d'application).....	17

### Chapitre III : Résultats et discussions

Tableau III.1 : Résultats des analyses FRX des échantillons sans traitement.....	39.
Tableau III.2 : Résultats des analyses FRX des échantillons traités à 450°C.....	40.
Tableau III.3 : Résultats des analyses FRX des échantillons traités à 500°C.....	41.
Tableau III.4 : Résultats des analyses FRX des échantillons traités à 550°C.....	42.

# **Introduction générale**



# Introduction générale

L'os, en tant que tissu biologique essentiel, joue un rôle crucial dans le soutien et la protection du corps humain, ainsi que dans la régulation métabolique des minéraux. Le tissu osseux est composé principalement de collagène et de phosphate de calcium sous forme minérale, conférant à l'os sa rigidité et sa résilience.

Cependant, diverses pathologies osseuses telles que l'ostéoporose, l'ostéomyélite, les défauts traumatiques et les tumeurs osseuses nécessitent souvent l'utilisation de substituts osseux pour réparer ou remplacer les structures endommagées. Les substituts osseux peuvent être des autogreffes, des allogreffes et des xéno-greffes, chacun ayant ses avantages et ses inconvénients.

L'étude des biomatériaux est devenu un domaine essentiel de la recherche en ingénierie et en médecine. Ces matériaux, destinés à interagir avec les systèmes biologiques, sont utilisés pour traiter, améliorer ou remplacer les fonctions des tissus et des organes. L'importance des biomatériaux réside dans leur capacité à être intégrés de manière harmonieuse dans le corps humain sans provoquer de réactions de rejets.

Parmi les applications courantes des biomatériaux, on trouve les implants orthopédiques, les dispositifs dentaires, les greffes osseuses et les prothèses articulaires. Ces matériaux doivent posséder des propriétés spécifiques telles que la biocompatibilité, la bioactivité, et une résistance mécanique adaptée aux conditions de leur utilisation.

Ce travail de recherche, qui est une partie de la thèse de doctorat de M. AZZI Mnd Akli, se concentre sur l'élaboration et la caractérisation de poudres de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) obtenues à partir de coquillages de cauris. Les différentes étapes incluent le broyage, le tamisage, et le traitement thermique des poudres, ainsi que leur caractérisation physico-chimique et mécanique avant et après traitements thermiques. Les résultats obtenus permettront d'évaluer le potentiel de ces matériaux pour des applications de substitutions osseuses.

# **Introduction générale**

---

Ce mémoire s'articule autour de trois chapitres :

Une mise au point bibliographique (Chapitre I) rappelle l'intérêt des biomatériaux et notamment l'importance de leurs utilisations ainsi que les différents types de biomatériaux pour la substitution osseuse. Une description du tissu osseux a également été mise au point afin d'en saisir les principaux constituants ainsi que les principales caractéristiques.

Le Chapitre II s'intéresse à l'étude de la poudre de cauris à travers des techniques expérimentales utilisées pour sa caractérisation physico-chimique ainsi que de tes tests mécaniques ayant subis des traitements thermiques à différentes températures.

Le Chapitre III regroupe les résultats obtenus par les techniques de caractérisations ainsi que leur interprétation.

# **Chapitre I :**

## **Le tissu osseux et les biomatériaux**

## I.1. Le tissu osseux

### I.1.1. Définition :

Les os sont des structures essentielles du corps humain, fournissant soutien, protection et mobilité. Constitués principalement de collagène et de minéraux tels que le calcium et le phosphate, les os possèdent une combinaison unique de rigidité et de résilience et une certaine souplesse.

Le tissu osseux est une forme spécialisée de tissu conjonctif caractérisé par une matrice extracellulaire dure et minéralisée, elle est composée de fibres de collagène et de cristaux de phosphate de calcium, principalement sous forme d'hydroxyapatite. Les principaux types de cellules osseuses comprennent les ostéoblastes, responsables de la formation de l'os, les ostéocytes, qui maintiennent la matrice osseuse, et les ostéoclastes, impliqués dans la résorption osseuse. [1]

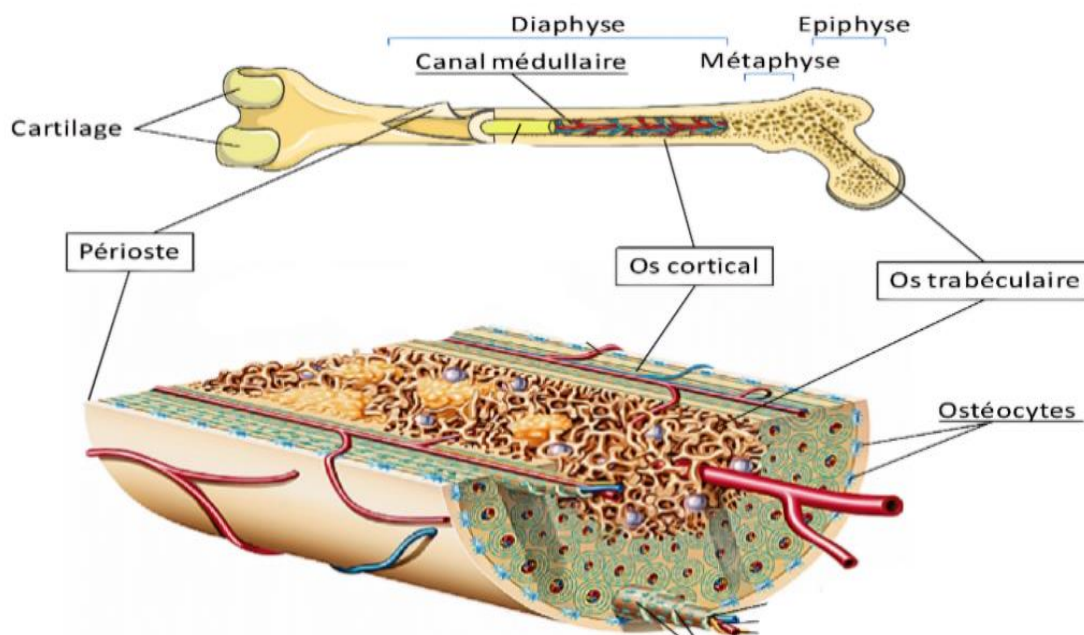


Figure I.1 : Tissu osseux.

### I.1.2. Importance du tissu osseux

Le tissu osseux joue un rôle crucial dans le soutien mécanique du corps, la protection des organes internes, et la régulation du métabolisme du calcium et du phosphore. En plus de

ses fonctions structurelles, le tissu osseux participe à la production de cellules sanguines dans la moelle osseuse rouge, un processus connu sous le nom d'hématopoïèse. De plus, l'os sert de réservoir pour divers minéraux, contribuant à l'équilibre minéral du corps. [2]

### I.1.3. Morphologie des os

#### I.1.3.1. Types morphologiques d'os

Il existe deux principaux types morphologiques d'os : les os compacts (ou os cortical) et les os spongieux (ou os trabéculaire). [2]

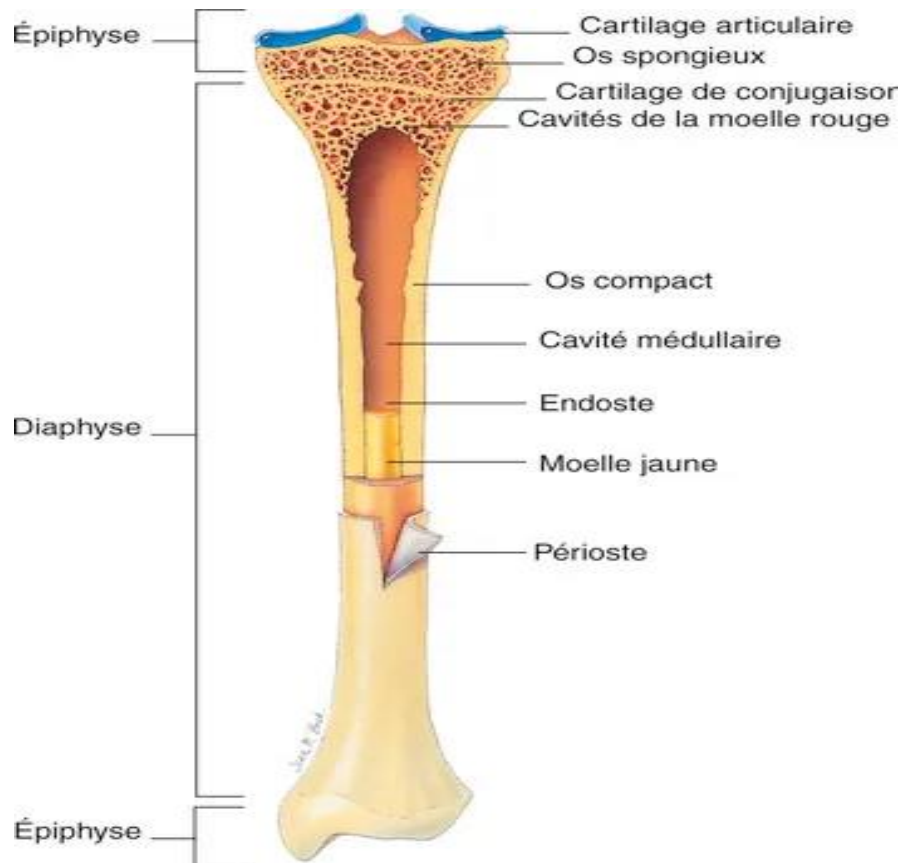
##### Os compact (os cortical)

- **Description** : L'os compact constitue la couche externe de tous les os et forme la majeure partie des os longs, tels que le fémur et l'humérus. Il est dense et solide, ce qui lui confère une grande résistance mécanique.
- **Structure** : L'os compact est constitué d'ostéons ou systèmes de Havers. Chaque ostéon est composé d'un canal central (canal de Havers) entouré de lamelles concentriques de matrice osseuse. Les ostéocytes sont logés dans de petites cavités appelées lacunes, situées entre les lamelles. Les canaux de Volkmann traversent les ostéons perpendiculairement, permettant la communication entre les différents canaux de Havers et la surface osseuse.
- **Fonction** : L'os compact fournit un soutien structurel et une protection, et il est essentiel pour la résistance aux forces de compression et de torsion.

##### Os spongieux (os trabéculaire)

- **Description** : L'os spongieux se trouve principalement aux extrémités des os longs et dans les os plats, tels que le bassin, les vertèbres et les côtes. Contrairement à l'os compact, il est léger et poreux.
- **Structure** : L'os spongieux est composé d'un réseau de trabécules, qui sont des lamelles osseuses minces et entrecroisées. Les espaces entre les trabécules sont remplis de moelle osseuse. Les trabécules sont orientées en fonction des contraintes mécaniques, ce qui permet à l'os spongieux de résister aux forces de compression et de tension.

- **Fonction** : L'os spongieux permet de réduire le poids total de l'os tout en maintenant sa résistance. Il joue également un rôle important dans l'hématopoïèse, la production de cellules sanguines dans la moelle osseuse rouge. [2]



**Figure I.2** : Structure de l'os.

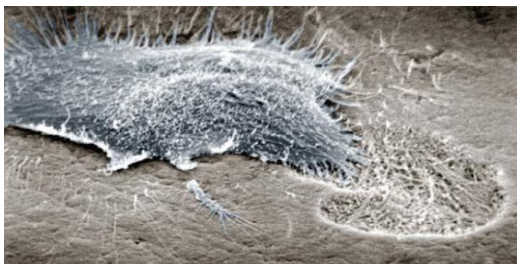
#### I.1.4. Composition du tissu osseux

##### I.1.4.1. Matrice extracellulaire

La matrice extracellulaire de l'os est composée de fibres de collagène, qui confèrent à l'os sa flexibilité et sa résistance à la traction, et d'une substance minérale sous forme de phosphate de calcium : l'hydroxyapatite, qui confère à l'os sa dureté et sa résistance à la compression. La matrice extracellulaire est continuellement remodelée par l'activité des ostéoblastes et des ostéoclastes, permettant à l'os de s'adapter aux différentes contraintes mécaniques et de réparer les dommages. [2]

### I.1.4.2. Les cellules osseuses

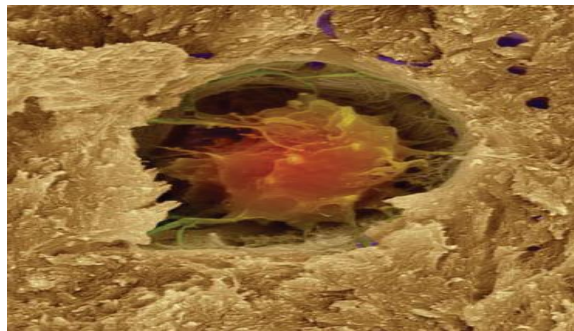
Les principaux types de cellules osseuses comprennent les ostéoblastes, les ostéocytes et les ostéoclastes. Les ostéoblastes sont responsables de la formation osseuse et sécrètent la matrice extracellulaire. Une fois enchâssés dans la matrice, ils deviennent des ostéocytes, qui maintiennent le tissu osseux et régulent le transport des nutriments et des déchets. Les ostéoclastes, par contre, sont de grandes cellules d'environ 2 à 5 par millimètre carré (mm<sup>2</sup>) responsables de la résorption osseuse, un processus essentiel pour le remodelage osseux et la régulation des niveaux de calcium dans le sang. [2]



(A)



(B)

**Figure I.3** : Les cellules osseuses [6]

(A) Ostéoclaste (B) ostéoblaste (C) ostéocyte

### I.1.5. Les Caractéristiques de l'os

Le tissu osseux possède des caractéristiques spécifiques dues essentiellement à sa microstructure et à sa composition minérale. [3]

**Tableaux.1 : Propriété mécanique du tissu osseux**

Propriétés	Os cortical	Os spongieux
Module d'élasticité	<b>18 - 20 GPa</b>	<b>0,1 - 2 GPa</b>
Résistance à la traction	<b>50 - 150 MPa</b>	<b>10 - 20 MPa</b>
Résistance à la compression	<b>130 - 220 MPa</b>	<b>2 - 12 MPa</b>
Résistance au cisaillement	<b>60 MPa</b>	<b>2 - 6 MPa</b>
Ténacité	<b>2 - 6 MPa·m<sup>1/2</sup></b>	<b>Non bien caractérisée</b>

**Tableaux.2 : Propriété physico chimique :**

Propriétés	Os cortical	Os spongieux
<b>Composition principale</b>	<b>Collagène et hydroxyapatite</b>	<b>Collagène et hydroxyapatite</b>
<b>Densité</b>	<b>1.8 - 2.0 g/cm<sup>3</sup></b>	<b>0.1 - 1.0 g/cm<sup>3</sup></b>
<b>Contenu minéral</b>	<b>Environ 70%</b>	<b>Environ 50%</b>
<b>Contenu organique</b>	<b>Environ 30%</b>	<b>Environ 50%</b>
<b>Porosité</b>	<b>5 - 10%</b>	<b>50 - 90%</b>
<b>Hydratation</b>	<b>Environ 10% (eau)</b>	<b>Environ 25% (eau)</b>
<b>Solubilité</b>	<b>Très faible</b>	<b>Légèrement plus élevée</b>
<b>pH</b>	<b>Neutre (environ 7.4)</b>	<b>Neutre (environ 7.4)</b>

**I.1.6. Le remodelage de l'os :**

Le remodelage osseux est un processus continu de résorption et de formation osseuses permettant le renouvellement du tissu osseux. Il est essentiel pour la réparation des micro-dommages, le maintien de l'intégrité structurelle de l'os, et la régulation des niveaux de calcium



et de phosphate dans le sang. Ce processus est orchestré par une interaction dynamique entre les ostéoblastes et les ostéoclastes. [3]

#### **I.1.6.1. Les phases du remodelage osseux :**

Le processus de remodelage osseux commence par l'activation des cellules, suivie par la résorption du tissu osseux. Ensuite, il y a une phase de réversion, puis une phase de formation et de quiescence.

**Activation** : Le remodelage commence par l'activation des ostéoclastes, souvent déclenchée par des signaux provenant de microfissures ou de stress mécanique.

**Résorption** : Les ostéoclastes dégradent la matrice osseuse minéralisée, libérant du calcium et du phosphate dans le sang.

**Inversion** : Cette phase transitoire implique la préparation de la surface osseuse résorbée pour la formation de nouveau tissu osseux.

**Formation** : Les ostéoblastes synthétisent et déposent une nouvelle matrice osseuse qui se minéralise progressivement pour restaurer la structure osseuse.

**Quiescence** : Une fois la formation osseuse terminée, l'os entre dans une phase de repos jusqu'à ce que de nouveaux signaux déclenchent un nouveau cycle de remodelage. [3]

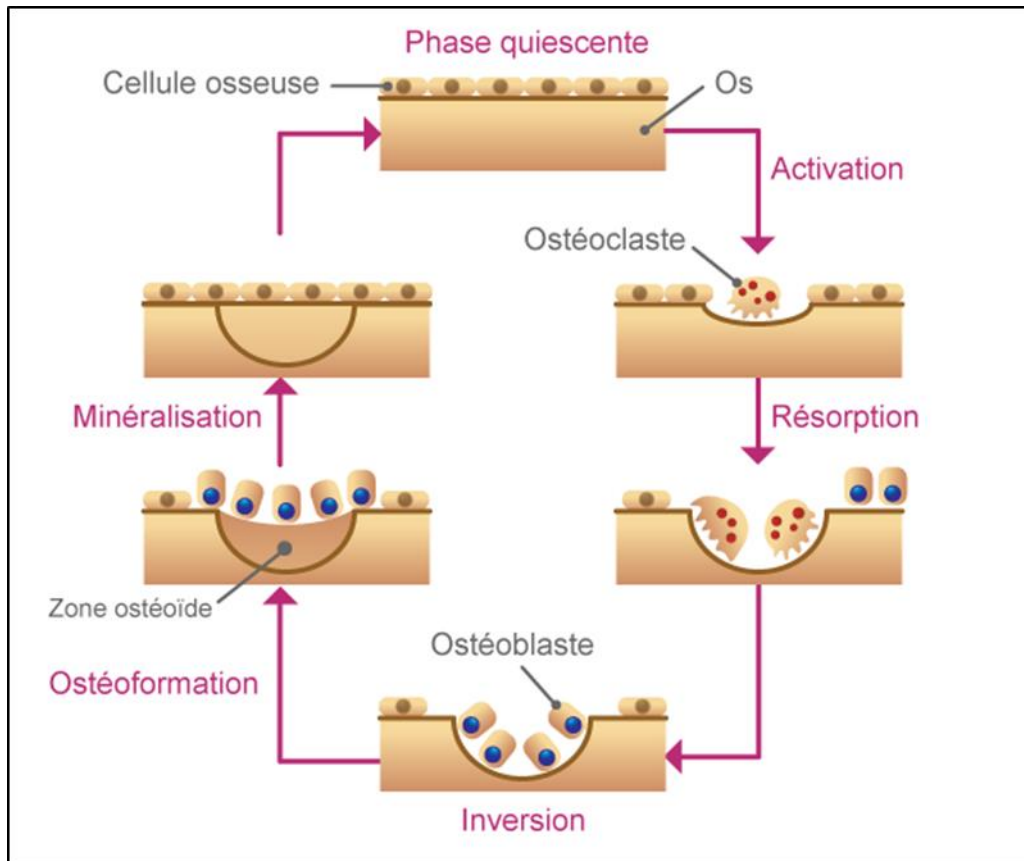


Figure I.4 : Les phases du remodelage osseux

### I.1.7. Les pathologies de l'os et traitement

#### ➤ Ostéoporose

- **Description** : Maladie caractérisée par une diminution de la densité minérale osseuse et une détérioration de la microarchitecture de l'os, augmentant le risque de fractures.
- **Symptômes** : Fractures fréquentes, douleur osseuse, diminution de la taille, posture voûtée.
- **Traitement nécessitant des substituts osseux** : Les substituts osseux sont utilisés pour renforcer les os fragilisés et stabiliser les fractures, particulièrement en cas de fractures vertébrales ou de la hanche. [4]

#### ➤ Ostéomyélite

- **Description** : Infection de l'os, généralement causée par des bactéries, qui peut provoquer une inflammation et une destruction de l'os. [4]

- **Symptômes** : Douleur osseuse intense, fièvre, gonflement et rougeur autour de l'infection.
- **Traitement nécessitant des substituts osseux** : A l'aide d'une intervention chirurgicale pour enlever les tissus infectés, des substituts osseux peuvent être utilisés pour combler les cavités osseuses et favoriser la régénération osseuse. [4]

➤ **Défauts osseux traumatiques**

- **Description** : Perte osseuse importante due à des traumatismes sévères tels que des accidents de la route ou des blessures par balle.
- **Symptômes** : Douleur intense, incapacité à bouger le membre affecté, instabilité osseuse. [4]

➤ **Tumeurs osseuses**

- **Description** : Croissance anormale de cellules dans les os, pouvant être bénigne ou maligne.
- **Symptômes** : Douleur osseuse, fractures pathologiques, gonflement et sensibilité dans la zone touchée.
- **Traitement nécessitant des substituts osseux** : Après Retrait chirurgicale de la tumeur, les substituts osseux sont utilisés pour remplacer les segments osseux retirés et restaurer la structure et la fonction de l'os. [4]

### I.1.8. Greffes osseuses :

#### I.1.8.1. Définition :

La greffe osseuse est une procédure chirurgicale visant à remplacer ou à augmenter les structures osseuses déficientes ou endommagées. Elle est couramment utilisée pour traiter des défauts osseux résultant de traumatismes, d'infections, de maladies dégénératives ou de tumeurs.

#### I.1.8.2. Types de greffes osseuses :

➤ **Autogreffe (Grefe autologue) : [5]**

**Description** : Utilisation de l'os du patient lui-même, généralement prélevé sur un site donneur comme le bassin (crête iliaque) ou le péroné.

- **Avantages** : Excellente compatibilité immunologique, pas de risque de transmission de maladies, bonne intégration et vascularisation.
- **Inconvénients** : Morbidité au site donneur, douleur post-opératoire, quantité limitée d'os disponible.

➤ **Allogreffe (Grefe allogénique) : [5]**

**Description** : Utilisation d'os provenant d'un donneur humain décédé, généralement fourni par des banques de tissus.

- **Avantages** : Pas de morbidité au site donneur, disponibilité en grande quantité, diverses formes disponibles (os spongieux, os cortical, etc.).
- **Inconvénients** : Risque de rejet immunologique, possible transmission de maladies, intégration et vascularisation potentiellement moins bonnes que l'autogreffe.

➤ **Xéno greffe (Grefe hétérologue) : [5]**

**Description** : Utilisation d'os provenant d'une espèce différente, souvent des animaux comme les bovins.

- **Avantages** : Disponibilité en grande quantité, pas de morbidité au site donneur humain.
- **Inconvénients** : Risque élevé de rejet immunologique, intégration et vascularisation généralement inférieures, risques de transmission de maladies inter espèces.

➤ **Grefe osseuse synthétique : [5]**

**Description** : Utilisation de matériaux synthétiques pour remplacer ou soutenir la régénération osseuse, tels que les hydroxyapatites, les tri calcium phosphates, les biocéramiques, les alliages métalliques et les polymères.

- **Avantages** : Pas de risque de transmission de maladies, disponibilité illimitée, pas de rejet immunologique.
- **Inconvénients** : Peut nécessiter une intégration biologique plus lente, peut ne pas avoir les mêmes propriétés mécaniques que l'os naturel.

## I.2. Les biomatériaux :

### Introduction

Jusqu'à nos jours, de nombreuses questions sont toujours sans réponse dont la difficulté la plus souvent rencontrée dans l'étude des biomatériaux est celle de la réponse de l'organisme vis-à-vis des implants. Cette réponse n'est pas toujours favorable à cause de nombreux problèmes qui peuvent apparaître après l'implantation. [6]

Cette science s'intéresse non seulement à l'élaboration de nouveaux matériaux utilisables en pratique clinique, mais aussi à l'évaluation de leur comportement globale dans le corps humain à plus ou moins long terme

Actuellement, les biomatériaux représentent, au niveau international, un enjeu social considérable (plus de 5 % de la population est porteuse d'un biomatériau implanté) et un enjeu économique très important. La demande continue d'augmenter et ça nécessite l'élaboration de nouveaux biomatériaux ayant une durée de vie plus importante. [7]

#### I.2.1. Définition générale :

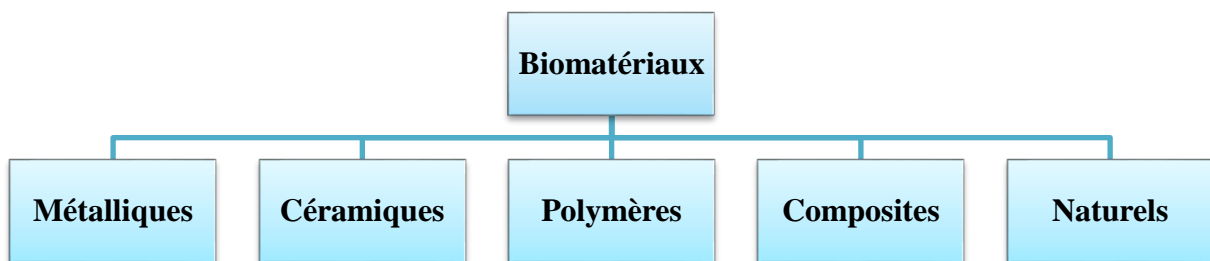
D'après la définition du consensus de Chester (1991) : « *Un biomatériau est un matériau destiné à être en contact avec les tissus vivants et/ou les fluides biologiques pour évaluer, traiter, modifier les formes ou remplacer tout tissu, organe ou fonction du corps. Ces matériaux doivent, d'une part satisfaire à des caractéristiques physicochimiques appropriées au site d'implantation et à la fonction à remplir, et d'autre part à être biocompatibles. La notion de biocompatibilité d'un biomatériau est définie par l'acceptation tissulaire de l'implant par l'organisme* » .[8]

Un biomatériau est un matériau appelé à travailler sous contrainte biologique, mais aussi et à la fois sous contrainte mécanique, chimique et biochimique. Il soutient ou remplace les fonctions de cellules ou de tissus humains. [9.10]

La chirurgie réparatrice et celle de la suppléance fonctionnelle constituent les domaines d'applications les plus importants des biomatériaux. [8]

### I.2.2. Classification des biomatériaux :

En générale, Les biomatériaux peuvent être classés lorsqu'ils restent neutres dans leur comportement vis-à-vis de l'environnement biologique et en biomatériaux actifs dans le cas contraire : c'est à dire lorsqu'ils ont la capacité d'interagir avec leur environnement. Il existe une grande diversité de biomatériaux et plusieurs classifications. La plus simple est une classification qui tient compte de leurs origines chimiques. Dans ce cas, on distingue quatre grandes catégories : ce sont les métaux, les polymères, les céramiques et les composites [11]



**Figure I.5 :** Classes des biomatériaux

#### I.2.2.1. Les biomatériaux métalliques :

Les biomatériaux métalliques sont couramment utilisés dans les applications médicales en raison de leurs bonnes propriétés mécaniques telles que leur résistance mécanique et leur ténacité élevées, ainsi que leur conductivité électrique et thermique [11.12].

Parmi les applications où les métaux sont utilisés figurent les dispositifs de fixation de fracture ; des plaques et vis métalliques sont largement utilisées pour maintenir en place des os fracturés (peuvent être enlevés ou laissés en place après guérison selon les cas), les implants articulaires et articulations de remplacement au niveau de la hanche ou du genou [12, 13].

Les propriétés des métaux peuvent être modifiées soit en s'alliant avec d'autres métaux, soit par traitement mécanique ou traitement thermique. Leur inconvénient principal est leur tendance à se corroder dans les fluides corporels. [14]



**Figure I.6 :** Prothèse métallique

#### **I.2.2.2. Les biomatériaux polymères :**

En général, les polymères sont légers et faciles à mettre en forme donc une capacité à avoir des formes très complexes, biodégradables ou permanent et résistant à l'adhérence de protéines ou au contraire modifiés pour encourager leur adhérence. Mais leurs propriétés mécaniques ne sont pas aussi élevées que celles des métaux ou des céramiques. De plus, les polymères ont une forte tendance à se dégrader de manière catastrophique dans le corps ou produire des dérivés toxiques avec le temps [15].



**Figure I.7 :** Biomatériau à base de polymères pour comblement osseux

### I.2.2.3. Les biomatériaux céramiques :

Les biomatériaux céramiques sont constitués d'une combinaison d'éléments métalliques et non métalliques (oxydes, carbures et nitrures). Ils sont généralement très stables et ne tendent pas à réagir avec l'environnement. Elles incluent des oxydes (alumine et zircon), des carbures (silicium, tungstène), des borures, des nitrures, des sulfures. Les céramiques se caractérisent par une température de fusion élevée, une rigidité, une résistance à la chaleur et à la corrosion, et une fragilité qui déterminent leur domaine d'application. [15]

Les biomatériaux céramiques sont rigides, très durs et très résistants à la compression. Leur principal inconvénient est leur faible résistance aux chocs et leur fragilité et de pouvoir se dissoudre de manière catastrophique ainsi que la difficulté de mise en œuvre. En outre, ils ont tendance à être coûteux et sont généralement plus difficiles à fabriquer. Les céramiques sont utilisées comme revêtements ou comme des composants des implants dentaires et orthopédiques [15, 16]



**Figure I.8 :** Tête fémorale d'une prothèse en céramique

- **Les biomatériaux céramiques inertes ( $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ ) :**

L'alumine ( $Al_2O_3$ ) et la zircon ( $ZrO_3$ ), sont des matériaux stables dans le temps, très durs et très fragiles, et de très grande pureté, de haute densité, de résistance en flexion très élevée, ils possèdent une faible capacité de déformation et d'absorption des chocs, ils présentent une haute biocompatibilité (empêchant le rejet, pas de risque d'infection, de réaction immunitaire ou inflammatoire et stables dans le temps) et leurs caractéristiques mécaniques élevées font d'eux les éléments de prothèses orthopédiques (hanche, genou, épaule) et de prothèses dentaires (couronnes, bridges).

- **Les céramiques poreuses :**



L'idée derrière l'utilisation de céramiques poreuses est la possibilité de croissance de l'os dans les pores de la céramique et même au travers de ceux-ci. La très grande surface de contact ainsi développée entre l'implant et le tissu permet d'obtenir une liaison interfaciale très forte assurant le succès de l'implant. Pour que le tissu osseux puisse se développer au sein de la céramique poreuse, celle-ci doit présenter des pores de taille suffisante. Il faut non seulement que les cellules osseuses (ostéoblastes, ostéoclastes) puissent coloniser le matériau, mais aussi que puisse se mettre en place un réseau de vascularisation alimentant ces tissus [17].

La porosité est à l'origine d'une diminution importante des propriétés mécaniques de la céramique poreuse limitant donc son utilisation à des zones bien précises (traitement de surface de prothèse métalliques) ou dans des sites où il n'y a pas ou peu de contraintes mécaniques. En pratique, on rencontre souvent des revêtements en hydroxyapatite sur les prothèses métalliques et l'utilisation de phosphate de calcium poreux comme matériau de comblement [17].

- **Les céramiques bioactives et biorésorbables :**

Un matériau bioactif est un matériau capable de créer de fortes interactions avec des tissus vivants. Il existe essentiellement deux catégories de céramiques bioactives : les céramiques phosphocalciques et les bio verres. [18]

Ces céramiques ont été développées afin que leurs caractéristiques chimiques tendent vers celles de l'os, elles doivent présenter une composition chimique la plus proche possible de celles de l'os naturel. Des travaux récents ont montré que les matériaux céramiques et les verres à base de phosphore et de calcium présentent une excellente bio activité. En effet, de structures et de rapport calcium sur phosphore (Ca/P) (de l'ordre de 1,67 pour l'hydroxyapatite et de 1,5 pour les phosphates tricalciques) comparables à ceux de la matière osseuse (l'os contient 60 à 70 % d'hydroxyapatite), les céramiques hydroxyapatites (HAP) et phosphates tricalciques (TCP) de formules chimiques respectives :  $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3(\text{OH})$  et  $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ , sont essentiellement utilisés comme revêtements. Ce revêtement a pour rôle de faciliter l'incorporation de la prothèse dans le tissu humain sans ciment. [19.20]

#### **I.2.2.4. Les biomatériaux composites :**

Les biomatériaux composites sont constitués de deux matériaux ou plus des groupes précédents (métallique, polymère, céramique), insolubles l'un dans l'autre, qui sont combinés dans le but d'obtenir un matériau qui possède certaines propriétés. Les composites peuvent être

adaptés en sélectionnant la combinaison la plus appropriée dans chaque cas. Les principaux défis des matériaux composites sont l'homogénéité des propriétés et le prix élevé.

Les matériaux composites sont utilisés en dentisterie et dans les dispositifs de fixation de la colonne vertébrale [21].

#### I.2.2.5. Les biomatériaux naturels :

Les biomatériaux naturels dérivent d'animaux ou de plantes. Leur structure ressemble plus étroitement à la structure des tissus humains qu'à la plupart des matériaux synthétiques, ce qui offre un potentiel plus élevé pour une meilleure intégration dans le corps [22]. Ils ont été utilisés dans des applications tels que le remplacement de la peau, les vaisseaux sanguins artificiels et les greffes osseuses [14]. On trouve parmi ceux-ci :

- La chitine (polysaccharide extrait des coquilles de crabe),
- Les fucanes (polysaccharides extraits des algues marines),
- Les dextrans et autres polysaccharides fonctionnalisés,
- La cellulose (traditionnellement utilisée pour les membranes de dialyse),
- Le corail,
- Le collagène d'origine animale. [14]

**Tableaux I.3 :** Classes des biomatériaux (Avantages, inconvénients et exemples d'application).

Classes	Avantages	Inconvénients	Exemple d'application
<b>Métalliques</b>	- Dure. - Ductile. - résistance mécanique. - Mise en forme.	- Corrosion (enzymes, acides). - Toxicité. - Densité élevée.	- Orthopédie articulations. - Implants dentaires. - Stimulateur cardiaque.
<b>Céramiques</b>	- Biocompatibles. - Inertes. - Résistants à la compression.	- Mise en œuvre. - Résilience. - Peuvent entraver la croissance osseuse.	- Revêtement dentaire. - Implant orthopédique.
<b>Polymères</b>	- Facile à fabriquer et à modifier. - Biodégradables. - Flexibles et rigides.	- Faible Résistance mécanique. - Ils peuvent également absorber des nutriments	- Joint d'articulation des prothèses articulaires hanche et genou. - Implant de racine dentaire.

		importants et de l'eau provenant du sang. - Peuvent se dégrader de manière catastrophique dans le corps ou produire des dérivés toxiques.	
<b>Composites</b>	- Forts tout en étant léger. - Faible densité. - Résistance à la corrosion.	- Coût élevé. - Difficulté de mise en forme	- Amalgame dentaire. - Implants orthopédiques poreux. - Plaques de renfort osseux.
<b>Naturels</b>	- Faible incidence de toxicité ou d'inflammation. - Peut se dégrader dans le corps via des enzymes naturelles.	- Coût élevé lié à la difficulté de les produire ou de les isoler. - Grande variabilité naturelle.	- La chirurgie esthétique, pansements, ingénierie tissulaire, échafaudage cellulaire.

### I.2.3 Biomateriaux pour comblement osseux :

Les biomateriaux sont définis comme des matériaux travaillant sous contrainte biologique, voués au remplacement d'une fonction ou d'un organe, ils sont présents dans de très nombreuses stratégies thérapeutiques. Les biomateriaux partagent avec le médicament les exigences de sécurité, fiabilité, reproductibilité. Ils doivent être considérés comme des « matériaux avancés », mais avec la dimension supplémentaire de la biocompatibilité, qui leur impose des capacités d'intégration dans un environnement biologique. [23]

### I.2.4. Propriétés des biomateriaux pour comblement osseux :

Les biomateriaux destinés au comblement et remplacement osseux doivent idéalement répondre à plusieurs critères pour être intégrés et durer dans un organisme vivant. Ces principales propriétés sont :

- **Biocompatibilité** : Un matériau est biocompatible s'il est accepté par le système immunitaire et ne cause pas d'inflammation ni de dommages aux tissus environnants.

[24]

- **Bioactivité :** Un implant est bioactif lorsqu'il peut interagir positivement avec l'organisme en formant des liens directs avec les tissus sans provoquer d'inflammation. Cette capacité dépend de ses propriétés physico-chimiques, mécaniques, morphologiques et biologiques. [24]
- **Porosité :** La porosité permet aux vaisseaux sanguins et aux cellules de pénétrer le biomatériau, ainsi qu'au transport des facteurs de croissance et des nutriments, et à l'évacuation des déchets métaboliques. La présence de micropores ( $\leq 10 \mu\text{m}$ ), de macropores ( $\geq 100 \mu\text{m}$ ) et de pores interconnectés augmente la surface spécifique, la rugosité et la résorbabilité du biomatériau. Selon certains auteurs, pour une bonne circulation des fluides biologiques, les interconnexions doivent avoir un diamètre de 20 à 50  $\mu\text{m}$  et les macropores doivent mesurer entre 300 et 600  $\mu\text{m}$ . [24]
- **Ostéoconduction :** L'ostéoconduction est la capacité d'un matériau à favoriser la repousse osseuse lorsqu'il est placé en site osseux. Elle permet aux vaisseaux sanguins et aux cellules de pénétrer depuis le tissu environnant jusqu'à la surface et dans les pores du matériau. Cette propriété dépend en partie de la taille des pores du biomatériau. [24]
- **Ostéoinduction :** L'ostéoinduction est définie par la SOFROT (Société Française de Recherche Orthopédique) comme « la capacité du matériau à induire la différenciation cellulaire pour synthétiser la matrice osseuse minéralisable (recrutement, différenciation et prolifération des cellules souches) » Cette propriété favorise la formation de nouveau tissu osseux en dehors des zones naturelles, grâce à la présence de facteurs de croissance comme les BMPs (Bone Morphogenetic Proteins). [24]
- **Stabilité et résistance mécanique :** La stabilité mécanique est un paramètre crucial qui influence fortement les processus de réparation osseuse. Il est essentiel de maintenir un soutien et un contact constant entre les tissus endommagés et l'implant. Les propriétés mécaniques requises pour le substitut dépendent de l'application spécifique, de son emplacement, des conditions d'implantation et de la nature de l'os remplacé. De plus, il est important de prendre en compte la distribution des contraintes mécaniques entre l'os et l'implant. En effet, pour que le tissu osseux puisse se régénérer et permettre l'ostéointégration de l'implant, une stimulation mécanique est nécessaire. L'idéal serait

de disposer d'un substitut osseux aux propriétés mécaniques similaires à celles de l'os qu'il remplace. [24]

**Chapitre II :**  
**Matériaux et techniques**  
**expérimentales**

### II.1. Introduction :

Ce chapitre présente les différentes techniques et méthodes expérimentales utilisées pour la caractérisation et la mise en forme des poudres de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) obtenues à partir des coquillages de Cauris. La première section détaille le processus d'élaboration de la poudre, incluant le broyage et l'analyse granulométrique par diffraction laser, suivie de la mise en forme de la poudre sous forme de pastilles. Ensuite, les méthodes de caractérisation physico-chimique et microstructurale des échantillons sont exposées. Enfin, les propriétés mécaniques des pastilles sont évaluées.

### II.2. Coquillage cauris :

Le cauri ou porcelaine-monnaie (*Monetaria moneta* ou *Cypraea moneta*) est une espèce de coquillages de la famille des Cypraeidae (les « porcelaines »). Très connus et employés déjà il y a des milliers d'années pendant la Préhistoire comme monnaie et comme ornement en Asie et en Afrique, ils continuent aujourd'hui à être utilisés comme bijoux ou objets de décoration. [31]



**Figure.II.1** : Coquillage de Cauris.

### II.3. Elaboration de la poudre

#### II.3.1. Broyage :

Des poudres de taille très fine de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) ont été élaborées à partir des coquillages de Cauris par le procédé d'élaboration de poudre dit « Broyage » en

utilisant un broyeur de type « FRITSCH pulverisette 9 » du laboratoire LTMGP de l'université de Bejaïa.

Avant l'opération de broyage, les coquillages ont été nettoyés à l'eau distillée et séchés à l'air libre pour éliminer les poussières et les matières organiques, cette préparation est très utile pour s'assurer de la bonne composition de la poudre obtenue après broyage. Puis, un lot de 500g de coquillages a été placé dans une enceinte, par la suite les coquillages ont été broyés pendant 6 minute à une vitesse de 900 oscillations par minute.



**Figure.II.2** : Broyeur FRITSCH pulverisette 9.

### II.3.2. Tamisage :

En suite notre poudre a été tamisée avec un tamiseur du laboratoire LTMGP , le tamisage permet de séparer les particules en fonction de leur taille, assurant ainsi une distribution granulométrique uniforme. Cette uniformité est essentielle pour certaines applications biomédicales où la taille des particules peut influencer significativement les performances du biomatériau. De plus, le processus de broyage peut introduire des impuretés ou des particules de taille indésirable. Le tamisage aide à éliminer ces impuretés, garantissant ainsi la pureté du produit final.





Figure II.3 : Tamiseur.



Figure II.4 : Poudre obtenue après broyage.

#### II.4. Caractérisation de la poudre

En suite notre poudre a été caractérisé par 3 méthode de caractérisation ont commencent par :

##### II.4.1. Analyse de la taille des grains des poudres

Les poudres obtenues ont été caractérisées par un granulomètre laser pour mesurer la distribution de sa taille. Un granulomètre de type FRITSCH du laboratoire de génie des procédés de l'université de Bejaia a été utilisé.



**Figure II.5 :** Granulomètre laser FRITSCH

Les résultats ont été récupérés sous forme d'un fichier Excel donnant la distribution de la taille des grains des poudres et les données numériques ont été traité et tracé par un logiciel dit Origin-Lab.

### **II.4.1.1. Principe de la granulométrie laser :**

La granulométrie laser est une méthode utilisée pour déterminer la distribution de la taille des particules dans un échantillon en utilisant la diffraction de la lumière laser. Lorsque le faisceau laser traverse l'échantillon, les particules diffusent la lumière à des angles qui varient en fonction de leur taille : les petites particules diffusent la lumière à des angles plus grands, tandis que les grandes particules la diffusent à des angles plus petits. Des détecteurs placés autour de l'échantillon captent cette lumière diffractée, et les données sont analysées à l'aide de modèles mathématiques (comme la théorie de Mie ou de Fraunhofer) pour établir une distribution granulométrique. Cette technique est rapide, précise, et capable de mesurer une large gamme de tailles de particules, ce qui en fait un outil essentiel dans de nombreux domaines industriels et scientifiques.

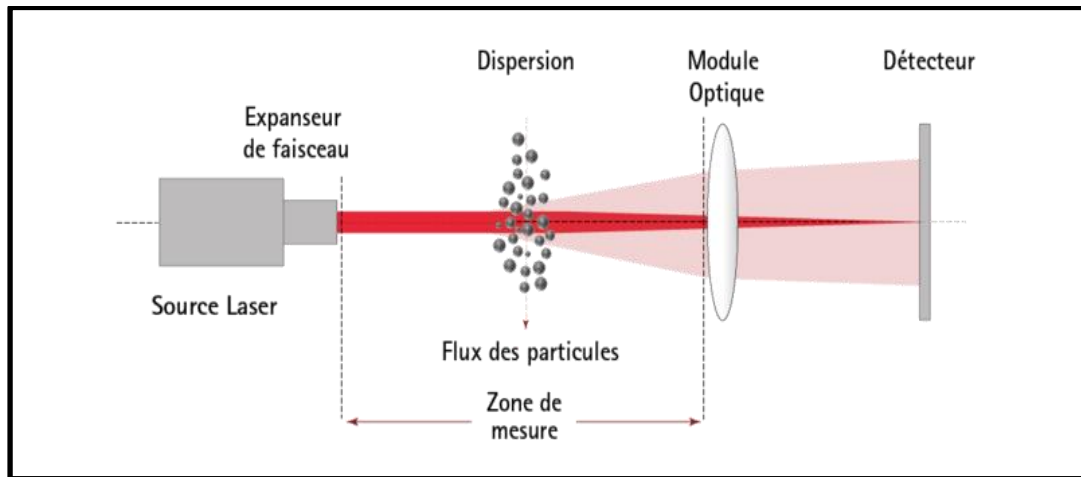


Figure II.6 : Principe de la granulométrie laser.

#### II.4.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier :

Un échantillon de poudre a été caractériser par un spectromètre de type « IRAffinity - 1 » du laboratoire de chimie.

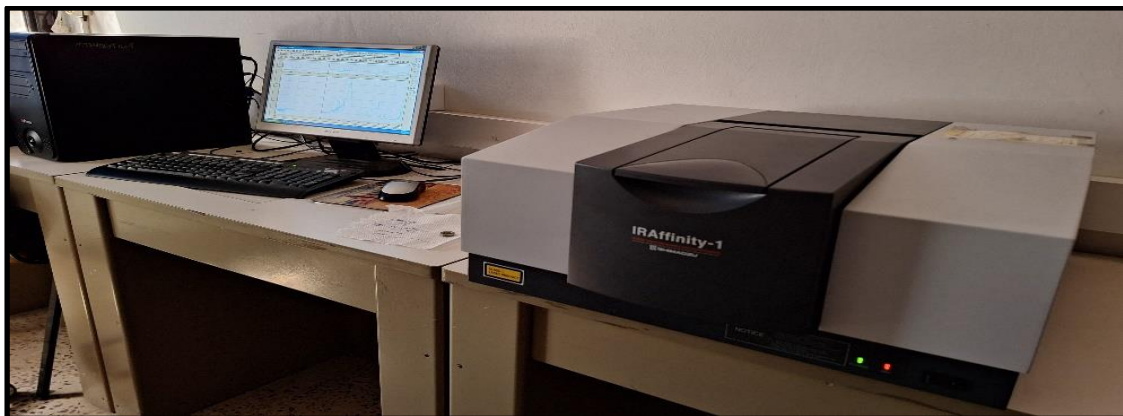
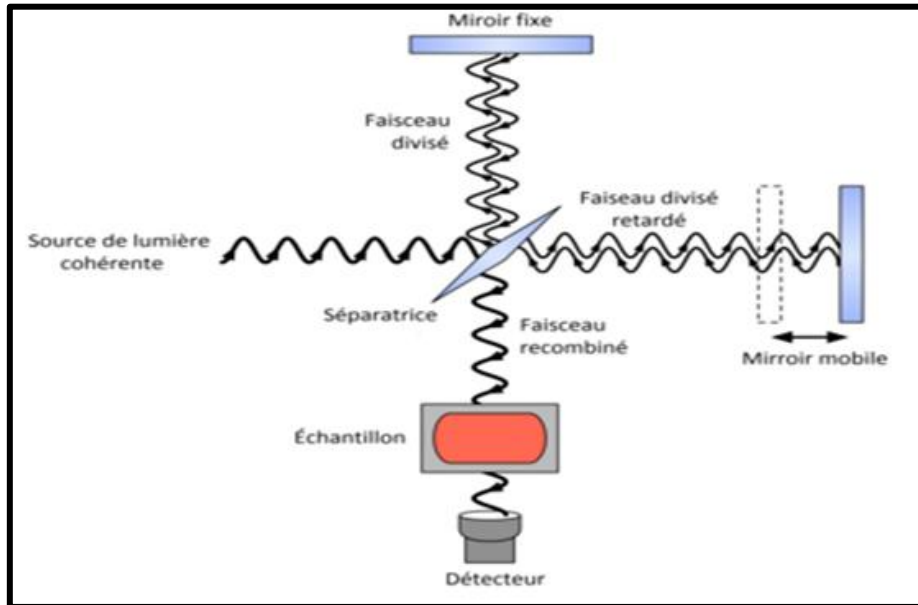


Figure II.7 : Spectromètre infrarouge a transformée de Fourier « IRAffinity -1 »

##### II.4.2.1. Principe de la Spectroscopie infrarouge :

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est un procédé d'analyse physico-chimique qui sonde les liaisons chimiques entre les noyaux atomiques et leurs arrangements. Cette technique permet d'accéder directement à l'information moléculaire, à la nature chimique et à l'organisation structurale des matériaux analysés. Sous l'effet du rayonnement infrarouge IR, les molécules d'un échantillon analysé vont subir des changements d'état vibrationnel, à des fréquences de vibration caractéristique de chaque groupement moléculaire.

Cette technique d'analyse basée sur l'analyse vibrationnel, non destructive, qualitative et peut être quantitative. Les spectromètres représentent l'atténuation de l'énergie de radiation que l'échantillon absorbe en fonction des nombres d'onde (en  $\text{cm}^{-1}$ ), permet l'identification des liaisons chimique et une évaluation de leur concentration. [25]



**Figure II.8 :** Schéma principe de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

#### II.4.3. Caractérisation par ATG :

Une poudre de 16g a été caractérisée par analyse thermogravimétrique (ATG) au laboratoire CRAPC de l'Université de Béjaïa, en utilisant des paramètres spécifiques. La vitesse de chauffage choisie est de  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$  par minute, avec une température maximale de  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ .



**Figure II.9 :** thermogravimétrie (ATG)

### II.4.3.1 Principe ATG :

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique analytique utilisée pour mesurer les variations de masse d'un échantillon en fonction de la température ou du temps, lorsqu'il est soumis à un programme de température contrôlée dans une atmosphère spécifiée. Cette méthode est couramment utilisée pour étudier les propriétés thermiques des matériaux, telles que la décomposition, l'oxydation, et la perte de solvants ou d'humidité.

Dans une caractérisation ATG, un échantillon est placé dans une balance thermogravimétrique, qui est ensuite insérée dans un four. La température du four subit une croissance selon un programme prédéterminé, et la masse de l'échantillon est continuellement mesurée avec une grande précision. Les variations de masse sont enregistrées en fonction de la température ou du temps.

Les applications de l'ATG incluent la caractérisation des matériaux, l'analyse de la composition, l'étude de la stabilité thermique, et l'évaluation des réactions de dégradation. Par exemple, l'ATG peut être utilisée pour déterminer la température à laquelle un matériau commence à se décomposer, identifier la perte de masse due à l'évaporation de solvants ou d'eau, ou analyser la formation de résidus après combustion [26]

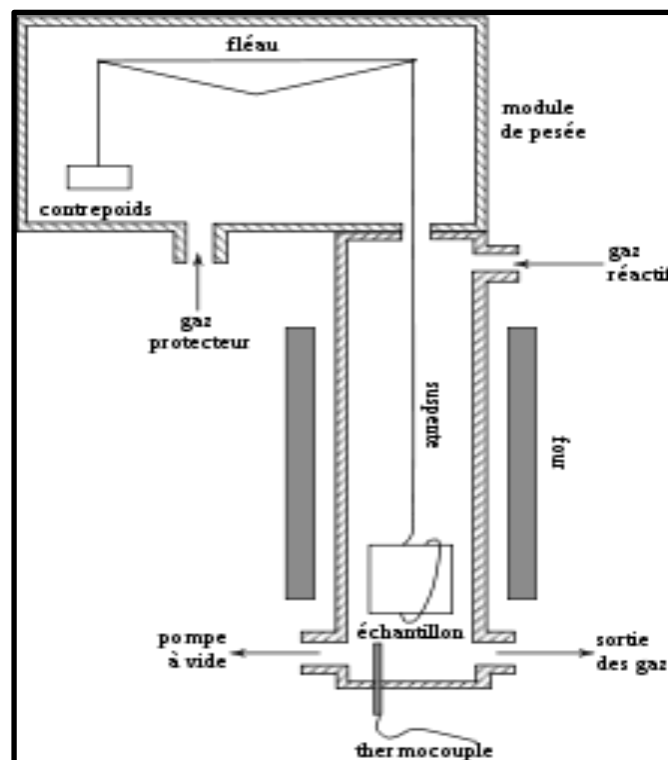


Figure II.10 : schéma principe de l'ATG

### II.5. Élaboration de pastille

Des pastilles cylindriques de diamètre 13.5 mm et de longueur de 5 mm ont été fabriquées au moyen d'une presse hydraulique du laboratoire LTMGP de l'université de Bejaia en utilisant une pression de 3 à 4 tonnes (KG x 1000) pendant un temps de maintien de 2 minutes et 30 secondes.



**Figure II.11** : Presse hydraulique Specac.



**Figure II.12**: mise en forme des pastille

**II.5.1. Traitement thermique :**

Pour évaluer l'impact de différentes températures sur les propriétés des pastilles de cauris, nous avons mis en place une procédure de traitement thermique différentiel. Huit pastilles de cauris, soigneusement nettoyées et séchées, ont été divisées en quatre groupes de deux pastilles chacun. Chaque groupe a été soumis à une température spécifique : 450°C, 500°C, et 550° et le dernier n'ayant pas subi de traitement thermique, toutes maintenues pendant une durée de trois heures.

Le traitement thermique a été effectué dans un four à haute température, avec les pastilles placées dans des contenants résistants à la chaleur. Une fois le traitement terminé, les pastilles ont été laissées à refroidir lentement dans le four éteint jusqu'à ce qu'elles atteignent la température ambiante.

Après refroidissement, les pastilles ont été retirées du four à l'aide de pinces et de gants de protection. Elles ont ensuite été inspectées pour évaluer les modifications de leur structure, couleur et intégrité. Cette procédure a pour objectif de fournir des données comparatives sur les effets des différentes températures sur les pastilles de cauris, en notant les observations pour chaque groupe afin d'analyser les éventuelles améliorations ou détériorations de leurs propriétés.



**Figure II.13 :** four du hall technologie

**II.5.1.1. Principe traitement thermique :**

Le traitement thermique est un procédé consistant à chauffer et refroidir un matériau de manière contrôlée afin de modifier ses propriétés physiques et mécaniques sans changer sa

forme. Ce procédé est couramment utilisé pour améliorer la dureté, la ductilité, la résistance à la corrosion, et d'autres caractéristiques des matériaux, notamment les métaux et les céramiques.

Le processus de traitement thermique commence par le chauffage du matériau à une température spécifique dans un four à haute température. La température cible dépend du matériau et des propriétés souhaitées. La vitesse de chauffage doit être contrôlée pour éviter les contraintes thermiques, qui pourraient provoquer des fissures ou des déformations.

Une fois la température cible atteinte, le matériau est maintenu à cette température pendant une période déterminée pour permettre les transformations microstructurales. La durée du maintien dépend du matériau et des propriétés désirées. Ensuite, le matériau est refroidi à une vitesse contrôlée. Le mode de refroidissement, qu'il soit lent, rapide (trempe à l'eau, à l'huile ou à l'air), varie en fonction des propriétés mécaniques souhaitées [27]

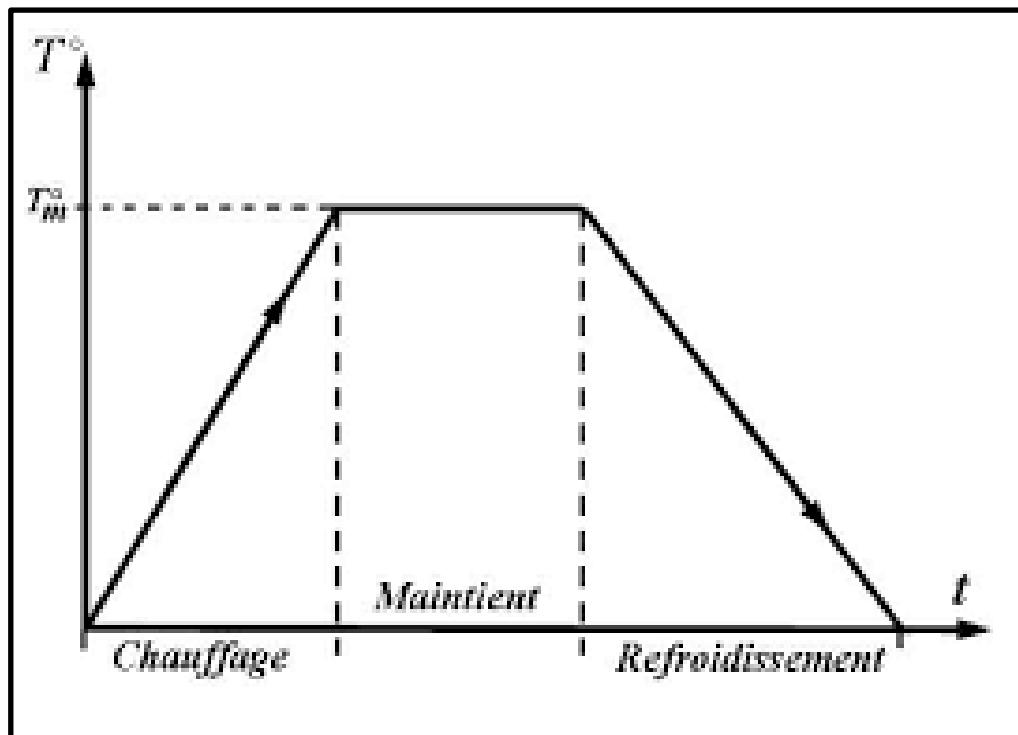


Figure II.14 : Principe traitement thermique

## II.6. Caractérisation des pastilles

### II.6.1. Caractérisation de la Microstructure par un Diffractomètre à rayon X

Les 4 pastilles ayant subies les différents traitements thermiques (et sans traitement) ont été caractérisées pour déterminer leurs propriétés structurales en utilisant un diffractomètre aux rayons X du centre de recherche scientifique en Analyses physico -chimiques CRAPC de Bejaia.





**Figure II.15 :** Diffractomètre à rayons X

#### II.6.1.1.Principe du DRX :

La diffraction des rayons X est une technique de caractérisation physique, utilisée dans de nombreux domaines de la science des matériaux. Cette analyse permet de déterminer les propriétés structurale et microstructurale tel que la phase, la symétrie cristalline, les paramètres de la maille, la composition, la grosseur moyenne des grains...etc. [28]

La réalisation de toutes ces analyses est effectuée par un diffractomètre qui donne l'intensité des rayons X diffracté en fonction de l'angle de diffraction. [28]

La diffraction a lieu lorsque la relation de Bragg est vérifiée :

$$2 d. \text{Sin}\theta = n. \lambda$$

Avec :

d : distance interarticulaire, c'est-à-dire la distance entre deux plans cristallographiques.

$\theta$  : angle d'incidence des rayons X sur la surface du matériau étudié (angle de Bragg).

n : ordre de la réfraction.

$\lambda$  : longueur d'onde du faisceau de rayons X. [28]

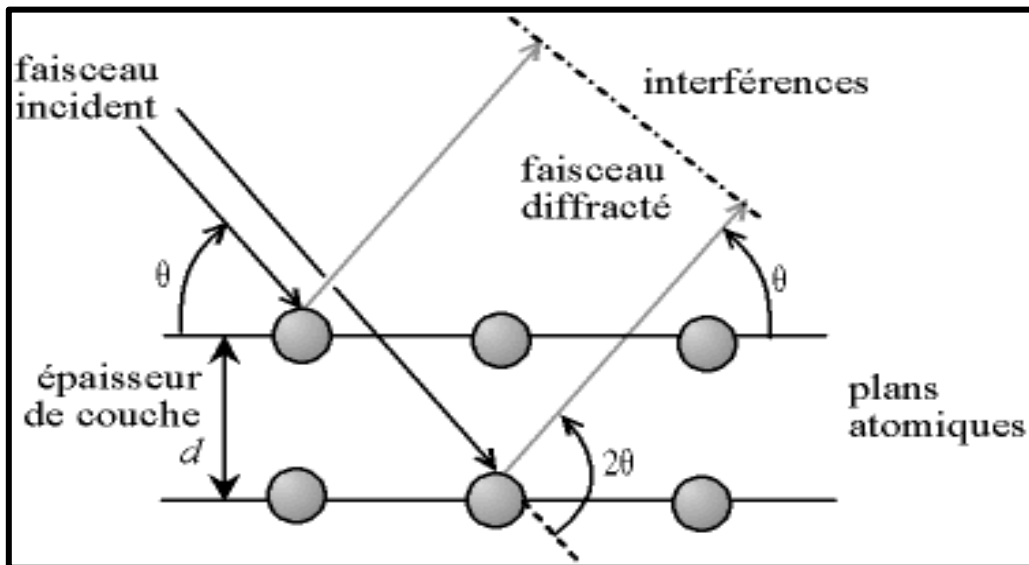


Figure II.16 : Schéma de détermination de la loi de Bragg.

- **Principe de fonctionnement du diffractomètre :**

Comme tous les appareils utilisant les rayonnements corpusculaires ou photoniques, le diffractomètre est constitué de trois éléments fondamentaux :

- La source du rayonnement (tube à rayons X).
- Le porte échantillon.
- Le système de détection. [28]

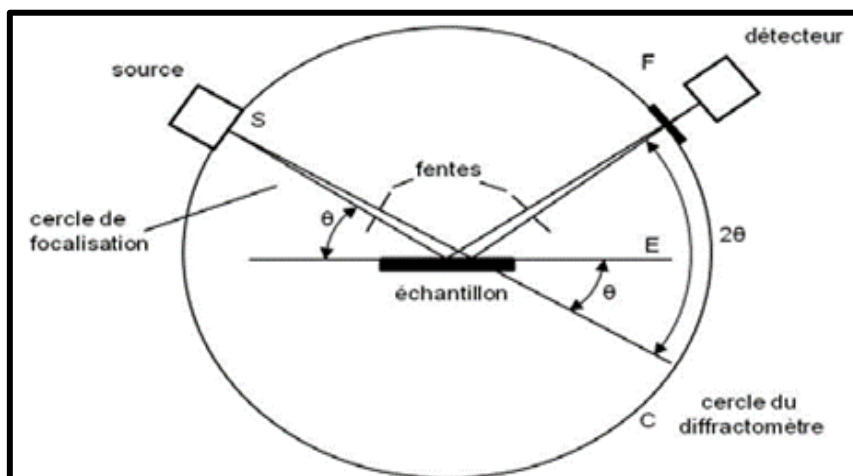


Figure.II.17 : Schéma de fonctionnement d'un diffractomètre.

### II.6.2. Fluorescence X :

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale qui permet l'identification et la détermination de la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon.

Cette technique peut être utilisée pour des matériaux très variés : minéraux, céramiques, ciments, métaux, huiles, eau, verres... sous forme solide ou liquide. [29]



Figure.II.18 : Fluoromètre.

#### II.6.2.1. Principe de la fluorescence X

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. C'est le phénomène de fluorescence X qui est une émission secondaire de rayons X, caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique. [29]

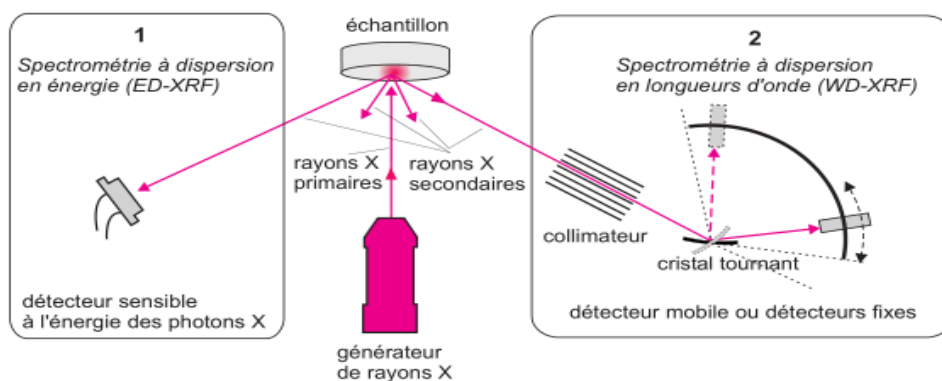


Figure.II.19 : Principe de la fluorescence

### II.6.3. Caractérisation mécanique :

Afin de caractériser le comportement mécanique des poudres de cauris, des tests brésiliens ont été réalisés sur nos pastille et ce afin de déterminer les propriétés mécaniques de notre matériau et de voir l'influence des traitements thermique sur ces derniers.

Les tests ont été réalisés à l'Université de Sétif avec la machine de traction ZWICK ROELLE, les paramètres de l'essai sont les suivants :

Pré charge : 2 N

Vitesse de l'essai : 0.0001 mm /s

#### II.6.3.1. Définition de l'essai Brésilien :

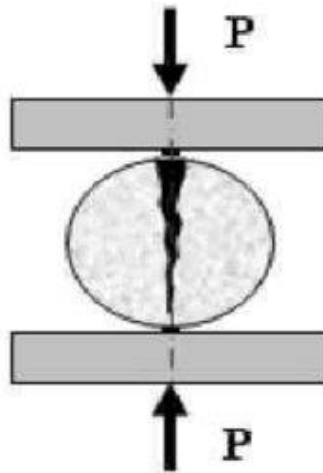
L'essai brésilien, également connu sous le nom d'essai de traction par compression diamétrale, est une méthode couramment utilisée pour déterminer la résistance à la traction des matériaux fragiles, tels que les roches, les bétons et les céramiques. Il s'agit d'une technique indirecte qui permet de mesurer la résistance à la traction en appliquant une charge compressive sur un échantillon cylindrique le long de son diamètre.[30]



**Figure II.20 :** Machine de traction ZWICK ROELLE

**II.6.3.2. Principe de l'essai Brésilien :**

C'est une charge compressive le long du diamètre d'un échantillon cylindrique. Cette charge génère une contrainte de traction dans la direction perpendiculaire à la force appliquée. Lorsque la contrainte de traction atteint la résistance du matériau, une fissure se forme et se propage, entraînant la rupture de l'échantillon. La résistance à la traction du matériau est ensuite calculée à partir de la charge maximale appliquée avant la rupture. [30]



**Figure II. 21** : Schéma de l'essai Brésilien

# **Chapitre III :**

## **Résultats et discussions**

### III.1. Caractérisation de poudre de coquillage de cauris :

#### Introduction :

Ce chapitre présente les résultats des analyses effectuées sur les poudres de coquillage de cauris et les pastilles élaborées à partir de ces dernières. Les techniques de caractérisation incluent la granulométrie, l'analyse thermogravimétrique (ATG) et la spectroscopie infrarouge pour ainsi que fluorescence des poudres, ainsi que la diffraction des rayons X (DRX) et les essais mécaniques pour les pastilles. Les analyses visent à évaluer la distribution granulométrique, la stabilité thermique, la composition chimique et les compositions ainsi que les transformations structurales des matériaux. Les résultats obtenus permettront de déterminer l'impact des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et structurales des pastilles, et d'évaluer leur potentiel pour des applications en substitution osseuse.

#### III.1.1. Granulométrie :

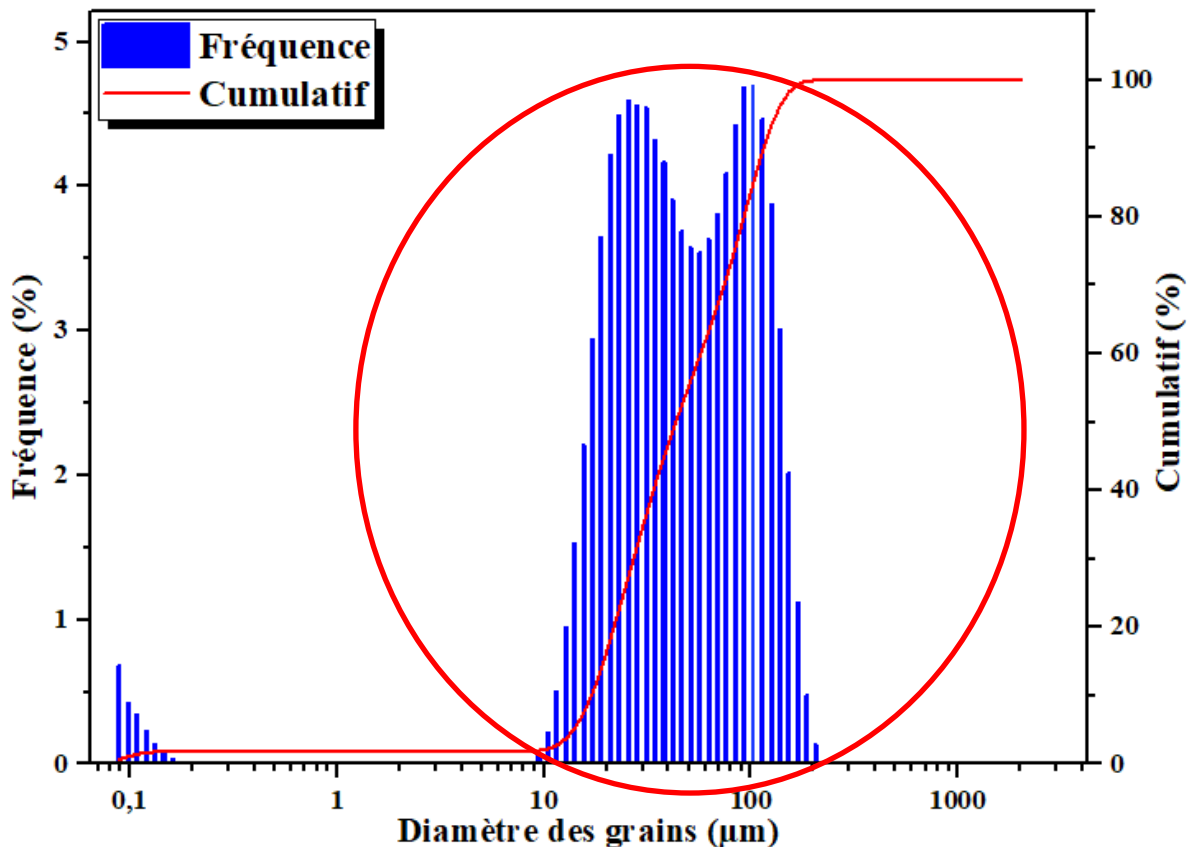


Figure III.1 : Courbe granulométrique (originelab)

La figure III. 2 montre le graphe de granulométrie qui représente la distribution des diamètres des grains en deux parties : la fréquence des grains de différentes tailles (barres bleues) et la distribution cumulative de ces tailles (courbe rouge).

L'axe des X, en échelle logarithmique, montre le diamètre des grains en micromètres ( $\mu\text{m}$ ), allant de  $0,1 \mu\text{m}$  à plus de  $1000 \mu\text{m}$ . L'axe des Y à gauche indique la fréquence en pourcentage, représentant la proportion de grains de chaque taille spécifique. L'axe des Y à droite montre le pourcentage cumulé des grains, c'est-à-dire la proportion totale de grains ayant un diamètre inférieur ou égal à une certaine valeur.

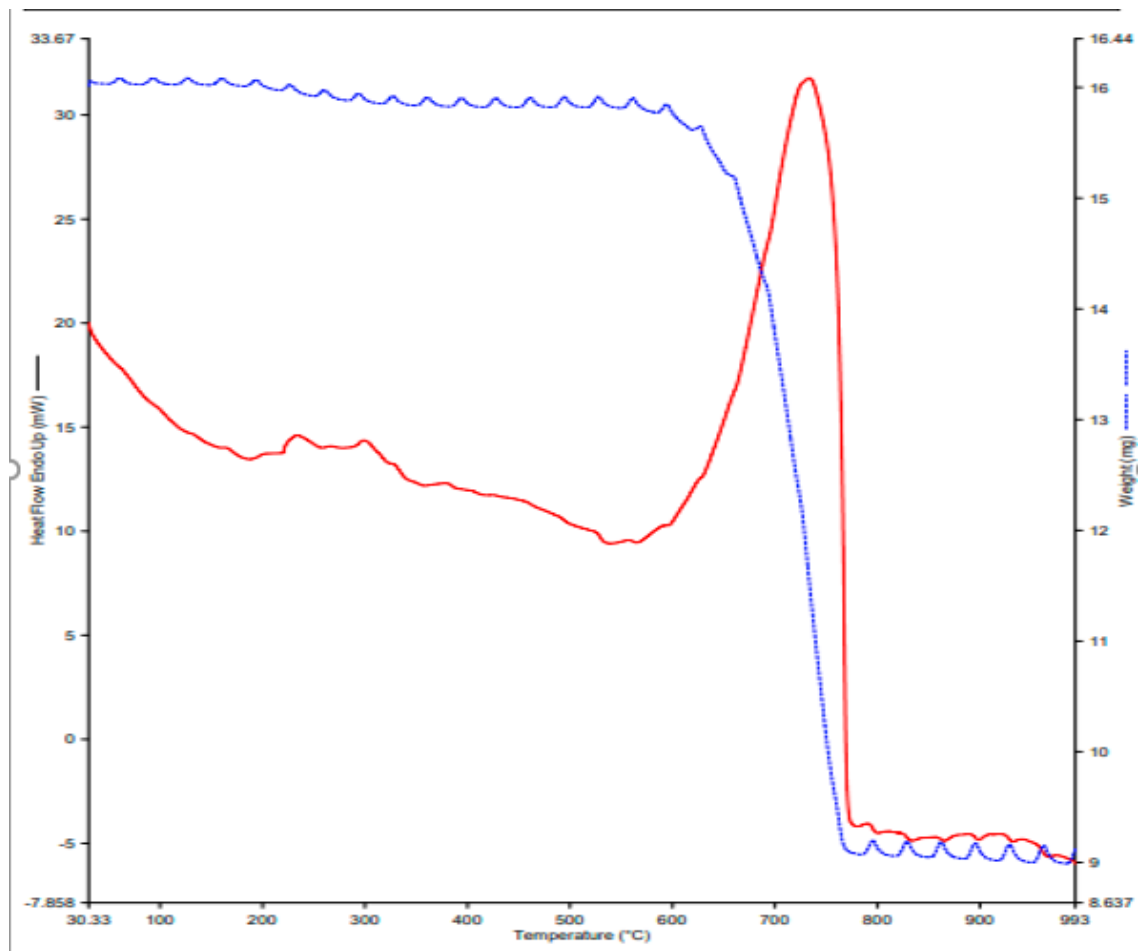
La distribution de fréquence, représentée par les barres bleues, indique que très peu de grains ont des diamètres inférieurs à  $10 \mu\text{m}$ . La fréquence augmente rapidement pour les diamètres compris entre  $10 \mu\text{m}$  et  $220 \mu\text{m}$ , atteignant un pic dans cette plage. Cela signifie que la majorité des grains ont des diamètres dans cette plage. Au-delà de  $220 \mu\text{m}$ , la fréquence diminue, montrant que les grains plus gros sont moins courants.

La courbe cumulative, en rouge, commence près de 0% pour les petits diamètres, ce qui est attendu car peu de grains ont un diamètre inférieur à  $10 \mu\text{m}$ . Entre  $10 \mu\text{m}$  et  $220 \mu\text{m}$ , la courbe monte rapidement pour atteindre près de 100%, indiquant que la majorité des grains sont compris dans cette plage de tailles. Après  $220 \mu\text{m}$ , la courbe se stabilise, signifiant que très peu de grains ont des diamètres supérieurs à cette valeur.

En résumé, la plupart des grains ont des diamètres compris entre  $10 \mu\text{m}$  et  $220 \mu\text{m}$ , avec très peu de grains plus petits ou plus grands que cette plage. La courbe cumulative confirme que près de 100% des grains se situent en dessous de  $220 \mu\text{m}$  de diamètre.



## III.1.2. Analyse thermogravimétrique ATG :



**Figure III.2 :** Courbe d'analyse thermogravimétrique

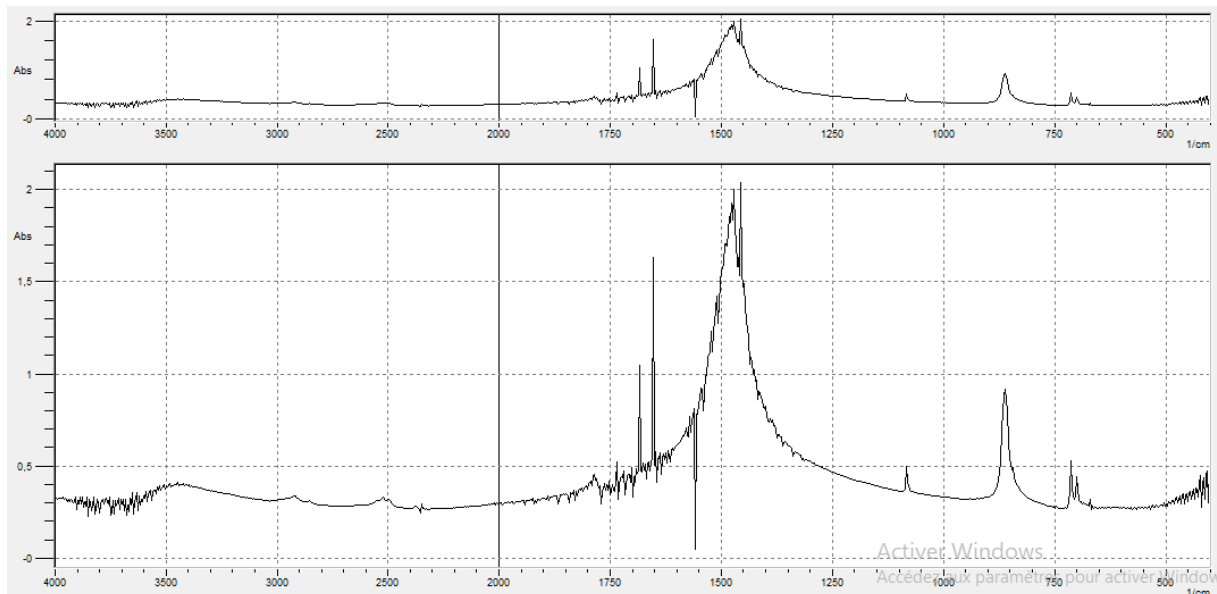
Les axes du graphique sont définis comme suit : l'axe des abscisses (X) représente la température en degrés Celsius ( $^{\circ}\text{C}$ ), tandis que l'axe des ordonnées (Y) montre deux mesures distinctes : la perte de poids en pourcentage pour la courbe bleue et le flux de chaleur en milliwatts (mW) pour la courbe rouge.

La courbe bleue illustre la variation du poids de l'échantillon en fonction de la température. Entre  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  et environ  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la courbe reste relativement stable, indiquant qu'il n'y a pas de décomposition significative du matériau dans cette plage de température. Cependant, entre  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  et  $780\text{ }^{\circ}\text{C}$ , une forte diminution du poids est observée. Ce phénomène est caractéristique de la décomposition du carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) en oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ) et en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ), suivant la réaction chimique :  $\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$ . La perte de poids observée correspond à la libération de  $\text{CO}_2$ .

La courbe rouge représente le flux de chaleur en fonction de la température. Entre 30 °C et environ 600 °C, le flux de chaleur reste relativement constant, avec quelques petites variations dues à des transitions mineures ou à des impuretés dans l'échantillon. Un pic endothermique, correspondant à une absorption de chaleur, est observé entre 650 °C et 780 °C. Ce pic correspond à la décomposition endothermique du  $\text{CaCO}_3$  en  $\text{CaO}$  et  $\text{CO}_2$ , où l'absorption de chaleur est nécessaire pour briser les liaisons chimiques dans le  $\text{CaCO}_3$ .

En résumé, le thermogramme ATG montre clairement la décomposition thermique du  $\text{CaCO}_3$ , avec une perte de masse significative de 50 % et un pic endothermique correspondant à la décomposition du carbonate de calcium en oxyde de calcium et dioxyde de carbone. Cette décomposition se produit principalement entre 650 °C et 780 °C, ce qui est confirmé par les variations observées dans les courbes de perte de poids et de flux de chaleur.

### III.1.3. Infrarouge :



**Figure III.4 :** spectre d'infrarouge de poudre de cauris  $\text{CaCO}_3$

La figure III.4 présente l'analyse d'un spectre infrarouge (IR) qui identifie les groupes fonctionnels présents dans un matériau en étudiant les vibrations moléculaires. Les principales observations incluent des étirements des liaisons X-H (O-H, N-H, C-H) entre 4000 et 2500  $\text{cm}^{-1}$ , des étirements des liaisons triples ( $\text{C}\equiv\text{C}$ ,  $\text{C}\equiv\text{N}$ ) entre 2500 et 2000  $\text{cm}^{-1}$ , et des étirements des liaisons doubles ( $\text{C}=\text{O}$ ,  $\text{C}=\text{C}$ ) entre 2000 et 1500  $\text{cm}^{-1}$ . La région des empreintes digitales (1500-

400  $\text{cm}^{-1}$ ) montre des vibrations des liaisons C-C, C-O et C-N, uniques pour chaque composé. Un pic majeur à 1700  $\text{cm}^{-1}$  indique la présence de groupes carbonyles (C=O), et des pics multiples dans la région des empreintes digitales suggèrent des structures complexes. En résumé, le spectre IR révèle des groupes carbonyles, des étirements C-H, des liaisons triples, et une complexité structurale notable dans le matériau analysé.

### III.2. Caractérisation des pastilles

#### III.2.1. Résultats des Analyses FRX des Échantillons

Tableaux III.1 : sans Traitement thermique

Élément	Symbole	Concentration
Oxygène	O <sub>2</sub>	38,54% $\pm$ 0,080%
Calcium	Ca	55,11% $\pm$ 0,052%

Tableau III.2 : Avec traitement thermique à 450 C°

Élément	Symbole	Concentration
Oxygène	O <sub>2</sub>	35,87% $\pm$ 0,080%
Calcium	Ca	60,04% $\pm$ 0,055%

Tableau III.3 : Avec traitement thermique 500 C°

Élément	Symbole	Concentration
Oxygène	O <sub>2</sub>	26,41% $\pm$ 0,080%
Calcium	Ca	59,56% $\pm$ 0,054%

Tableau III.4 : Avec traitement thermique 550 C°

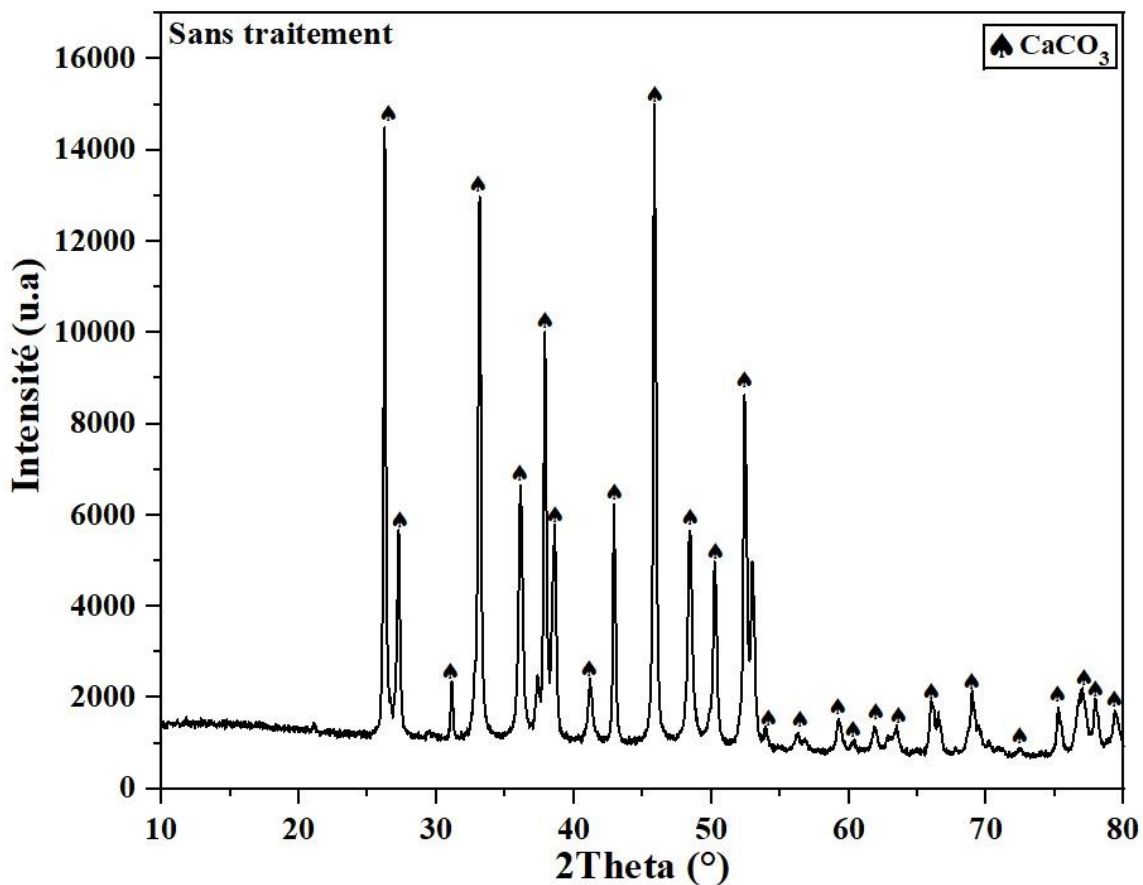
Élément	Symbole	Concentration
Oxygène	O <sub>2</sub>	23,73% $\pm$ 0,080%
Calcium	Ca	62,11% $\pm$ 0,057%

Les analyses FRX des échantillons de pastilles de coquillage de cauris révèlent des variations significatives dans les concentrations élémentaires en fonction des températures de

traitement thermique. La concentration en oxygène diminue progressivement avec l'augmentation de la température, passant de  $35,87\% \pm 0,080\%$  à  $450^\circ\text{C}$ , à  $26,41\% \pm 0,080\%$  à  $500^\circ\text{C}$ , puis à  $23,73\% \pm 0,080\%$  à  $550^\circ\text{C}$ . Cette diminution suggère la décomposition thermique du carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) en oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ) et dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ), avec la libération de  $\text{CO}_2$  contribuant à la réduction de la teneur en oxygène.

Parallèlement, la concentration en calcium augmente avec l'élévation de la température, atteignant  $60,04\% \pm 0,055\%$  à  $450^\circ\text{C}$ ,  $59,56\% \pm 0,054\%$  à  $500^\circ\text{C}$ , et  $62,11\% \pm 0,057\%$  à  $550^\circ\text{C}$ . Cette augmentation confirme la transformation du  $\text{CaCO}_3$  en  $\text{CaO}$ , le calcium restant dans l'échantillon sous forme de  $\text{CaO}$  après la libération de  $\text{CO}_2$ . Les résultats montrent que les traitements thermiques entraînent une concentration accrue en calcium, ce qui est attendu avec la formation de  $\text{CaO}$ .

### III.2.2. Caractérisation par DRX :



FiguresIII.5 : DRX de la pastille avant traitement

La figure présentée montre le diagramme de diffraction des rayons X (XRD) d'un échantillon sans traitement thermique, permettant d'identifier la phase cristalline dominante et d'évaluer la cristallinité du matériau. Les pics de diffraction les plus intenses, principalement autour de 25° et 27° et 31° 33° 37° 38° 39° et 42° 43° 45° et 50° 53°, indiquent la présence de l'aragonite qui est une des formes cristallines du carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) dans l'échantillon, marqués par des symboles en forme de pique noirs. Ces observations confirment que l'aragonite est la phase dominante.

En conclusion, l'échantillon est principalement composé de carbonate de calcium avec une structure cristalline qui est l'aragonite. Les pics de diffraction nets et bien résolus témoignent d'une bonne cristallinité.

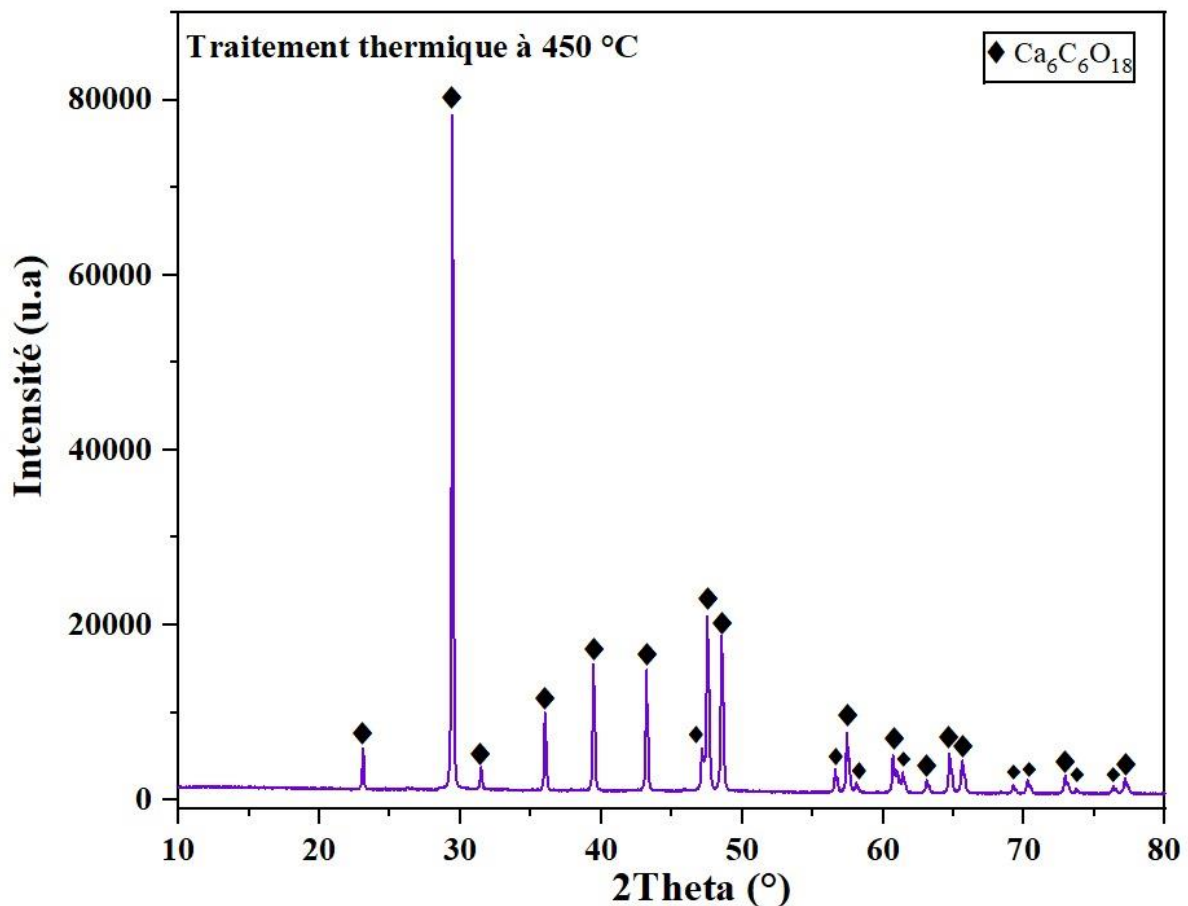


Figure III.6 : DRX de la pastille traitée à 450°C

#### Échantillon traité à 450°C

La figure présentée illustre le diagramme de diffraction des rayons X d'un échantillon traité thermiquement à 450°C. Ce diagramme permet d'identifier les phases cristallines présentes

dans le matériau après traitement thermique et d'évaluer leur cristallinité. Les pics de diffraction sont marqués par des losanges noirs, indiquant la présence de la phase cristalline  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$ .

Le pic le plus intense est situé dans l'intervalle de  $29^\circ$ ,  $70^\circ$ , avec une intensité d'environ 80 000 unités arbitraires (u.a). Ce pic indique une forte cristallinité et une orientation préférentielle des cristaux de  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$  dans cette direction spécifique. Plusieurs autres pics significatifs apparaissent entre  $20^\circ$  et  $70^\circ$ , avec des intensités variant de 10 000 à 20 000 u.a. Ces pics supplémentaires confirment la présence de multiples orientations cristallographiques de la phase  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$  dans l'échantillon.

Le traitement thermique à  $450^\circ\text{C}$  a conduit à la formation de la phase  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$ , comme le montrent les pics de diffraction dominants. L'intensité élevée du pic principal et la présence de plusieurs autres pics significatifs indiquent que le traitement thermique a favorisé la cristallisation et la formation de cette phase spécifique.

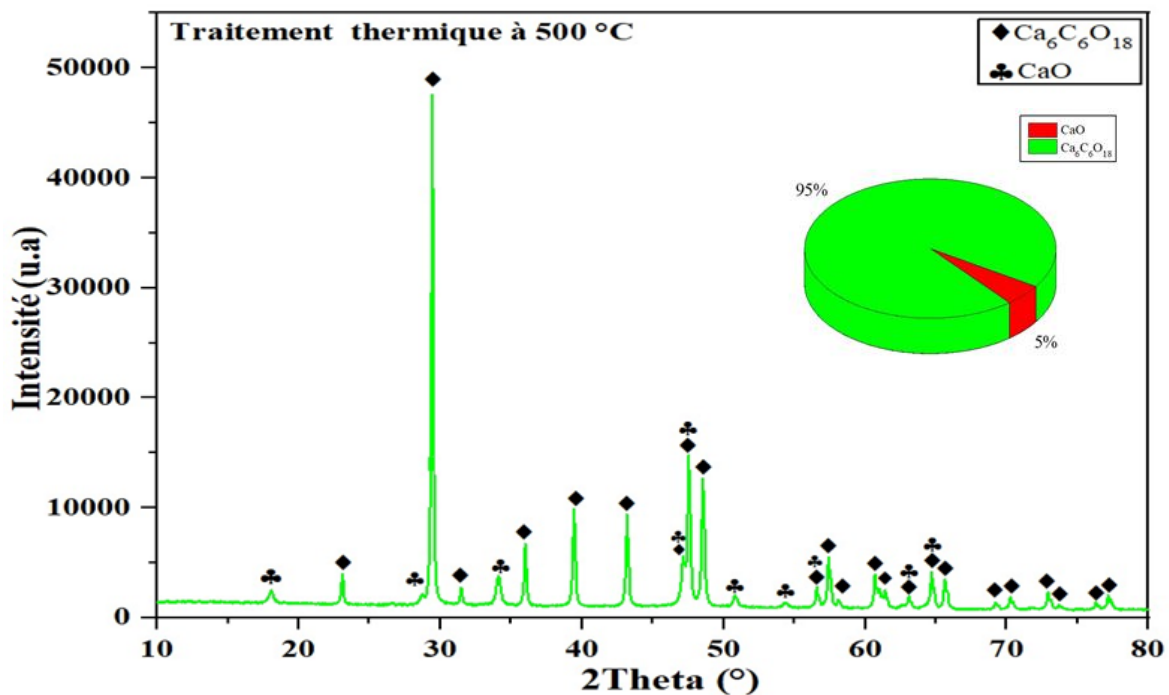


Figure III.7 : DRX de la pastille traitée à  $500^\circ\text{C}$

### Échantillon traité à $500^\circ\text{C}$

La figure montre le diagramme de diffraction des rayons X d'un échantillon traité thermiquement à  $500^\circ\text{C}$ , ainsi qu'un diagramme circulaire indiquant les proportions de phases. Le XRD révèle deux phases cristallines :  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$  (95%) et  $\text{CaO}$  (5%). Le pic principal à  $29^\circ$   $2\theta$ , avec une intensité de 50 000 u.a, indique la prédominance de  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$ . Les autres pics

confirment la présence des deux phases. Le traitement thermique à 500°C favorise donc la formation majoritaire de  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$  avec une bonne cristallinité, tandis que la présence de CaO suggère une décomposition partielle du matériau initial. Cette analyse est cruciale pour comprendre les transformations thermiques et leurs effets sur les propriétés du matériau.

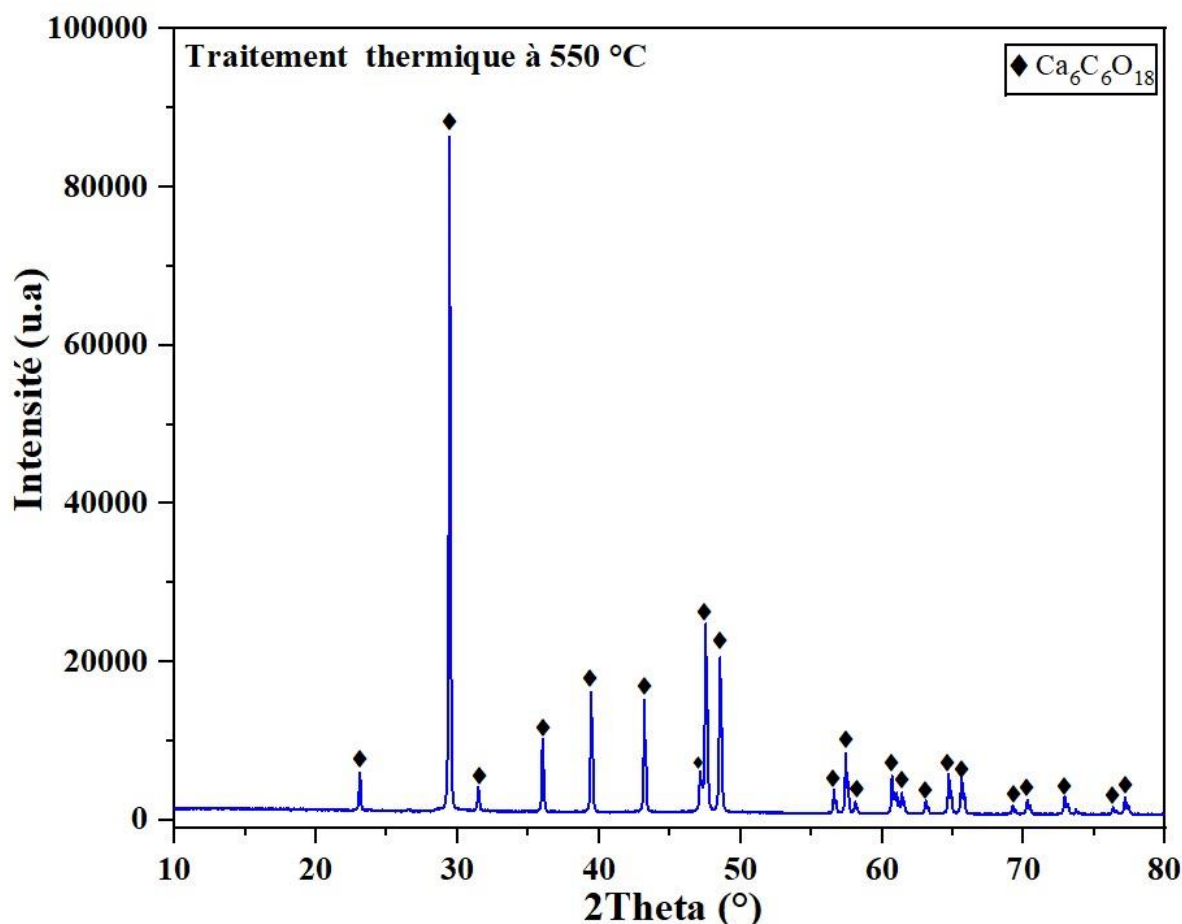
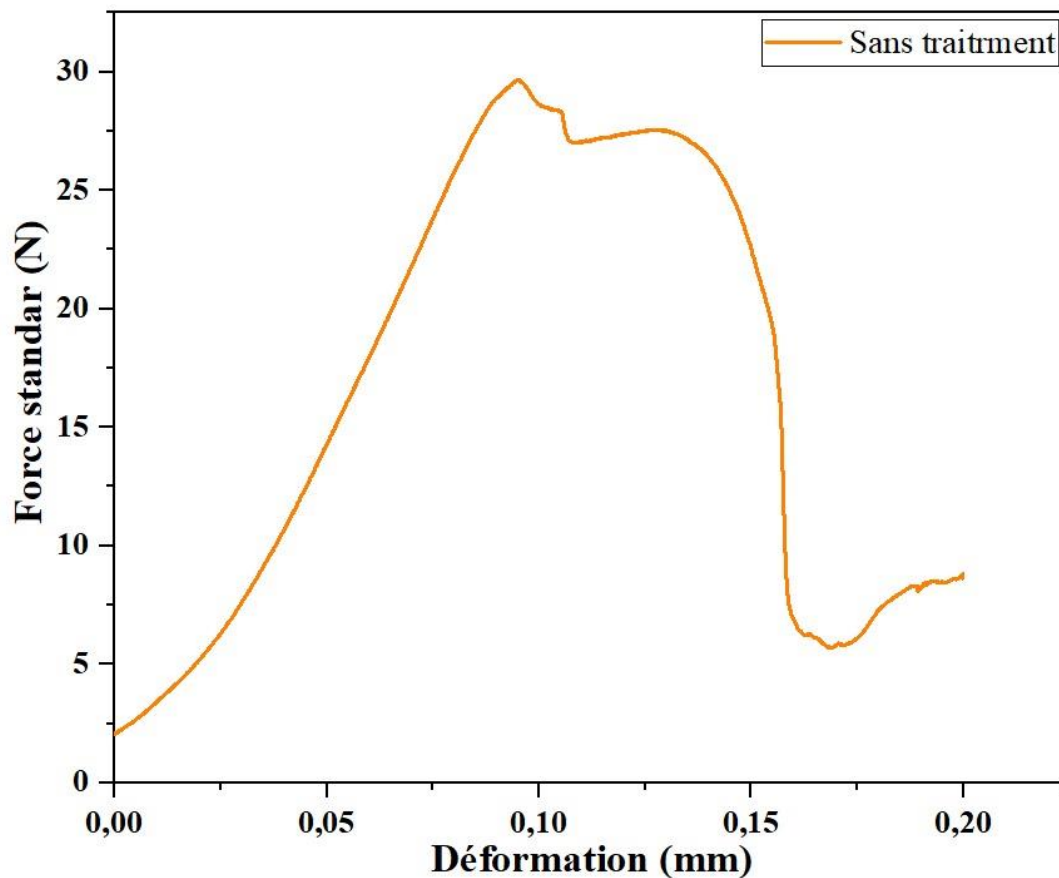


Figure III.8 : DRX de la pastille traitée à 550°C

La figure présente le diagramme de diffraction des rayons X d'un échantillon traité thermiquement à 550°C. Ce diagramme permet d'identifier les phases cristallines présentes dans le matériau après traitement thermique et d'évaluer leur cristallinité. Le pic le plus intense est situé autour de  $2\theta = 29^\circ$ , avec une intensité d'environ 90 000 unités arbitraires (u.a), indiquant une forte cristallinité de la phase  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$ , marquée par des losanges noirs. Plusieurs autres pics apparaissent entre  $20^\circ$  et  $70^\circ$   $2\theta$ , avec des intensités variant de 10 000 à 40 000 u.a, confirmant la présence de multiples orientations cristallographiques de la phase  $\text{Ca}_6\text{C}_6\text{O}_{18}$ .

## III.2.3. Essai brésilien :



**Figure III.9 :** Courbe de compression transversale (sans traitement)

La courbe montre la relation entre la force appliquée (en Newtons) et la déformation (en millimètres) pour un échantillon non traité soumis à un essai Brésilien. Au début, on observe une augmentation progressive et linéaire de la force avec la déformation, ce qui signifie que le matériau se comporte de manière élastique. Cette phase continue jusqu'à ce que la force atteigne un maximum d'environ 29 N, correspondant à une déformation d'environ 0,08 mm. Ce pic représente la résistance maximale du matériau avant sa rupture.

Après avoir atteint ce pic, la courbe montre une chute rapide de la force, indiquant que le matériau a subi une fracture ou une fissuration importante. Cette diminution abrupte de la force après le pic est typique de la transition d'un comportement élastique à une défaillance rapide, comme c'est souvent le cas dans les essais de traction indirecte tels que l'essai de Brésilien. Vers la fin de la courbe, la force se stabilise autour de 5 N, même si la déformation continue légèrement d'augmenter. Cela suggère que le matériau a atteint un état de déformation permanente où il ne peut plus supporter de charges supplémentaires.



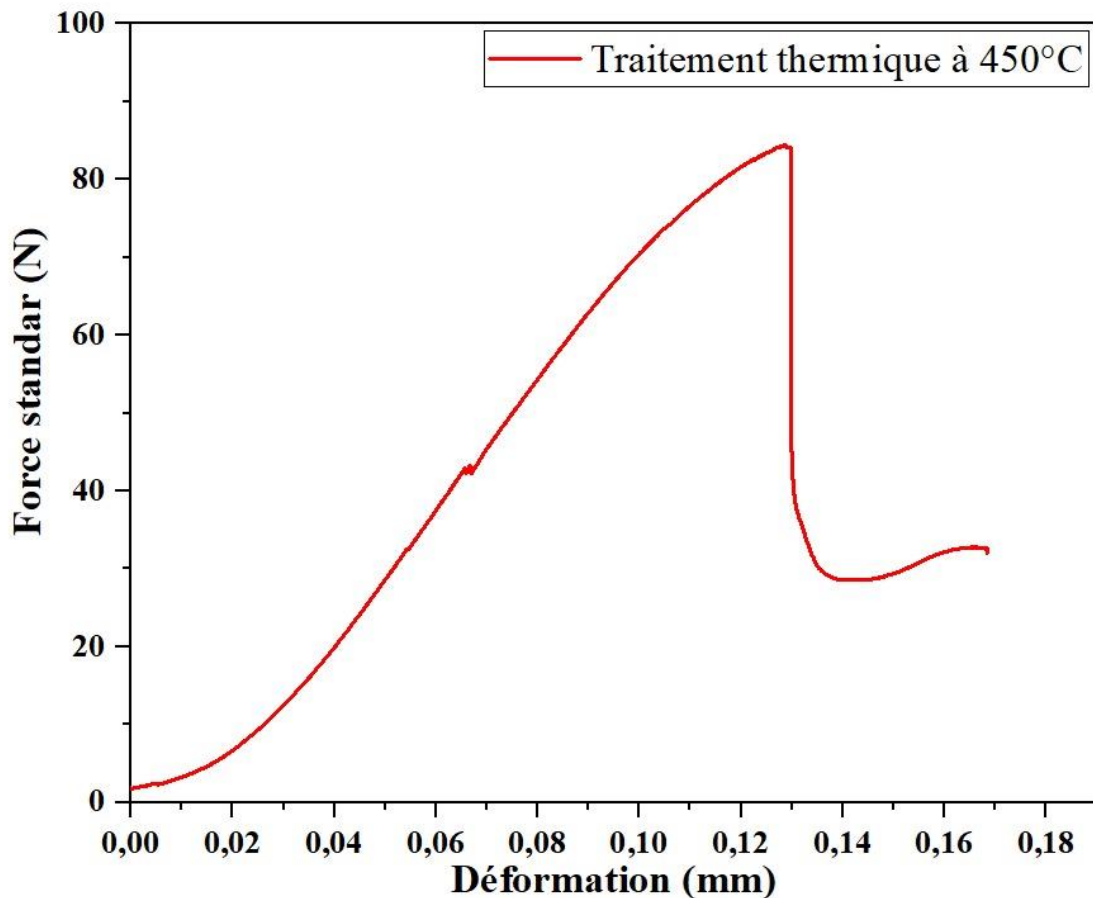
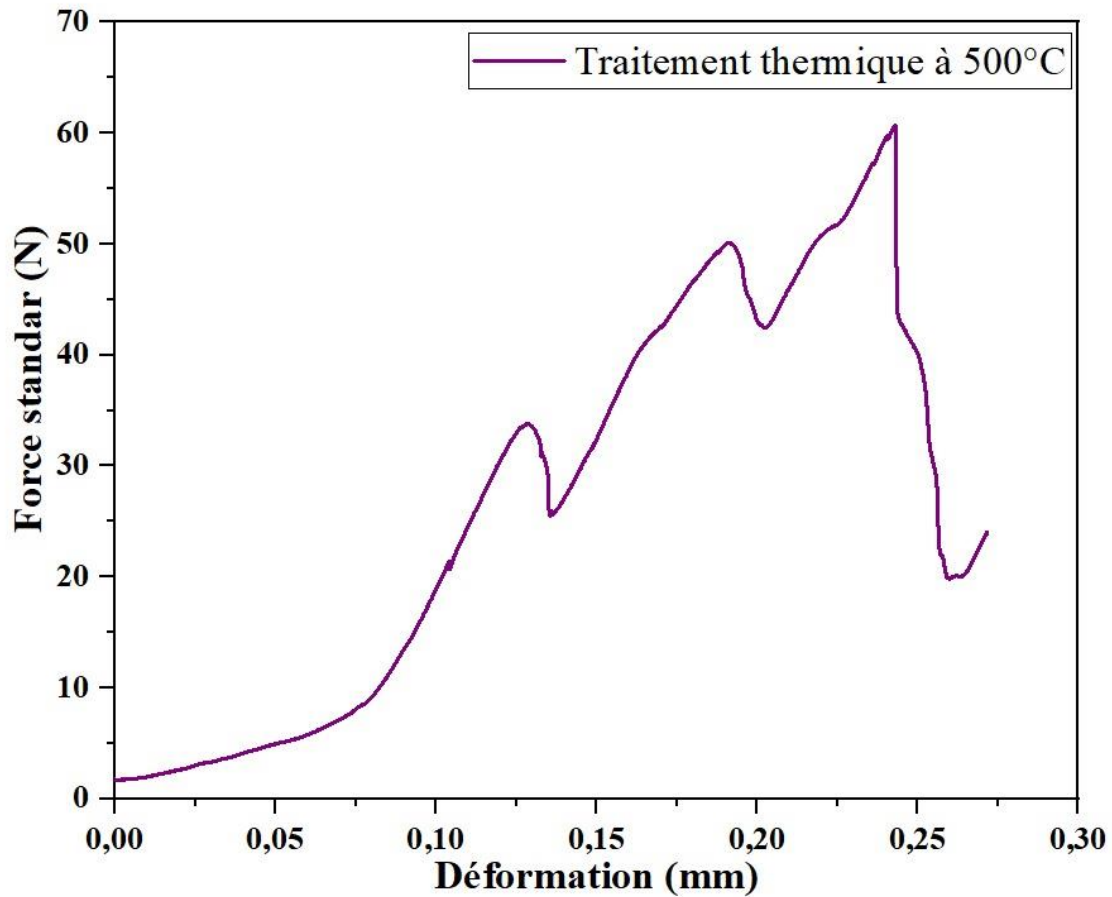


Figure III.10 : Courbe de compression transversale (450 C°)

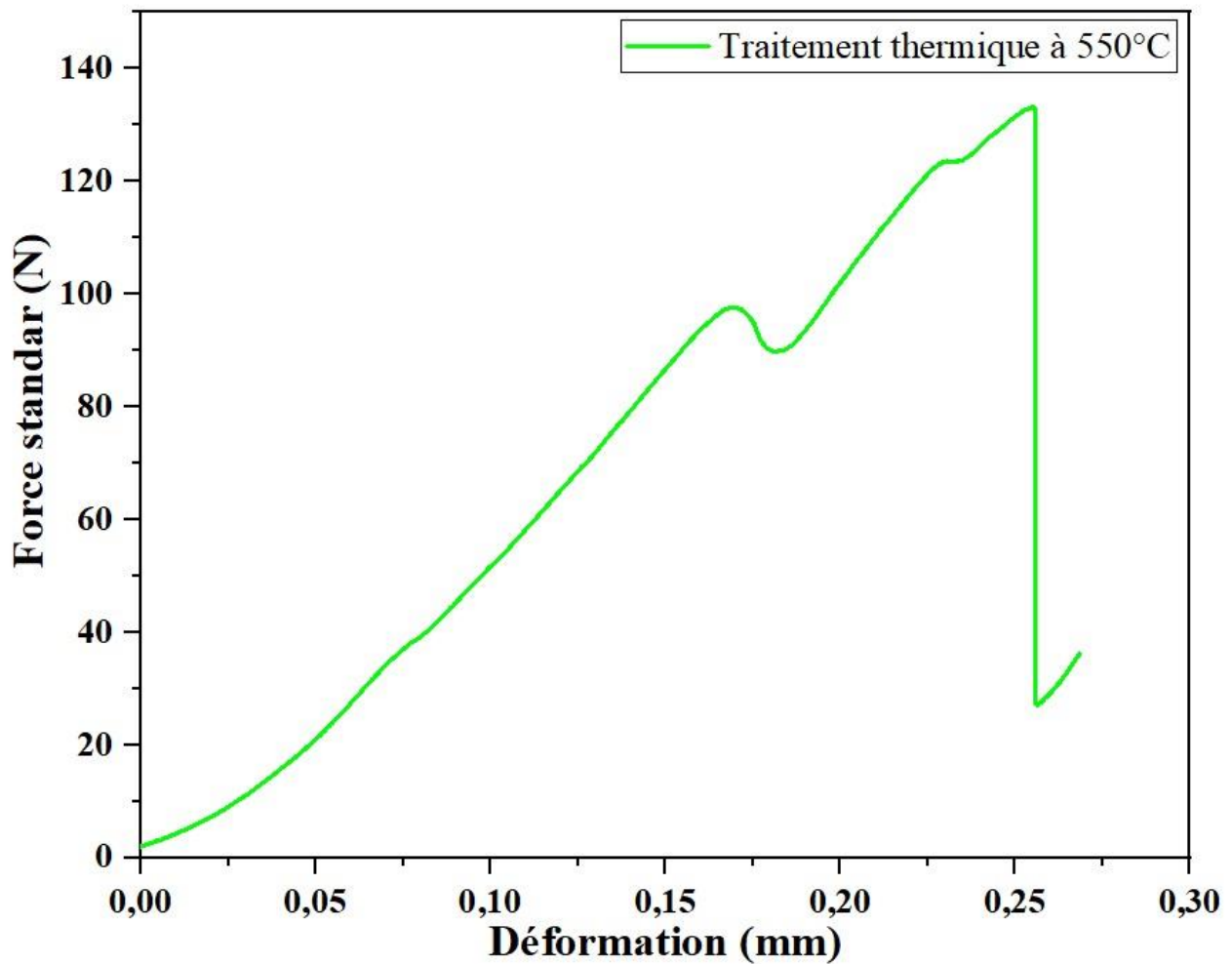
Au début, la courbe monte régulièrement, ce qui signifie que le matériau se déforme de manière proportionnelle à la force appliquée. À environ 0,06 mm de déformation, la courbe subit une légère fluctuation, ce qui pourrait suggérer la présence d'impuretés ou de pores.

Nous remarquons que la force maximale atteinte est de près de 85 N à environ 0,13 mm de déformation. Après ce point, la courbe descend brusquement, suggérant que le matériau se casse ou subit une défaillance. Cependant, après cette chute, il y a une petite reprise de la force avant que la courbe ne se stabilise, ce qui pourrait indiquer que le matériau continue à se déformer de manière résiduelle ou qu'il y a un réarrangement des structures internes.



**Figure III.11 :** Courbe de compression transversale (500°C)

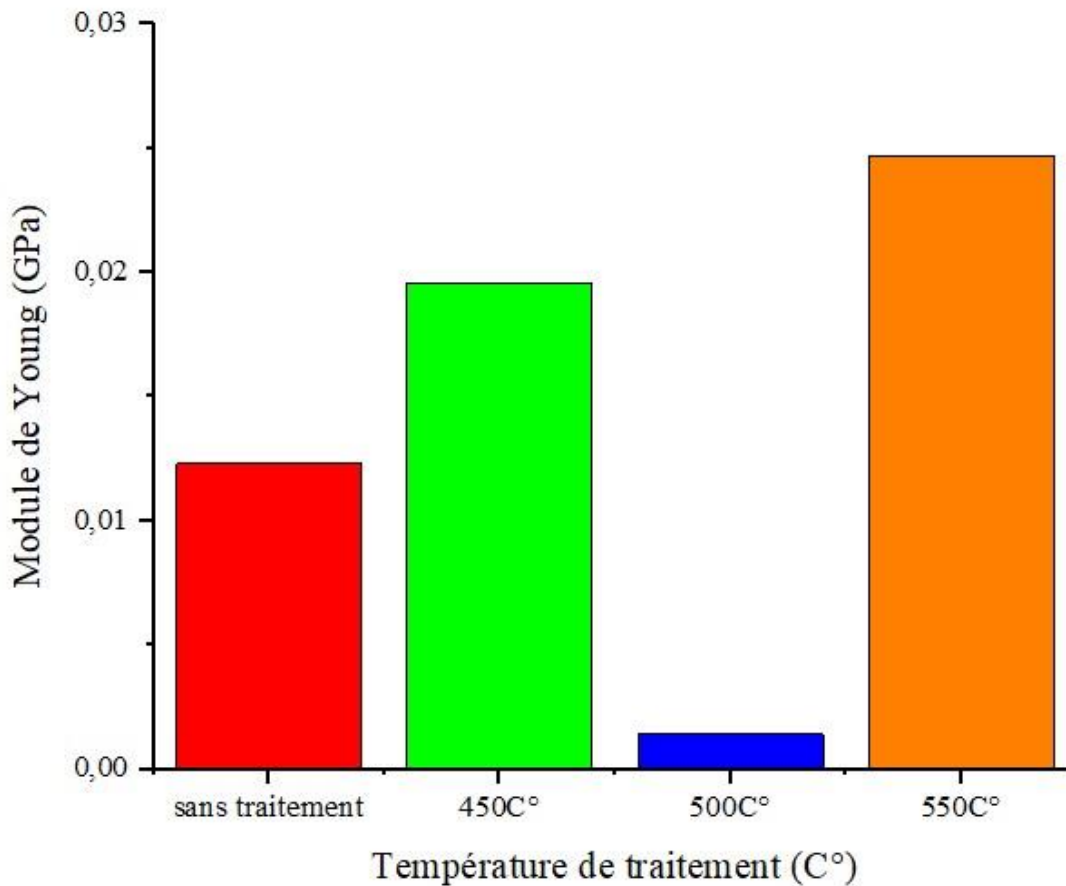
La courbe illustre la relation entre la force standard et la déformation d'un matériau traité thermiquement à 500°C. La courbe montre un comportement relativement linéaire jusqu'à atteindre une valeur maximale de 63 N environs, avec des fluctuations aux environs de 0,13mm et de 0,18mm indiquant ainsi un comportement relativement instable. Cela est peut-être dû à la présence d'impuretés ou probablement d'une porosité.



**Figure III.12 :** Courbe de compression transversale (550C°)

Le graphique montre que le matériau traité thermiquement à 550°C présente une valeur maximale de la force atteignant environ 135 N, ce qui est significativement plus élevé par rapport aux autres températures de traitement. La déformation à la rupture se situe autour de 0,26 mm. La chute brusque après le pic de force montre la limite de résistance du matériau, tandis que la légère reprise de force après la rupture n'est pas vraiment significative.

En résumé, ce graphique démontre que le traitement thermique à 550°C améliore considérablement la résistance du matériau, lui permettant de supporter une plus grande force avant de se rompre. Cela pourrait être attribué à des changements favorables dans la microstructure du matériau, comme une recristallisation ou un renforcement des grains.



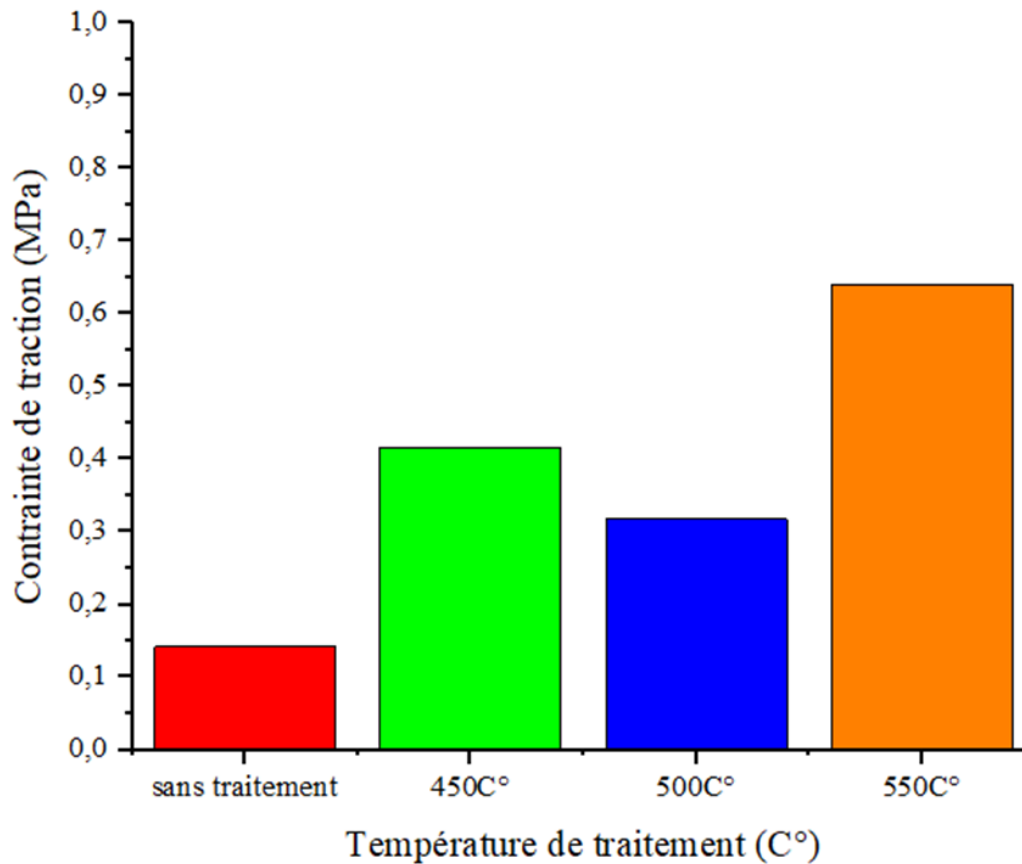
**Figure III.13 :** histogramme des valeurs du module de Young E

L'histogramme présente les valeurs du module de Young (Emod) pour un matériau soumis à différents traitements thermiques. Le module de Young, qui mesure la rigidité d'un matériau, est comparé ici pour quatre conditions : sans traitement thermique, et après traitement à 450°C, 500°C, et 550°C.

Sans traitement thermique, le module de Young est d'environ 12,3 MPa, indiquant la rigidité initiale du matériau. Après un traitement à 450°C, le module de Young augmente significativement à environ 19,6 MPa, montrant que le matériau est devenu plus rigide. Cependant, lorsqu'il est chauffé à 500°C, le module de Young chute drastiquement à environ 1,39 MPa, suggérant une perte importante de rigidité et une possible détérioration de la structure du matériau.

Enfin, après un traitement thermique à 550°C, le module de Young augmente de nouveau pour atteindre environ 24,7 MPa, la valeur la plus élevée de toutes les conditions testées. Cela indique que le matériau présente une meilleure rigidité par rapport aux autres températures,

possiblement en raison d'un réarrangement ou d'une recristallisation favorable de sa structure interne.



**Figure III.13 :** histogrammes de la contrainte de traction

Cet histogramme montre l'évolution de la contrainte de traction (en MPa) en fonction de la température de traitement thermique. Quatre échantillons ont été analysés : sans traitement, traité à 450°C, à 500°C et à 550°C.

Le premier échantillon, sans traitement, présente une contrainte de traction d'environ 0,142 MPa. Lorsqu'il est traité à 450°C, la contrainte de traction augmente significativement pour atteindre environ 0,416 MPa. Cependant, lorsque la température de traitement est augmentée à 500°C, la contrainte de traction diminue légèrement pour se situer autour de 0,318 MPa. Enfin, pour un traitement à 550°C, la contrainte de traction augmente de manière significative, atteignant sa valeur maximale à environ 0,641 MPa.

# **Conclusion générale**

# Conclusion générale

L'objectif de ce travail était d'étudier le comportement des poudres de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) obtenues à partir de coquillages de Cauris en vue de leur potentiel utilisation comme substituts osseux, en mettant l'accent sur leur caractérisation physico-chimique et mécanique avant et après divers traitements thermiques afin d'évaluer leurs comportement.

Les analyses granulométriques ont montré que la majorité des grains de poudre se situent entre 10  $\mu\text{m}$  et 220  $\mu\text{m}$ , une taille adéquate pour des applications biomédicales où la distribution uniforme des particules est cruciale. La décomposition thermique du  $\text{CaCO}_3$  en oxyde de calcium ( $\text{CaO}$ ) et en dioxyde de carbone ( $\text{CO}_2$ ) a été confirmée entre 650°C et 900°C, indiquant une stabilité thermique appropriée jusqu'à environ 600°C. Le spectre infrarouge a identifié la présence de groupes fonctionnels caractéristiques, confirmant la composition en carbonate de calcium et la présence de structures moléculaires spécifiques.

Les analyses de diffraction des rayons X (DRX) ont permis d'identifier les phases cristallines présentes dans les pastilles avant et après traitement thermique. La phase dominante identifiée est l'aragonite, avec des transformations notables en fonction de la température de traitement.

Les analyses de fluorescence X (FRX) ont permis d'identifier l'évolution des éléments chimiques par rapport à chaque température de traitement (sans traitement, 450°C, 500°C et 550°C) : nous notons une diminution de la teneur de l'oxygène (O) et l'augmentation de la teneur du calcium (Ca) avec l'augmentation de la température de traitement. Il est à noter également l'apparition du potassium K à 450°C sous forme de traces.

Les essais brésiliens ont montré une amélioration significative du module de Yong et de la résistance à la traction à la compression après traitement thermique à la température de 550°C, où les pastilles ont montré une meilleure résistance ainsi qu'une meilleure rigidité relativement aux autres températures.

### **Perspectives :**

Comme perspectives, nous pensons qu'il serait nécessaire de réaliser des essais de compression et de microdureté sous l'effet de traitements thermiques sur notre matériau et de voir leurs influence sur le comportement mécanique.

## **Conclusion générale**

---

Un travail concernant la bioactivité (interaction avec le milieu physiologique) des cauris est en cours de réalisation en collaboration avec M. SLIMANI, doctorant au laboratoire LGE. Il s'agit de l'immersion des échantillons dans un milieu physiologique (SBF) à une température constante similaire à celle du corps humain.



# **Références bibliographique**

## Références bibliographiques

---

- [1] Article Albright, F., et al. (1941). "The Metabolic Effects of Administration of Estrogens to Adult Men." *New England Journal of Medicine*.
- [2] Article Bonewald, L. F. (2011). "The Amazing Osteocyte." *Journal of Bone and Mineral Research*.
- [3] Thèse de doctorat, **Dargent-Molina, P. (2001)**. "Étude des déterminants mécaniques et biologiques de la résistance osseuse et du risque de fracture." Université Paris Descartes.
- [4] Article Ryan, L. M., & Glorieux, F. H. (2002). "Osteogenesis Imperfecta." *The Lancet*.
- [5] Article Giannoudis, P. V., Dinopoulos, H., & Tsiridis, E. (2005). "Bone Substitutes: An Update." *Injury*.
- [6] CHETIBI Loubna, Elaboration et étude des biomatériaux nanostructures de type Hydroxyapatite/MWCNTs/TiO<sub>2</sub>/Ti, Thèse de Doctorat, Université Constantine 1, 2014.
- [7] RAHAL Bouzid, Elaboration d'un biomatériau à base de titane par frittage et sa caractérisation électrochimique en comparaison avec un implant classique, mémoire de Magister, Université Badji Mokhtar- Annaba, 2009.
- [8] P. Rocher, J.-J. Guyonnet, G. Grégoire, Travail des alliages dentaires, *J EMCDentisterie*, 1, 284311, (2004).
- [9] D.F, Williams Definitions in Biomaterials. *Progress in Biomedical Engineering. Proceedings of a Consensus Conference of the European Society for Biomaterials*. England. Elsevier. (1986)
- [10] Saifi Ferielle et Latif Souha, « Modification de la surface d'un biomatériau par greffage d'un polymère », Mémoire de master, Université Mohamed Khider de Biskra, 2019-2020.
- [11] Article W. R. Lacefield, "Current Status of Ceramic Coatings for Dental Implants," *Implant Dentistry*, vol. 7, no. 4. pp. 315–322, 1998.
- [12] J. Park and R. S. Lakes, *Biomaterials: An introduction*., Third edition, 2007, ISBN 9780387378794, pp 100-136.
- [13] L. Tayebi and K. Moharamzadeh, Eds., *Biomaterials for Oral and Dental Tissue Engineering*. 2018, ISBN 978-0-08-100961-1, pp 562.

## Références bibliographiques

---

- [14] Chems Eddine RAMOUL, « Élaboration par pulvérisation cathodique magnétron de couches minces en vue de leur utilisation comme biomatériaux. Caractérisation à l'usure et à la corrosion. », THESE présentée en vue de l'obtention du Diplôme de Doctorat en Sciences, UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2020.
- [15] Pour l'obtention du diplôme de doctorat, UNIVERSITE DJILLALI LIABES SIDI BEL-ABBES Mr. BELGHERRAS MOHAMMED ELNEDHIR, « Comportement mécanique du ciment orthopédique sous chargement dynamique », 2017/2018
- [16] W. R. Lacefield, "Current Status of Ceramic Coatings for Dental Implants," *Implant Dentistry*, vol. 7, no. 4. pp. 315–322, 1998.
- [17] Hubert Mély. Modélisation de la transformation de biomatériaux par un modèle de percolation. Biophysique [physics.bio-ph]. Université Blaise Pascal- Clermont-Ferrand II, 2011.
- [18] ABDI Abderrahmane, « Etude comparative entre un acier inoxydable, un alliage Fe-Cr-Ni et un alliage Co-Cr à caractère biomédical », Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Métallurgie, Ecole Nationale Polytechnique, 2012.
- [19] Piconi, G. Maccauro, J. *Biomater* 20, 1-25 (1999).
- [20] Mr.BELGHERRAS MOHAMMED ELNEDHIR, « Comportment mécanique du ciment orthopédique sous chargement dynamique », Pour l'obtention du diplôme de doctorat, UNIVERSITE DJILLALI LIABES SIDI BEL-ABBES, 2017/2018.
- [21] L. Ambrosio, *Biomedical composites*, 2nd Editio. Woodhead Publishing, 2017, ISBN 9780081007525, pp 237.
- [22] C. E. Schmidt and J. M. Baier, "Acellular vascular tissues: Natural biomaterials for tissue repair and tissue engineering," *Biomaterials*, vol. 21, no. 22, pp. 2215–2231, 2000.
- [23] MOUALI Sarah, DJELOUACHI Nora, MOKRANI Aziz, HANOUCHE Macinissa, HADJI Kamelia « LES BIOMATERIAUX DE SUBSTITUTION OSSEUSE EN CHIRURGIE BUCCALE », Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du diplôme de DOCTEUR EN MEDECINE DENTAIRE, UNIVERSITÉ MOULOUD MAMMERI TIZI OUZOU, 2020 – 2021.

## Références bibliographiques

---

- [24] Mémoire poue obtention diplôme master, CHIBANE Sonia,KANA Thinhinane, «Biomatériaux à vocation de comblement osseux et de revêtement prothétique à base d'hydroxyapatite synthétisée par voie sol-gel. », Université A. M. OULHADJ – Bouira,2019/2020
- [25] Boudebaba Lamia et Bouhouche Fatiha « Elaboration et caractérisation d'un sulfure métallique (SnS<sub>2</sub>) ». Mémoire Master, Université de Mohammed Seddik benYahia-jjel,2020.
- [26] Gallagher, P.K., "Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry: Recent Advances, Techniques and Applications," Elsevier, 2003.
- [27] Callister, W.D., Materials Science and Engineering : An Introduction, 7th Edition, Wiley, 2007.
- [28] AYACHI MESSAOUDA, « Elaboration par la méthode sol gel spin coating et caractérisations des couches minces de ZnO », Mémoire de Magister, UNIVERSITE DE JIJEL, 2011- 2012.
- [29] Articles de Valérie V. Thirion-Merle. Spectrométrie de fluorescence X. Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes, Editions des archives contemporaines, 2014, Collection Sciences Archéologiques, 9782813001634
- [30] Dupont, Jean. (2020). Étude de la Résistance à la Traction des Roches par l'Essai Brésilien. Thèse de doctorat, Université de Technologie de Paris.
- [31] Giorgio Gabbi (ill. Monica Falcone), *Coquillages : étonnants habitants des mers*, Éditions White Star, 2008, 168 p. ([ISBN 978-88-6112-131-7](https://www.isbn-international.org/fr/number/978-88-6112-131-7)), Coquillages du monde : Cypraea moneta - Porcelaine monnaie page 132.

## Résumé

Ce mémoire explore l'utilisation des biomatériaux pour la substitution osseuse, en se focalisant sur l'élaboration et la caractérisation de poudres de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ) obtenues à partir de coquillages de cauris. Il aborde d'abord les fondamentaux du tissu osseux, ses pathologies nécessitant des greffes, et présente une classification détaillée des biomatériaux, mettant en lumière leurs applications dans les greffes osseuses. Le deuxième chapitre décrit les méthodes expérimentales pour la préparation et la caractérisation des poudres de  $\text{CaCO}_3$ , incluant le broyage, le tamisage, et diverses techniques d'analyse comme la spectroscopie infrarouge et la diffraction des rayons X. Le troisième chapitre présente les résultats des analyses, discutant des propriétés physico-chimiques et mécaniques des matériaux, et évaluant leur potentiel pour des applications biomédicales en remplacement osseux.

### Mots-clés :

Biomatériaux, Coquillage de Cauris,  $\text{CaCO}_3$ , Granulométrie, ATG, Spectroscopie Infrarouge, DRX, FRX, Traitement Thermique, Substitution Osseuse.

## Summary

This thesis explores the use of biomaterials for bone substitution, focusing on the development and characterization of calcium carbonate ( $\text{CaCO}_3$ ) powders derived from cauris shells. Initially, the thesis discusses the fundamentals of bone tissue, its related pathologies requiring grafts, and provides a detailed classification of biomaterials, highlighting their applications in bone grafts. The second chapter describes the experimental methods for preparing and characterizing  $\text{CaCO}_3$  powders, including grinding, sieving, and various analytical techniques such as infrared spectroscopy and X-ray diffraction. The third chapter presents the results of these analyses, discussing the physicochemical and mechanical properties of the materials, and evaluating their potential for bone substitution.

### Keywords:

Biomaterials, Cauris Shell,  $\text{CaCO}_3$ , Granulometry, TGA, Infrared Spectroscopy, XRD, XRF, Thermal Treatment, Bone Substitution

## ملخص

يستكشف هذا المذكرة استخدام المواد الحيوية لاستبدال العظام، مع التركيز على تطوير وتوصيف مساحيق كربونات الكالسيوم المشتقة من أصداف الكورس. يبدأ الأطروحة بمناقشة أساسيات نسيج العظام والأمراض المرتبطة به والتي ( $\text{CaCO}_3$ ) تتطلب ترقيع العظام، ويقدم تصنيفاً تفصيلياً للمواد الحيوية، مع تسليط الضوء على تطبيقاتها في ترقيع العظام. يصف الفصل ، بما في ذلك الطحن والنخل وتقنيات التحليل المختلفة مثل  $\text{CaCO}_3$  الثاني الطرق التجريبية لتحضير وتوصيف مساحيق التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء وانعراج الأشعة السينية. يقدم الفصل الثالث نتائج هذه التحليلات، مناقشاً الخصائص الفيزيائية والكيميائية والميكانيكية للمواد، وتقييم إمكاناتها للتطبيقات الطبية الحيوية في استبدال العظام.

### الكلمات المفتاحية

، التحليل الحبيبي، التحليل الحراري الوزني، التحليل ( $\text{CaCO}_3$ ) المواد الحيوية، قواقع الكورس، كربونات الكالسيوم الطيفي بالأشعة تحت الحمراء، حيود الأشعة السينية، فلورية الأشعة السينية، المعالجة الحرارية، استبدال العظام.