

**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 :

**Baya SAIB**

## **Thème**

---

**Caractérisation physico-chimique et mécanique des matériaux  
utilisés pour la fabrication des prothèses de hanche : étude  
comparative de l'acier inoxydable 316L l'alliage de titane Ti6Al4V**

---

Soutenu le 03/07/2024

Devant le jury composé de :

Dr. Djamel AMARI

Président

Professeur Youcef KHELFAOUI

Rapporteur

Dr. Abdelhek IDIR

Examineur

**Année Universitaire 2023-2024**

## Remerciements

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à l'aboutissement de ce mémoire.

Tout d'abord, je remercie chaleureusement Professeur Youcef KHELFAOUI, mon encadrant, pour sa disponibilité, ses conseils avisés et son soutien constant tout au long de ce travail. Ses compétences et son expertise ont été une source précieuse d'inspiration et d'apprentissage.

Je remercie également les membres du jury, Dr. Djamel AMARI et Dr. Abdelhek IDIR, pour l'honneur qu'ils me font en acceptant d'évaluer mon travail. Leurs critiques constructives et leurs recommandations seront des atouts précieux pour mon parcours futur.

Je souhaite exprimer ma reconnaissance à tous les enseignants et le personnel administratif de la Faculté de Technologie, Département de Génie Mécanique, pour leur aide précieuse et leurs encouragements durant mes années d'études.

Je remercie Dr. Redouane MAIZA de m'avoir accueillie au sein du laboratoire de recherche universitaire.

Je n'oublie pas de remercier *mes collègues de l'EPSP et de l'EPH et amis* de Sidi Aich, pour leur soutien moral, leur aide et les moments partagés qui ont rendu ce parcours plus agréable.

Enfin, je remercie *ma famille*, pour leur amour, leur patience, et leurs sacrifices qui m'ont permis de réaliser mes ambitions. Leur soutien inconditionnel a été ma plus grande source de motivation.

À tous, je vous dis un grand merci.

## Dédicaces

À la mémoire de mon père bien-aimé, je prie Dieu de lui accorder Sa vaste  
miséricorde.

À ma chère mère, que Dieu prolonge ses jours et lui accorde santé et bien-être.

À mon frère et à tous les membres de ma famille, proches ou éloignés.

À mes estimés professeurs.

À mes collègues de travail.

À toutes mes amies et tous mes amis.

À tous ceux qui m'ont aidé dans la réalisation de ce mémoire.

Je vous dédie ce travail.

## Liste des abréviations

**HAP:** Hydroxyapatite

**TCP:** phosphate tricalcique  $\beta$

**UE:** Union européenne

**CEE:** Communauté économique européenne

**JC:** Jesus Christ

**Inox:** Inoxydable

**PMMA:** Polyméthacrylate de méthyle

**ISO :** Organisation internationale de normalisation

**UHMWPE:** ultra-high-molecular-weight polyethylene ou PE-UHMW selon la norme EN ISO 1043-1

**PTH:** prothèse totale de la hanche.

**PPH:** prothèse partielle de la hanche.

**SS:** acier inoxydable

**PBS:** solution saline dans un tampon phosphate

**Eq :** équation

# **Table des matières**

---

Remerciements .....	2
Dédicaces .....	3
Liste des abréviations .....	4
Table des matières .....	5
Liste des figure .....	10
Liste des tableaux .....	12
Introduction générale .....	13
Chapitre I .....	1
Revenu bibliographique .....	1
I.1 Introduction .....	2
I.2 Généralités sur les biomatériaux .....	2
I.2.1 Définition .....	2
I.2.2 Historique .....	3
I.2.3 Catégories des biomatériaux .....	6
I.2.3.1 Biomatériaux métallique .....	7
I.2.3.2 Les biomatériaux céramiques .....	11
I.2.3.3 Les biomatériaux polymères synthétique .....	12
I.2.3.4 Les biomatériaux naturels .....	12
I.2.4 Propriétés des biomatériaux .....	12
I.2.4.1 Les propriétés requises pour une implantation .....	12
I.2.5 Domaine d'application des biomatériaux .....	13
I.2.5.1 Dans le milieu hospitalier .....	13
I.2.5.2 En ingénierie tissulaire .....	14
I.3 Exigence pour l'utilisation de matériaux dans les milieux biologiques .....	16
I.3.1 La stérilité .....	16
I.3.2 La biocompatibilité .....	17
I.3.1.1 Biocompatibilité structural .....	17
I.3.1.2 Biocompatibilité de surface .....	19
I.3.3 Hémocompatibilité .....	23
I.3.3.1 L'interface sang et surface artificiel .....	23
I.3.4 Bio fonctionnalité .....	24
Chapitre II .....	2
Corrosion de la prothèse totale de la hanche dans les milieux biologiques .....	2

---

II.1 Introduction.....	25
II.2 Généralité sur les prothèses de la hanche .....	25
II.2.1 Définition.....	25
II.2.1.1 la hanche .....	25
II.2.1.2 La prothèse de la hanche .....	27
II.2.1.3 La prothèse totale de la hanche .....	27
II.2.2 Approche biomécanique de l'articulation coxo-fémorale .....	30
II.2.2.1 Mobilité de la hanche.....	30
II.2.2.2 Chargement et pression appliqués à la hanche .....	31
II.2.3 Utilisation des biomatériaux pour une prothèse totale de la hanche.....	33
II.2.3.1 Les constituants de la prothèse totale de la hanche .....	33
II.2.3.2 Conséquences, réponse de l'organisme .....	35
II.3 Biodégradation et usure de la prothèse totale de la hanche.....	36
II.3.1 Biodégradation de la prothèse totale de la hanche.....	37
II.3.1.1 Les effets lentement destructeurs .....	37
II.3.1.2 Conditions générales initiales d'une biodégradation.....	37
II.3.1.3 Dégradations de la surface .....	38
II.3.1.4 Biodégradations fonctionnelles .....	38
II.3.1.5 Biodégradations programmées .....	38
II.3.1.6 Biodégradations environnementales.....	39
II.3.2 La corrosion.....	39
II.3.2.1 Influence du milieu biologique.....	39
II.3.2.2 Types de corrosion en milieu biologique .....	40
II.3.3 La tribologie .....	40
II.3.3.1 L'usure .....	41
II.3.3.2 Sollicitations mécaniques.....	41
II.4 Conclusion .....	43
Chapitre III.....	25
Méthodes et techniques expérimentales .....	25
III.1 Introduction.....	44
III.2 Présentation de la pièce .....	44
III.2.1 La prothèse de la hanche .....	44
III.2.2 Appareils utilisés .....	45

III.3 Outils de caractérisation physico-chimique de l'acier inoxydable 316L et de l'alliage de titane Ti6Al4V .....	45
III.3.1 Analyse par la diffraction des rayons X (DRX) .....	45
III.3.1.1 Définition et objectif.....	45
III.3.1.2 Principe de la méthode .....	46
III.3.1.3 Appareillage .....	47
III.3.1.4 Applications de la diffraction des rayons X.....	47
III.3.1.5 Technique de diffraction.....	47
III.3.2 Analyse par fluorescence des rayons X .....	48
III.3.2.1 Définition et objectif.....	48
III.3.2.2 Principe de la méthode .....	49
III.3.2.3 Appareillage .....	50
III.3.2.4 Application.....	51
III.3.2.5 Technique de fluorescence.....	51
III.3.3 Analyse par microscopie optique .....	51
III.3.3.1 Définition et objectif.....	51
III.3.3.2 Principe de la méthode .....	52
III.3.3.3 Appareillage .....	52
III.3.3.4 Application.....	52
III.3.3.5 Technique de la microscopie optique .....	52
III.3.4 analyse par teste de corrosion électrochimique .....	53
III.3.4.1 Définition et objectif.....	53
III.3.4.2 Principe de la méthode .....	54
III.3.4.3 Appareillage .....	55
III.3.4.4 Application.....	55
III.3.4.5 Technique des tests électrochimiques .....	56
III.4 Outils de caractérisation mécaniques de l'acier inoxydable 316L et de l'alliage de titane Ti6Al4V .....	57
III.4.1 Essai de dureté.....	57
III.4.1.1 Définition et objectif.....	57
III.4.1.2 Principe de L'essai Vickers .....	58
III.4.1.3 Appareillage .....	58
III.4.1.4 Application.....	59
III.4.1.5 technique de l'essai .....	59



III.5 conclusion .....	60
Chapitre IV.....	44
Résultats et discussion .....	44
IV.1 Introduction .....	61
IV.2 Analyse et interprétation des données de la diffraction des rayons X .....	61
IV.2.1 Analyse .....	61
IV.2.1.1 Identification des pics de diffraction .....	63
IV.2.1.2 Structure cristalline .....	63
IV.2.2 Interprétation des résultats .....	64
IV.2.3 Discussion .....	64
IV.3 analyse et traitement des données résultantes de la fluorescence des rayons X.....	65
IV.3.1 Analyse .....	65
IV.3.2 Discussion .....	66
IV.3.2.1. Résistance à la Corrosion .....	66
IV.3.2.2 Propriétés mécaniques .....	66
IV.3.2.3 Homogénéité et Traitement de Surface .....	66
IV.4 analyse par microscope optique .....	67
IV.4.1 Analyse des images obtenu par microscope optique .....	67
IV.4.1.1 structure cristalline .....	67
IV.4.1.2 Morphologie des grains .....	68
IV.4.1.3 Précipités et Inclusions .....	68
IV.4.1.4 Discussion.....	68
IV.5 analyse des résultats des tests électrochimiques .....	69
IV.4.1.2 Interprétation de la courbe de Tafel .....	72
IV.4.2 Discussion .....	73
IV.6 Analyse des résultats de la microdurté.....	74
IV.6.1 analyse des images et le graphe.....	74
IV.6.1.1 Homogénéité de la Dureté .....	74
IV.6 Conclusion .....	75
Conclusion générale .....	61
Références bibliographique .....	76
Résumé .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>

## Liste des figure

Figure I.1: Les organes qui peuvent être remplacés par des biomatériaux.....	3
Figure I.2:(a)prothèses dentaire, (b) prothèses oculaire de shar-e-soukhteb remonte à la préhistoire. ....	4
Figure I.3:(a)schematic presentation of the articulated arm and hand prosthesis of the German knight Goetz von Berlichingen (1480-1562),(b) prothèses inventées ou perfectionnées articulaires .....	4
Figure I.4: Classification des biomatériaux (d'après [MUST99]) .....	7
Figure I.5: (a) La tige TSF en acier inoxydable. (b) La tête fémorale en acier inoxydable .....	8
Figure I.6: Système spinal d'implant orthopédique de vis de Pédicule en alliage cobalt-chrome .....	9
Figure I.7 : Prothèse dentaire en alliage à base de nickel.....	10
Figure I.8: Implant dentaire en alliage à base de titane. ....	10
Figure I.9 : La prothèse de tête fémorale et insert en céramique .....	12
Figure I.10: système de fermentateur et point problématique liés à la construction: 1 = pompe, 2 = système de fermeture, 3 = joints, 4 = filtres, 5 = bioréacteur. ....	16
Figure I.11: Module de Young de différents biomatériaux en fonction de la porosité. ....	18
Figure II.1: anatomie de la hanche. ....	26
Figure II.2:(a) Arthrose de la hanche, (b) la prothèse totale de hanche. ....	27
Figure II.3: Les différents temps opératoires .....	28
Figure II.4: résultante transmise à la hanche en position d'appui monopodal. ....	30
Figure II.5:Modèle anatomique (a), modèle de calcul « balance de Pauwels » : le bras de levier gravitaire est 3 fois plus grand que celui du moyen fessier, d'où $R = 4P$ (b). ....	31
Figure II.6: (a)Evolution de la pression de contact Sur la tête fémorale en fonction de la charge, (b) Pression sur la tête fémorale, P : charge mécanique.....	33
Figure II.7: Eléments constituant une prothèse totale de hanche modulaire. ....	33
Figure II.8: Implantation d'une prothèse totale de hanche cimentée. Photos prises lors d'une opération chirurgicale. ....	34
Figure II.9: Radiographies X, a) prothèse cimentée, b) prothèse non cimentée. ....	35
Figure II.10: condition d'une biodégradation.....	37
Figure II.11: dégradation de surface.....	38
Figure II.12:(a) corrosion par piqûre, (b) Corrosion inter granulaire, (c)Corrosion sous contrainte.....	40

Figure III.1: prothèse de la hanche, référence (CE 2460 ø 54mm 303.054 18A9289 SS).....	44
Figure III.2: (a) machine de découpe abrasive, (b) polisseuse .....	45
Figure III.3: principe de la loi de bragg .....	46
Figure III.4: diffractomètre à rayons X .....	47
Figure III.5: échantillon (1) en acier inox 316L obtenu à partir d'une tige d'une prothèse, échantillon (2) en alliage de titan Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V, échantillon (3) en acier inox 316L obtenu a partir de la tête fémorale d'une prothèse.....	48
Figure III.6: Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en énergie.....	49
Figure III.7: Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en longueur d'onde.....	50
Figure III.8: analyseur XRF (Fluorescence X) portable X-200 .....	50
Figure III.9 : microscope optique .....	52
Figure III.10: potentiostat .....	55
Figure III.11: principe de l'essai vickers.....	58
Figure III.12: duromètre FALCON 400G201 .....	59
Figure IV.1: spectre de diffraction des rayons X de l'acier inoxydable 316 obtenu à partir de la tige d'une prothèse de hanche.....	61
Figure IV.2: spectre de diffraction des rayons X de l'acier inoxydable 316 obtenu à partir de la tête fémorale d'une prothèse de hanche .....	62
Figure IV.3: spectre de diffraction des rayons X de l'alliage de titane Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V .....	62
Figure IV.4: spectre de diffraction des trois échantillon .....	63
Figure IV.5: la microstructure de l'acier inox 316L .....	67
Figure IV.6: la microstructure de l'alliage du titan Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V.....	67
Figure IV.7: montre l'évolution du potentiel de repos en fonction du temps .....	69
Figure IV.8: (a) courbe d'OCP, (b) courbe de Tafel de l'échantillon en acier inox 316L obtenu à partir de la tige d'une prothèse. ....	72
Figure IV.9: Image Microscopique des Indentations de l'acier inox 316L.....	74
Figure IV.10: graphique de dureté .....	74

## Liste des tableaux

Tableau I.1: La Composition, La Chaleur De Fusion Et La Couleur Des Métaux. ....	<b>Error!</b>
<b>Bookmark not defined.</b>	
Tableau I.2: Biomateriaux Utilises Pour La Fabrication De Supports En Ingenierie Tissulaire. .....	14
Tableau I. 3: Echafaudages Fabriqués A Partir De Biomatériaux Métalliques Et Leurs Applications. ....	15
Tableau I.4: Echafaudages Fabriqués A Partir De Biomatériaux Céramiques Et Leurs Applications. ....	15
Tableau I. 5: Echafaudages Fabriqués A Partir De Polymères Et Leurs Applications. ....	15
Tableau I.6: Echafaudages Fabriqués A Partir De Biomatériaux Composites Et Leurs Applications. ....	15
Tableau I.7: Caractéristiques Mécaniques De Différents Biomatériaux. ....	19
Tableau I.8: Potentiel Normal $E^\circ$ A 25°C (En V/Au Potentiel De L'électrode Au Calomel Saturée Ecs).....	21
Tableau I.9: Rupture Par Fatigue De La Tige D'une Prothèse Fémorale.....	42
Tableau Iv.1: Les Composants Et Leur Pourcentage Massique Des Echantillons En Aciers Inox 316l.....	65
Tableau Iv.2: Les Composants Et Leur Pourcentage Massique Des Echantillons En Aciers Inox 316l.....	65
Tableau Iv.3: Paramètre Cinétique De Tafel Et Courant De Corrosion A Ph 7,4 .....	73

# **Introduction générale**

Les biomatériaux sont définis comme étant des matériaux travaillant sous contrainte biologique qui sont présents dans de nombreuses stratégies thérapeutiques. Les biomatériaux, en particulier les prothèses de hanche, jouent un rôle très important dans le domaine de la médecine régénérative et de la chirurgie orthopédique.

La prothèse de hanche est une solution médicale indispensable pour les patients souffrant de maladies dégénératives, de traumatismes ou d'autres affections de l'articulation de la hanche. Avec le vieillissement de la population et l'augmentation de l'espérance de vie, la demande pour des implants de hanche fiables et durables ne cesse de croître. Suite à cette demande, nous allons recourir à l'amélioration de la fabrication de ces prothèses au niveau national, cela permet d'enclencher le processus de production afin de baisser les prix spectaculaires en vue de réduire les dépenses de l'Etat et des organismes d'assurance maladie. En outre, diminuer la rupture des stocks de ce traitement médical.

Les prothèses doivent répondre à des critères stricts de biocompatibilité, de résistance mécanique et de stabilité chimique afin d'assurer une intégration réussie et une durée de vie prolongée dans le corps humain.

Une caractérisation physico-chimique et mécanique de ces implants est nécessaire, afin d'assurer leur fiabilité, durabilité et biocompatibilité.

Malgré les progrès dans le domaine des biomatériaux et des techniques de fabrication, les échecs implantaires restent un problème préoccupant, souvent causés par l'usure, la corrosion et le relâchement des implants. Il est donc crucial de caractériser précisément les propriétés physico-chimiques et mécaniques des matériaux utilisés pour les prothèses de hanche. Une compréhension approfondie de ces propriétés permettra de développer des implants plus performants, réduisant ainsi les complications postopératoires et les besoins de révisions chirurgicales. Ce qui est l'objectif de ce travail. pour ce faire; les travaux de recherches sont décomposés en 4 Chapitre :

Dans le premier chapitre on débute par une revue bibliographique qui définit les biomatériaux, leur historique, leurs catégories (métalliques, céramiques, polymères et naturels) et leurs propriétés essentielles pour les implantations médicales.

Dans le deuxième chapitre le mémoire examine la corrosion et la biodégradation des prothèses de hanche dans les milieux biologiques. Une attention particulière est portée à la biomécanique de l'articulation coxo-fémorale, à la réponse biologique aux matériaux implantés, et aux différents types de corrosion et d'usure que subissent ces prothèses.

Dans le troisième chapitre des techniques de caractérisation physico-chimique (diffraction des rayons X, fluorescence des rayons X, microscopie optique) et des tests électrochimiques pour évaluer la corrosion. Des essais de dureté sont également réalisés pour examiner les propriétés mécaniques des deux matériaux.

Dans le quatrième chapitre on a l'ensemble des résultats expérimentaux qui montrent la différence entre l'acier inox 316L et l'alliage de titan Ti6Al4V en termes de résistance à la corrosion, propriétés mécanique et homogénéités.

Ce travail se termine par une conclusion générale résumant l'essentiel des résultats obtenus et les perspectives à entreprendre pour approfondir cette étude.

# **Chapitre I**

## **Revenu bibliographique**



## I.1 Introduction

Les biomatériaux sont conçus pour maintenir l'intégrité et le confort de vie des personnes souffrant de déficiences fonctionnelles sévères ou victimes de blessures et de brûlures. Le développement de ces matériaux vise à produire des dispositifs capables de compenser les fonctions des organes endommagés, que ce soit par des implants, des prothèses ou d'autres dispositifs médicaux.

Un biomatériau doit correspondre à un cahier des charges très précis. Si la prothèse est un implant dentaire ou une prothèse de la hanche, le cahier des charges sera différent puisque le milieu d'implantation et les propriétés requises ne sont pas les mêmes. Dans ce cahier des charges, la résistance à la corrosion et la réponse biologique favorable vont être réunies sous le terme de « biocompatibilité », critère primordial et essentiel.

## I.2 Généralités sur les biomatériaux

### I.2.1 Définition

Les biomatériaux sont des matériaux qui remplacent un fonctionnement ou un organe. La société européenne des biomatériaux a défini lors de la conférence du consensus de chester en 1991 un biomatériau comme "*un matériau conçu pour interagir avec le système biologique, en participant à la constitution d'un dispositif à visée diagnostique ou à celle d'un substitut de tissus ou d'organe ou encore à celle d'un dispositif suppléance (ou d'assistance) fonctionnelle*".[1] se sont des matériaux compatible avec l'organisme utilisé pour pallier la déficience d'un organe (les implants ) ,Etre employer en chirurgie réparatrice (les prothèses ), Etre utilisés dans la fabrication des outils d'investigations de corps humain(appareils et articles médico-chirurgicaux).

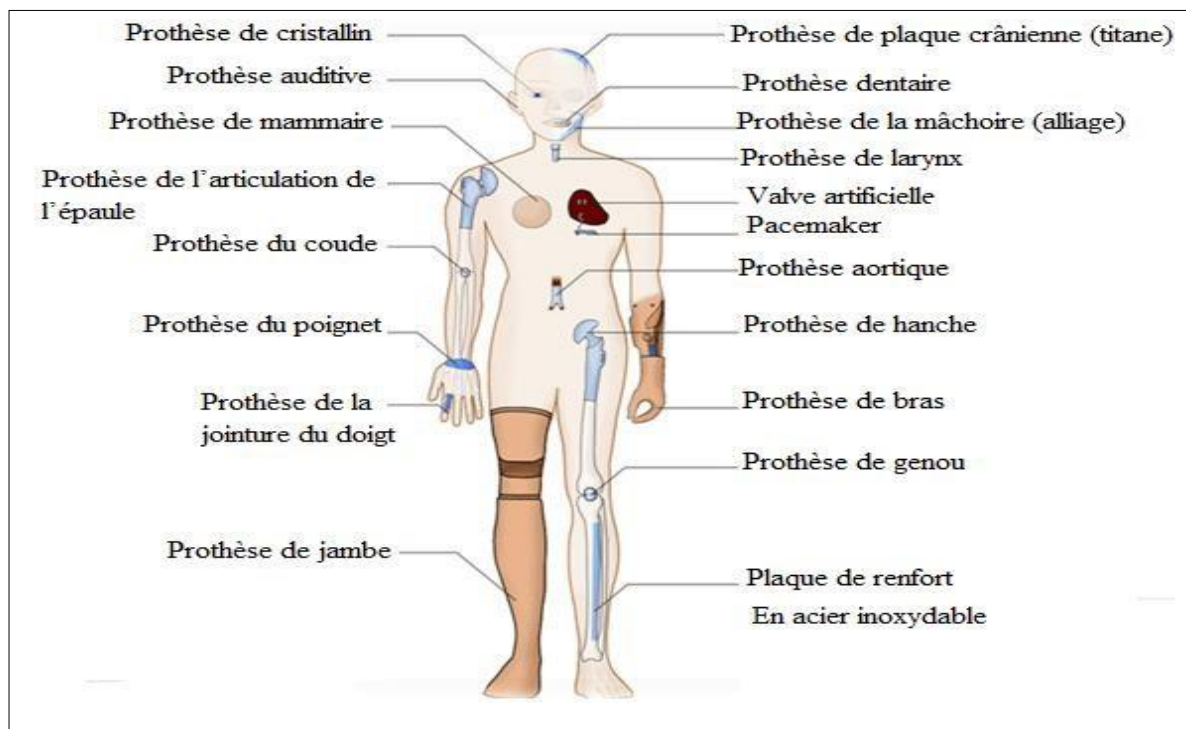
Les biomatériaux peuvent être inerte (alumine, zircone, titane, polymères) ou actif (céramiques, poly cristallines en hydroxyapatite, beta-TCP, vitrocéramiques, composites polyéthylène / HAP ...) ou bien résorbables (beta-TCP, bio verre ...).

La définition d'un biomatériau n'inclut pas uniquement les biomatériaux métalliques ou céramiques. Un biomatériau peut être aussi une autogreffe, allogreffe ou xélogreffe utilisée comme une transplantation de matériaux [2].

Les biomatériaux sont donc utilisés pour les dispositifs médicaux qui sont définis dans le règlement de (UE) 2017 /745 du parlement européen et du conseil remplacera définitivement les directives 90/385/CEE et 93/42/CEE en 20/03/2023[03].

"dispositif médical tout instrument, appareil, équipement, logiciel, implant, réactif, matière ou autre article, destiné par le fabricant à être utilisé, seul ou en association, chez l'homme pour l'une ou plusieurs des fins médicales précises suivantes:

- Diagnostic, prévention, contrôle, prédiction, pronostic, traitement ou atténuation d'une maladie,
- Diagnostic, contrôle, traitement, atténuation d'une blessure ou d'un handicap ou compensation de ceux-ci,
- Investigation, remplacement ou modification d'une structure ou fonction anatomique ou d'un processus ou état physiologique ou pathologique,
- Communication d'informations au moyen d'un examen in vitro d'échantillons provenant du corps humain, y compris les dons d'organes, de sang et de tissus, et dont l'action principale voulue dans ou sur le corps humain n'est pas obtenue par des moyens pharmacologiques ou immunologiques ni par métabolisme, mais dont la fonction peut être assistée par de tels moyens"[3].



**Figure I.1: Les organes qui peuvent être remplacés par des biomatériaux [4].**

## I.2.2 Historique

### 1) Avant Jésus christ

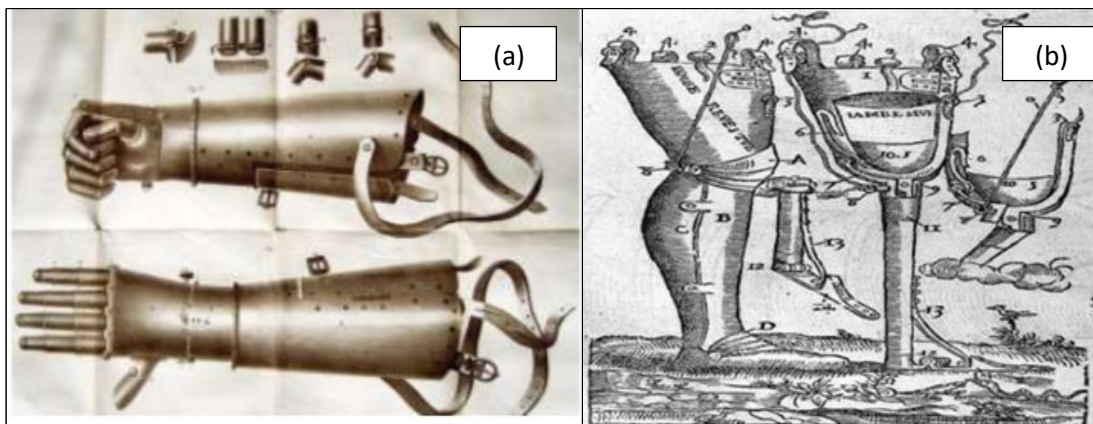
Les biomatériaux étaient réalisés avec des composés d'origine naturelle pour le remplacement des os et des dents chez les égyptiens, Grecques, Romains, Etrusques, Maya, aztèques, etc..., Les Matériaux utilisés : (or, bois, nacre, ivoire...) [5].



**Figure I.2:(a)prothèses dentaire, (b) prothèses oculaire de shar-e-soukhteb remonte à la préhistoire. [6] [7]**

### 2) Ambroise Paré (1510 – 1590)

Un chirurgien et anatomiste français, a contribué de manière significative à l'amélioration des traitements médicaux, incluant la cautérisation des plaies (ligature des artères, jaune d'œuf, d'huile de rose et de térébenthine) et la conception de prothèses (oculaires, articulaires).



**Figure I.3:(a)schematic presentation of the articulated arm and hand prosthesis of the German knight Goetz von Berlichingen (1480-1562),(b) prothèses inventées ou perfectionnées articulaires . [5]**

### 3) Les implants orthopédique

L'histoire de la prothèse de hanche remonte à l'antiquité mais les tentatives de remplacement sont souvent inefficaces voici un aperçu de leurs développement à partir de XIXème siècle [8]:

En 1981 les premières tentatives de remplacement de hanche ont été utilisées par le chirurgien Themistocles Glück qui a utilisé de l'ivoire pour remplacer les parties de l'articulation de la hanche, mais ces prothèses ne sont pas parfaite.

Au début du XXème siècle, l'utilisation de céramiques, d'alliages métalliques et de polymères a permis d'obtenir de meilleures performances et une meilleure fonctionnalité. Des vies ont été sauvées ou améliorées grâce aux stents cardiovasculaires, aux implants dentaires, aux prothèses de hanche ou aux lentilles de contact [9].

Entre 1920-1930 le Dr. Marius Smith-Petersen a développé une cupule en verre pour la hanche. Bien que fragile.

Entre 1940-1960 le chirurgien John Charnley a révolutionné la prothèse de hanche avec la combinaison de métal et de polyéthylène, Il a introduit le concept de la "basse friction" avec une tête fémorale en acier inoxydable et une cupule en polyéthylène. Après il a fixé les composants de la prothèse avec du ciment acrylique.

Entre 1970-1990 de nouveaux matériaux sont introduit comme le titane et la céramique, ainsi des revêtements ont été effectués pour les prothèses sans ciment

2000 jusqu'à nos jours Les techniques mini-invasives ont été développées, réduisant le temps de récupération et les complications post-opératoires, L'impression 3D a commencé à être utilisée pour créer des prothèses sur mesure et Les innovations se concentrent sur les matériaux avancés, comme les revêtements antibactériens et les alliages de haute performance, ainsi que sur les techniques chirurgicales assistées par ordinateur et robotisées.

#### **4) L'évolution des biomatériaux**

L'évolution des biomatériaux dans le dernier siècle fait apparaître, quatre générations de matériaux qui se distinguent par le degré de complexité et la capacité d'interagir avec l'environnement biologique.

- Première génération

Comprend les matériaux en acier et en polyéthylène.

- Deuxième génération (au milieu de XX<sup>ème</sup> siècle)

Le domaine des biomatériaux trouve ses racines dans les progrès réalisés dans d'autres industries, notamment l'aviation. Malgré l'émergence de nouveaux matériaux, les matériaux traditionnels continuent de détenir une part importante du marché des biomatériaux. Au premier rang se trouvent le titane et ses alliages, connus pour leurs propriétés inertes et passives.

Cependant, ces caractéristiques ne sont pas toujours compatibles avec le corps humain, ce qui conduit à des cas de rejet du matériel biologique. Le manque de compréhension globale des interactions entre les matériaux et les organismes a entravé les progrès dans ce domaine, une grande partie des reposant sur des données empiriques [4].

- Troisième génération (apparaît dans les années 1990).

L'idée est que ce n'est pas au corps de s'adapter au matériaux, mais bien au matériau d'être adapté au corps [4].

Le terme « biomatériau actif » semble faire référence à des matériaux qui partagent des similitudes avec les systèmes biologiques, comme la composition, en particulier en surface (les exemples incluent le phosphate de calcium, l'hydroxyapatite et le bio verre) [4].

- Quatrième génération (jusqu'à présent)

On assiste à une véritable révolution. Il s'agit de matériaux qui interagissent en profondeur sur les systèmes biologiques : régulation de processus biologiques, intégration véritable dans l'organisme, capacité de se dégrader ou de lutter contre les infections après l'implantation. Dans cette catégorie entrent aussi les biomatériaux intelligents qui adaptent leurs propriétés en fonction de stimulus extérieurs ou qui contiennent des capteurs pour surveiller les fonctions et interagir avec les systèmes biologiques. Cette génération peut utiliser les principes du design biologique (bio mimétisme). Ces matériaux en sont encore au stade de la recherche et ne pénètrent que lentement sur le marché dans la mesure où les essais et leur accréditation demandent beaucoup d'argent et de temps [4].

### **I.2.3 Catégories des biomatériaux**

Les biomatériaux utilisés de nos jours sont divisés en quatre grandes classes, qui peuvent elles-mêmes être subdivisées selon la nature des biomatériaux ou selon leur comportement vis-à-vis des milieux biologiques.

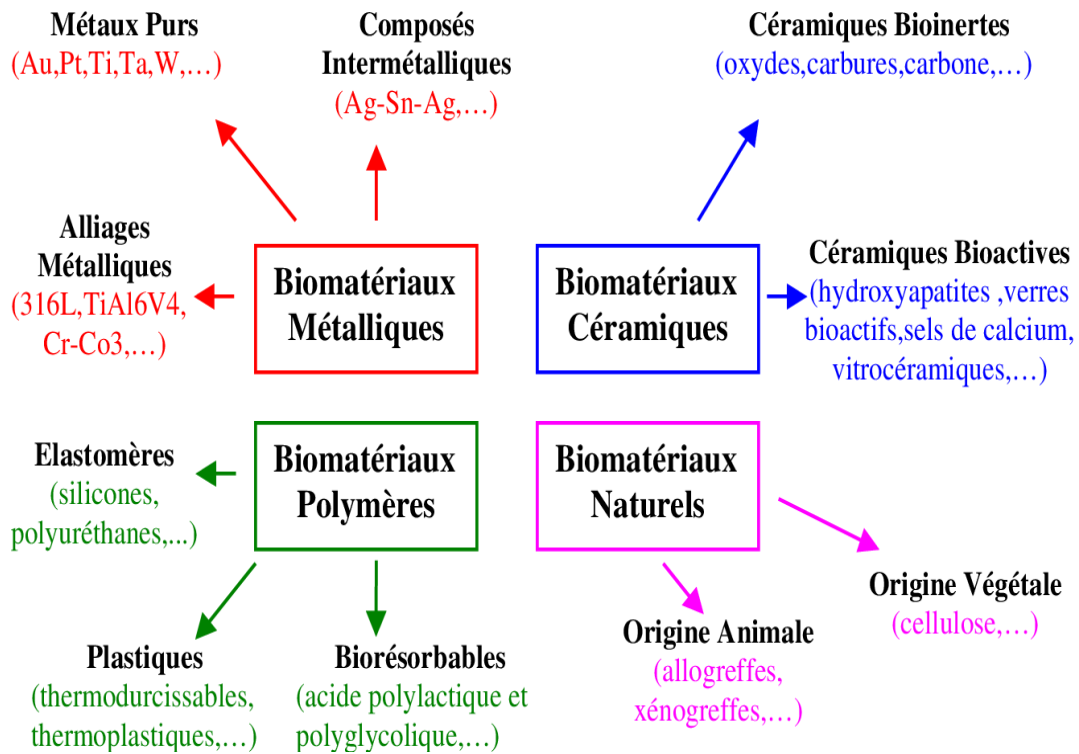


Figure I.4: Classification des biomatériaux (d’après [MUST99]) [10].

### I.2.3.1 Biomatériaux métallique

Les métaux et les alliages métalliques sont parmi les premiers biomatériaux à avoir été utilisés pour des applications biomédicales. Ils sont principalement en orthopédie (articulation, plaques, vis, clous), en stomatologie (prothèses, pièces, de dentiers, pivots, plombage) et en chirurgie (instrument).

Tableau I.1: la composition, la chaleur de fusion et la couleur des métaux [2] .

Métal	Couleur	Chaleur fusion (approximative)	Composition
Acier	Gris	Autour de 1535°	Fer et Carbone (0,5% à 1,5%)
Acier inoxydable	Gris brillant	Autour de 1535°	Fer-Carbone avec au moins 10% de chrome. (Parfois du nickel, de molybdène ou du vanadium)
Aluminium	Blanc métallique	660°	
Bronze	Jaune or	280° à 950°	Cuivre- Etain
Cuivre	Rouge	1080°	

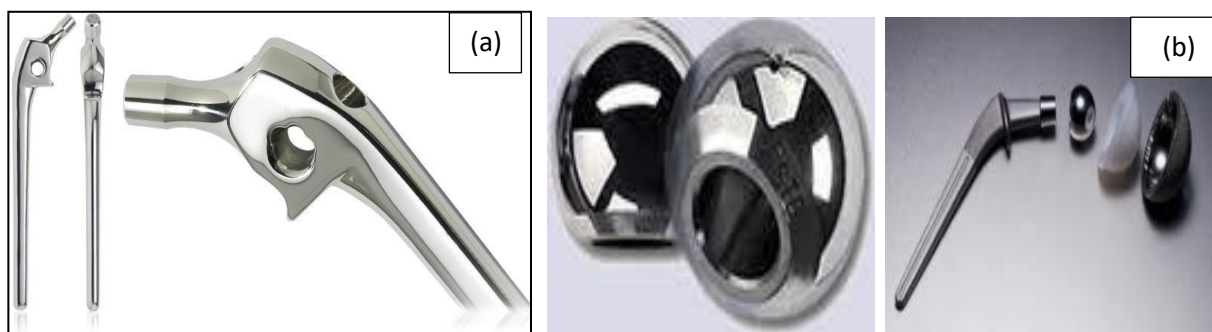
<b>Etain</b>	Blanc pur	230°	
<b>Fer</b>	Blanc gris	1500°	Carbone (0,1 à 0,5%)
<b>Fonte</b>	Blanc ou gris	1100°	Fer et carbone (1,5 à 0,5%)
<b>Laiton</b>	Jaune rouge	870 à 1000°	Cuivre Zinc
<b>Plomb</b>	Blanc bleuâtre	330°	
<b>Titane</b>	Gris foncé brillant	1660°	Titane, Aluminium, vanadium
<b>Zinc</b>	Blanc bleuâtre	420°	

La grande diversité de métaux et alliages métalliques permet la classification suivante :

### 1) Acier austénitiques

Les aciers austénitiques Cr-Ni-Mo indifférents à la corrosion surtout utilisés pour des articulations artificielles (endoprothèses), en raison de leurs fortes propriétés (grande dureté et ténacité élevée), ils sont employés dans les tiges ou comme tête d'articulation qui sont des parties devant résister à d'importantes contraintes [11].

Le plus utilisé est l'acier inoxydable 316L : (Fe, C : 0,02%, Cr : 17%, Ni : 12%, Mo : 2%). En ce qui concerne les instruments chirurgicaux comme les scalpels, les ciseaux ou les aiguilles, le choix se porte sur les aciers chromés qui supportent des contraintes plus élevées. Les recherches sont encore focalisées sur l'amélioration de la résistance à la corrosion et la prévention contre la libération d'ions Ni<sup>2+</sup>, toxiques [1].



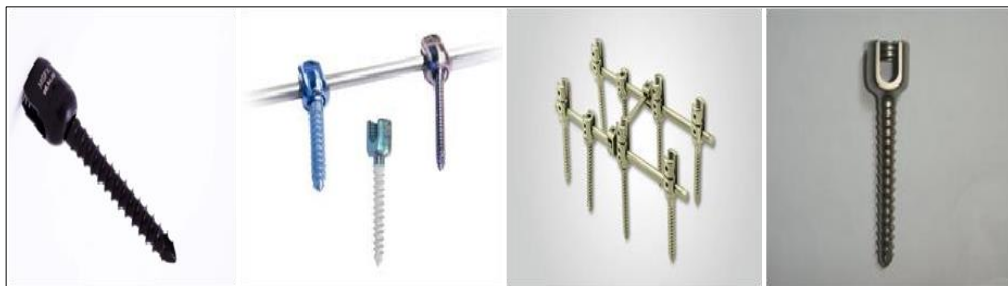
**Figure I.5: (a) La tige TSF en acier inoxydable. (b) La tête fémorale en acier inoxydable**

En raison d'éventuelle corrosion d'acier inoxydable 316L à l'intérieur du corps dans certaines régions appauvries en oxygène et mécaniquement très sollicités, des traitements de surface, telles que l'application des couches minces de nitrure de titane (TiN) ou bien de nitrure de titane dopé à l'oxygène (TiNO) peuvent remédier à ces contraintes chimiques et améliorer

d'autres propriétés mécaniques telle que la dureté et la résistance à l'usure de l'acier inoxydable 316L [12].

## 2) Les alliages à base de cobalt-chrome

Les alliages de cobalt sont utilisés principalement en chirurgie dentaire, en orthopédie, ainsi en cardiovasculaire. Les alliages cobalt-chrome sont principalement utilisés dans le domaine des chirurgies cardiovasculaire et orthopédique. Une teneur en Cr voisine de 25-30% confère à l'alliage une bonne résistance à la corrosion du fait de la formation d'une couche d'oxyde stable  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Notons que l'arrachement de particules dans des zones de frottement a été observé. Ces particules contenaient des ions toxiques  $\text{Cr}^{6+}$  et  $\text{Co}^{2+}$ , susceptible d'induire un relâchement des tissus entourant la prothèse. On les trouve également utilisées en implant dentaire, barre spinale et dans la reconstruction d'orbite oculaire. Les alliages les plus connus sont CoCrMoNi (Co, Cr : 28%, Mo : 6%, Ni : 2%) CoCrW Ni et CoCrMo. Une teneur en Cr d'environ 25-30% confère aux alliages Co-Cr une bonne résistance à la corrosion grâce à la formation spontanée d'un film d'oxyde stable  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ . Une addition de 4 à 7,5% de Mo ou Ni améliore le durcissement. On a remarqué dans les zones d'implant soumis à des frottements la présence de particules de 0,5 à 35 $\mu\text{m}$  contenant des ions toxiques  $\text{Cr}^{6+}$  et  $\text{Co}^{2+}$ , provenant d'un relargage dans le tissu entourant la prothèse [1].



**Figure I.6: Système spinal d'implant orthopédique de vis de Pédicule en alliage cobalt-chrome**

## 3) Les alliages à base de nickel

Le nickel est un métal facile à travailler, donc les alliages à base du nickel ont servi pour la fabrication de prothèses dentaires. Comme les alliages déjà présentés, ces matériaux sont aussi susceptibles d'être fissurés par corrosion pour laquelle ils sont peu employés. Un grand intérêt est manifesté pour l'alliage Ti-Ni à mémoire de forme. Une des applications spectaculaires est la fabrication des teints qui, injectés dans une veine sous forme compacte, se déplient au cours de la mise en équilibre thermique dans l'organisme. La résistance à la corrosion est d'une couche stable de  $\text{TiO}_2$ . Ces alliages sont utilisés plus particulièrement pour des implantations



de courte durée ou dans le cas d'utilisation extracorporelle comme les actionneurs dynamiques programmable [1].



**Figure I.7 : Prothèse dentaire en alliage à base de nickel [1]**

#### 4) Les alliages à base de titane

Le titane est un métal d'une grande dureté possédant un module d'élasticité plus faible que celui de l'acier. Sa résistance à la corrosion ainsi que la bonne biocompatibilité en font un biomatériau presque idéal [11].



**Figure I.8: Implant dentaire en alliage à base de titane.**

Le titane pur ainsi que les alliages TiAl6V4, respectivement TiAl6Nb7 trouvent une utilisation commerciale surtout pour certaines parties d'endoprothèses (tige) et en chirurgie de la colonne vertébrale ainsi que pour les prothèses dentaires.

A température ambiante, le titane pur possède une structure hexagonale ( $\alpha$ ) alors qu'au-delà de  $882^{\circ}\text{C}$ , celle-ci devient cubique ( $\beta$ ). Des adjonctions aux alliages comme de l'aluminium, du zinc, ou de l'oxygène favorisent le développement de la phase  $\alpha$  alors que le vanadium, le chrome, ou le fer stimulent la formation de la phase  $\beta$ .

Les implants en TiAl6V4 présentent les deux phases  $T^{\circ}$  ambiante ( $\alpha + \beta$ ). La couche d'oxydation de l'alliage de Ti est nettement plus épaisse que celle du titane pur. Elle est cependant plus sensible à des endommagements de la couche de passivation. L'étanchéification thermique limite le risque que des ions de surface soient dissous [11].

Le faible module d'élasticité du titane, allié à une limite de fatigue élevée, diminue aussi le risque d'apparition de sutensions à l'interface implant/os et donc le risque de régression des tissus osseux en raison de contraintes anormales. Le module d'élasticité diffère toujours d'un ordre de grandeur de celui de l'os naturel. La limite de fatigue dépend dans une large mesure du rapport volumique entre les phases  $\alpha$  et  $\beta$  ainsi que leur morphologie.

La formation et la croissance de microfissures nécessite plus d'énergie dans le cas d'une structure à gros grain avec interface  $\alpha/\beta$  que pour une structure à grain fin.

Lors de l'usinage (font, soudage), il faut tenir compte de la réactivité avec l'oxygène, le carbone et l'azote. Vu la dureté importante, les pièces sont difficiles à travailler et à déformer à froid, il faut donc travailler à chaud [11].

### **Les inconvénients des métaux et alliages métalliques [13].**

- Corrosion électrochimique et durabilité
- Mécanisme de dégradation non électrochimique incluant les interactions protéine/métal (biodégradation)
- Réactions immunitaires et d'hypersensibilité
- Adaptation des propriétés mécaniques
- Propriétés de frottement et problèmes de débris

### **I.2.3.2 Les biomatériaux céramiques**

Les céramiques se caractérisent par une température de fusion élevée, une rigidité, une légèreté, une résistance à la chaleur et aux agents chimiques, et une fragilité qui déterminent leurs domaines d'application. Dans le domaine des biomatériaux, on rencontre principalement les céramiques bio-inertes d'alumine  $Al_2O_3$  et de zircone  $ZrO_2$  dans les têtes de prothèses de hanche.



**Figure I.9: La prothèse de tête fémorale et insert en céramique**

### **I.2.3.3 Les biomatériaux polymères synthétique**

Les polymères utilisés comme biomatériaux sont principalement des substances organiques synthétiques. Leurs propriétés macromoléculaires sont comparables à celles des composants fonctionnelles de l'environnement biologique: lipides, protéines polysaccharides. Leurs avantages sont une mise en forme facile et une très grande diversité d'applications dans l'organisme humain, depuis la chirurgie plastique jusqu'aux artères artificielles et aux fils de suture dégradables, grâce à une gamme large de matériaux polymères disponible [1].

### **I.2.3.4 Les biomatériaux naturels**

- 1) les biomatériaux d'origine végétale
- 2) Les biomatériaux d'origine animale

## **I.2.4 Propriétés des biomatériaux**

### **I.2.4.1 Les propriétés requises pour une implantation**

- 1) Physique

Propriétés mécaniques proche de celles de l'os pour permettre le transfert des contraintes entre l'os et la prothèse (élasticité traduite par le module d'Young adéquate, résistance à l'usure). En effet, la densité de l'os est de l'ordre de 0.8-1.0 g/cm<sup>3</sup> et son module d'Young de l'ordre de 20 GPa. Si le module d'Young est trop différent il y aura un mauvais transfert de contraintes entre l'os et la prothèse d'où une résorption de l'os.

- 2) Chimique

Résistance à la corrosion, inertie chimique par rapport au milieu (notamment le milieu salivaire pour les implants dentaires), biocompatibilité. Ces propriétés doivent être contrôlées pour conserver l'intégrité du matériau. En effet, le corps humain est un milieu agressif et corrosif du

fait des concentrations en ions chlorure (113 mEq/l dans le plasma sanguin et 117 mEq/l dans le liquide interstitiel, ce qui est suffisant pour corroder les matériaux métalliques) et en oxygène dissous. Pour les implants dentaires les conditions sont encore plus sévères puisque le milieu salivaire contient plus de produits soufrés qui le rendent plus corrosif.

### 3) Biologique

L'implantation est favorisée par l'amélioration de la reconstitution des tissus (biocompatibilité, ostéointégration). Il faut les inflammations et les phénomènes d'encapsulation qui ont lieu lorsque la prothèse est reconnue par l'organisme comme un corps étranger. Réactions immunitaires, Allergiques : (L'allergie est une réaction anormale (pathologique) et spécifique de l'organisme au contact avec une substance étrangère (allergène) qui n'entraîne pas de troubles chez un non allergique) [1].

## **I.2.5 Domaine d'application des biomatériaux**

La chirurgie réparatrice et celle de celle de la suppléance fonctionnelle constituent le domaine d'application le plus important des biomatériaux. D'autres spécialités médicales recourent également à des outils d'investigations ou d'intervention endoscopique impliquant l'emploi de matériaux appelés aussi à être confrontés au milieu biologique [1].

### **I.2.5.1 Dans le milieu hospitalier**

Les différentes utilisations de biomatériaux dans le milieu médical avec des exemples d'application:

#### 1) Ophtalmologie

Lentilles, implants, coussinets de récupération, produits visqueux de chambre postérieure

#### 2) Odontologie–stomatologie

Matériaux de restauration et comblement dentaire et osseux, traitements prophylactiques, orthodontie, traitement du parodonte et de la pulpe, implants, reconstruction maxillo–faciale.

#### 3) Chirurgie orthopédique

Prothèse articulaires (hanche, coude, genou, poignet,...), Orthèse, ligaments et tendons artificiels, cartilage, remplacement osseux pour tumeur ou traumatisme, chirurgie du rachis, réparation de fractures (vis, plaques, clous, broches), matériaux de comblement osseux injectable.

#### 4) Chirurgie cardio–vasculaire

Valves cardiaques, prothèses vasculaires, stimulateurs cardiaques, stents, angioplastie, cathéters endoveineux.

5) Urologie–Néphrologie

Dialyseurs, poches, rein artificiel, prothèses du pénis, matériaux pour traitement de l'incontinence.

6) Endocrinologie–Chronothérapie

Biocapteurs, pancréas, et foie artificiels, pompes portables et implantables.

7) Chirurgie esthétique

Matériaux et implants pour chirurgie esthétique.

8) Chirurgie générale et divers

Sutures, ligatures, drains de chirurgie, colles tissulaires, peau artificielle [14].

### I.2.5.2 En ingénierie tissulaire

Les biomatériaux utilisés actuellement en ingénierie tissulaire afin de fabriquer des supports pour les cellules.

**Tableau I.2: Biomateriaux utilisés pour la fabrication de supports en ingénierie tissulaire [14].**

Biomatériaux pour échafaudages			
Natural biomaterials		Synthetic biomaterial	
<i>Protein origin</i>	<i>Polysachharide origin</i>	<i>Polymer biomaterial</i>	<i>Ceramic biomaterial</i>
Silk	Hyaluronan	Polyethylene	Alumina
Collagen	Alginate	glycol(PEG)	Zirconia
Fibrin	Agarose	Polyglycolide (PGA)	Sintered HA
gelatin	Chitosan	Poly-lactic-co-glycolic acid (PLGA)	$\alpha$ or $\beta$ tricalcium phosphate ( $\alpha$ TCP or $\beta$ TCP)
	algae	Poly-D, L-laetide (PDLA)	Tetracalcium phosphate
		Poly-c-caprolactone(PCL)	Hydroxyapatite
			Bioactive glasse
			Calcium phosphate

Les tableaux ci-dessous représentent les différents types d'échafaudages utilisés en ingénierie tissulaire et leurs applications en fonction des biomatériaux utilisés.

**Tableau I. 3: Echafaudages fabriqués à partir de biomatériaux métalliques et leurs applications[5].**

Materials	Applications
Titanium and its alloys	Maxillofacial, oral, cardiovascular surgery, hip implants
Cobalt-based alloys	Artificial joint implants
Magnesium alloys	Bioresorbable scaffolds, bone regeneration
Strainless steels	Implant dentistry

**Tableau I. 4: Echafaudages fabriqués à partir de biomatériaux céramiques et leurs applications [14].**

Particulars	Application
Bioglass	Bone and soft tissue replacement
Hap (derived from Labeorohita)	Artificial hip joints, dental implants and screws, bone cavity filling
Tetracalcium phosphate (TTCP)	Dental cement
Tricalcium phosphate (TCP)	Bone replacement

**Tableau I.5: Echafaudages fabriqués à partir de polymères et leurs applications [14].**

Component	Applications
PLGA, PTFE, collagens	Orthopedic application
Chitosan, Hap	Bone, Cartilage or osteochondral tissue engineering
Gelatin, Hap and collagen	Sustainable and controllable drug delivery
PPF, Collagen, and Chitosan	Tissue engineering scaffolds
Collagen ( derived from Tilapia fish scale)	Food, medical, and cosmetic industries

**tableau I.6: Echafaudages fabriqués à partir de biomatériaux composites et leurs applications [14].**

Name	Application
Col-Hap	Skeletal bones replacement
PLA-PUU [Poly lactide-Polyurethane-urea]	Tissue engineering

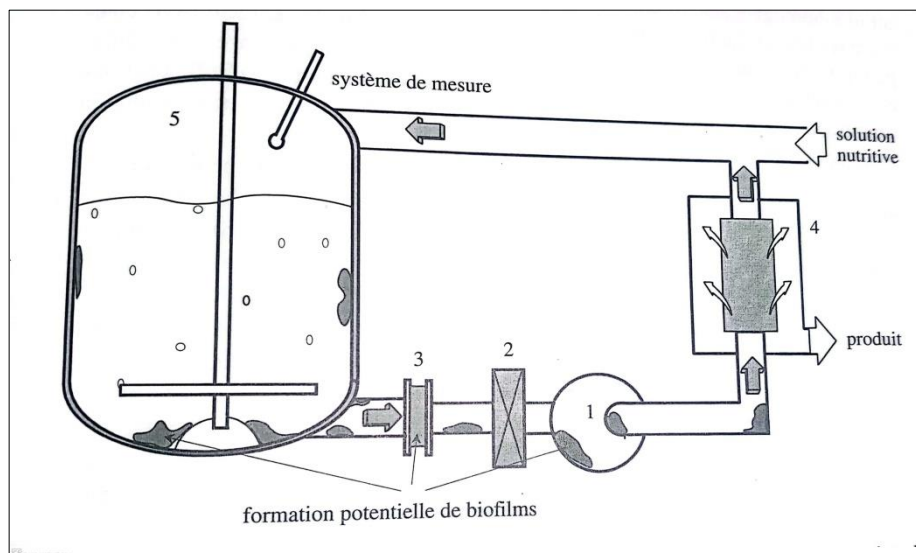
## I.3 Exigence pour l'utilisation de matériaux dans les milieux biologiques

### I.3.1 La stérilité

La stérilité absolue est l'absence totale de microorganismes adhérant à la surface, ceci inclut la diffusion d'organismes et les processus d'adhésion à la surface du matériau. Une telle exigence est abstraite et reste totalement illusoire: on ne peut qu'établir un taux de colonisation maximal qui exclut tout risque de contamination de l'environnement.

Les exigences d'hygiène occupent une place prépondérante en médecine et en biologie. Le transport des organismes à la surface des matériaux peut être passif ou actif. Ainsi, en quelques jours, des films bactériens peuvent migrer sur la surface d'un cathéter jusqu'à un point critique.

Aux endroits difficiles d'accès, la stérilisation doit pouvoir être garantie même après un temps prolongé. Des zones soumises à des turbulences peuvent donner lieu à des chutes de température, qui risquent alors de conduire à une stérilisation incomplète, si un procédé thermique est utilisé, ou de limiter l'accès à un autre produit de stérilisation. Dans ce cas, le problème n'est pas dû au choix du matériau, mais il vient de la forme de la construction et de la nature de la phase liquide.



**Figure I.9: système de fermentateur et point problématique liés à la construction: 1 = pompe, 2 = système de fermeture, 3 = joints, 4 = filtres, 5 = bioréacteur [11].**

Cette figure donne une idée de la multitude d'espaces creux que l'on trouve dans des installations biotechnologiques.

Les problèmes de corrosion provoqués par des erreurs de polissage ou d'assemblage sont très importants. La stérilisation modifie alors les propriétés des surfaces et donc également les conditions d'adhésion, ainsi que la probabilité de recolonisation.

On essaie de minimiser le risque de recolonisation par des germes grâce aux biocides et aux antibiotiques. Une autre mesure consiste à mettre en place des champs électriques ou à utiliser des agents antifouling physiques. La combinaison de ces deux procédures n'a été testée qu'en laboratoire et sur des cathéters à long terme [11].

### **I.3.2 La biocompatibilité**

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 [2].

#### **I.3.1.1 Biocompatibilité structural**

La biocompatibilité structurale résulte d'une adéquation entre toutes les propriétés de la structure du matériau et les systèmes biologiques.

La forme de l'implant apparaît comme un critère évident et son obtention peut nécessiter un processus particulier comme le forgeage des métaux, conditions de frittage des céramiques, paramètres d'injections des polymères..., susceptible d'influencer les caractéristiques mécaniques du matériau comme la raideur, la résistance mécanique et la résistance à la fatigue [2].

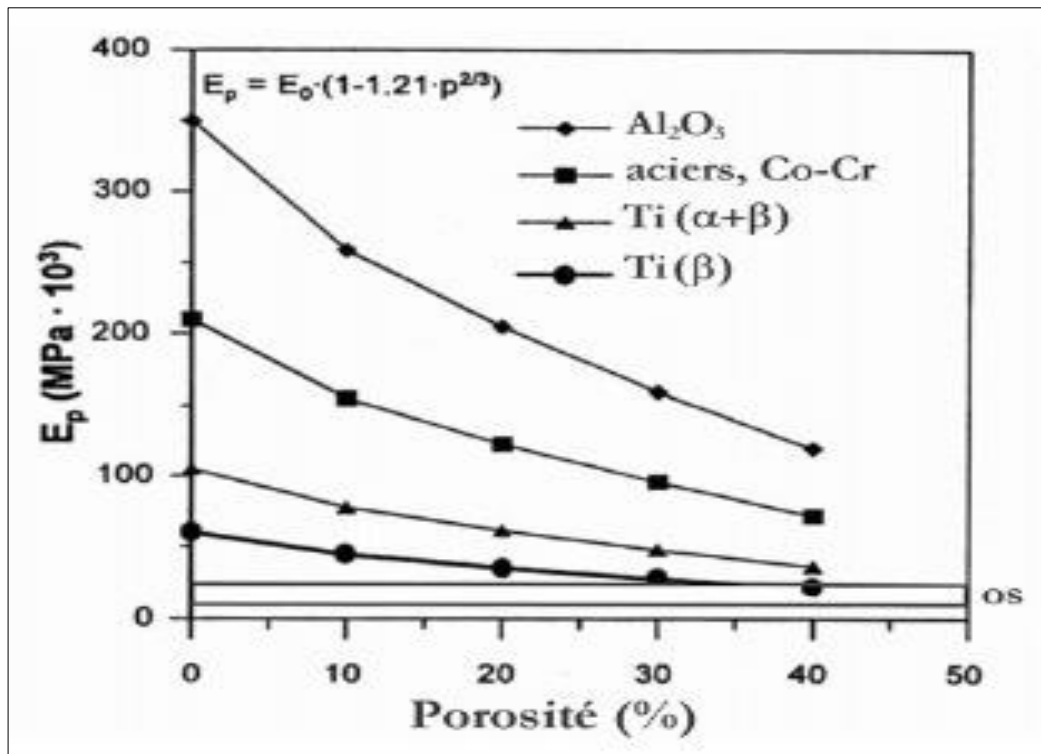
##### **1) La raideur**

La raideur, définie comme le produit du moment d'inertie  $I$  avec le module de Young  $E$  (la valeur de  $I$  étant imposée par la forme de l'implant pour un matériau donné), est un paramètre déterminant lors du choix d'un biomatériau. 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 (tableau 07), 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'isoélasticité), ou au moins de développer une continuité d'élasticité de l'implant vers l'os. A



ce jour, une des méthodes les plus utilisées reste le développement de surfaces poreuses à l'interface implant massif/os, le module E des céramiques et des métaux (figure 21) variant avec la porosité P selon:

$$E_p = E_0 (1 - 1,21 \cdot p^{2/3}) \quad [15].$$



**Figure I.10: Module de Young de différents biomatériaux en fonction de la porosité [15] .**

## 2) la résistance mécanique

L'amélioration de la résistance mécanique est l'objet de nombreux travaux afin de développer des matériaux présentant à la fois un faible module d'élasticité et une résistance élevée [2].

## 3) la résistance à la fatigue

Dans le cas d'un implant osseux sous fortes contraintes (par exemple une prothèse de hanche), les contraintes s'exerçant sur l'implant ne sont pas, en règle générale, ni uniformes ni uniquement statiques, mais aussi dynamiques. Il est donc important de considérer la résistance à la fatigue  $R_f$  de l'implant, celle-ci devant être maximale afin d'augmenter la longévité de l'implant.

Afin de prendre en compte l'ensemble de ces caractéristiques mécaniques, il est usuel de déterminer le rapport  $R_f/E$ . Les valeurs répertoriées dans le tableau mettent en évidence la supériorité du titane et des alliages de titane sur ce point, par rapport aux autres biomatériaux métalliques (aciers, alliages Co-Cr) et céramiques (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, HAP) [15].

Tableau I.7: Caractéristiques mécaniques de différents biomatériaux [15] .

<i>Biomatériaux</i>	<i>Rf<sup>1</sup>(Mpa)</i>	<i>E .10<sup>3</sup> (Mpa)</i>	<i>(Rf/E x10<sup>-3</sup></i>	
Substancia corticalis (os)	-	20	-	
FeCrNiMo (316L)	250	210	1,2	
Co-29Cr-5Mo, coulé	300	200	1,5	
CoNiCr, forgé	500	220	2,3	
Alliages de Ti ( $\alpha+\beta$ )	550	105	5,2	
Ti cp	200	100	1,8	
Ta cp	200	200	1,3	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0/400 <sup>2</sup>	380	0/1,05	
ZrO <sub>2</sub>	0/450 <sup>2</sup>	170	0/2,6	
Hydroxyapatite (HAP)	30-170 <sup>2</sup>	-	-	
PMMA	30	25	1,2	en flexion
UHMWPE	16	1,2	13,3	en compression
				cp:
				commerciallement
				Pur

### I.3.1.2 Biocompatibilité de surface

La biocompatibilité des surfaces sous-entend la compatibilité, du point de vue topographique et biochimique, entre le biomatériau et les cellules environnantes. En d'autres termes, elle définit la capacité de la surface de l'implant à favoriser ou empêcher l'adhésion et le développement cellulaire. Cette notion d'adhésion, condition sine qua none de l'ostéointégration, recouvre différents phénomènes qui demeurent le sujet de nombreuses recherches. De manière synthétique, il apparaît qu'une phase rapide de liaisons non spécifiques entre les cellules et le matériau (liaisons ioniques ou de type van der Waals) précède une phase d'adhésion plus lente impliquant diverses protéines (protéines de la matrice extracellulaire d'une part, et protéines du cytosquelette d'autre part) qui par leur interaction, induisent l'expression de nouvelles protéines qui favorisent l'ancrage définitif des cellules. Du point de

vue du biomatériau, l'expérience a révélé que le développement cellulaire était influencé, outre les caractéristiques biomécaniques déjà développées, par différents paramètres physico-chimiques comme la composition, la résistance à l'usure, la topographie et la résistance à la corrosion [15].

### 1) la composition de la surface

La composition de la surface du biomatériau ne doit pas présenter d'ions susceptibles de provoquer une réaction immunitaire. En effet, par friction, par corrosion ou encore par dégradation lors de l'opération chirurgicale, des ions peuvent être relargués dans l'organisme et réagir avec les molécules organiques (cas des ions métalliques  $V^{4+}$  ou  $Ni^{2+}$ ). Au contraire, la présence d'ions  $Ca^{2+}$  ou  $P^{5+}$  par l'intermédiaire de revêtement céramique (HAP ou TCP) s'est révélée très efficace quant à la reconstitution du tissu osseux [15].

### 2) la résistance à l'usure

La résistance à l'usure doit être maximale afin d'éviter la libération de débris lors de la friction de deux entités de dureté différente. Ainsi, dans le cas d'une prothèse de hanche métal-polymère, le support en poly tétra fluor éthylène (PTFE) a été abandonné au profit d'un polymère plus résistant : le polyéthylène UHMWPE. Aussi, afin de durcir la surface des biomatériaux métalliques, il est procédé à un grenailage de la surface ou encore à un revêtement par un composé plus dur (TiN, TiC,  $TiC_xNy$ , ...).

### 3) la topographie

La topographie du biomatériau doit être adaptée au développement des cellules environnantes (i.e. lisse s'il s'agit de fibroblastes, rugueux s'il s'agit de cellules épithéliales). Elle est généralement évaluée à l'aide de mesures de rugosité (notamment par la microscopie à force atomique) qui mettent en évidence les déviations plus ou moins régulières de la forme des surfaces par rapport à une surface idéalement lisse [15].

### 4) la résistance à la corrosion

D'un point de vue chimique, l'interaction d'un corps étranger avec les tissus peut se manifester par différents phénomènes (réaction de corrosion, hydrolyse du produit de corrosion, formation de complexes organométalliques) dont la succession catastrophique peut conduire au rejet. Dans l'eau ou les liquides physiologiques, la corrosion intervient comme un processus électrochimique où une oxydation, i.e. une perte d'électrons par le métal Me, est couplée à une réduction, i.e. un gain d'électron par l'électrolyte. Chimiquement, ces échanges, qui n'ont lieu qu'à la surface du matériau, se traduisent par les équations d'oxydoréduction suivantes, la

réaction de réduction impliquée (de l'oxygène ou du proton) dépendant des conditions de pH, de pression partielle d'oxygène et de potentiel électrique :



Les potentiels normaux  $E^{\circ}$ , correspondant aux valeurs du potentiel à courant  $j_{cor}$  nul, permettent de distinguer deux types de métaux

- les métaux de transition susceptibles de s'oxyder spontanément car leurs potentiels  $E^{\circ}$  sont négatifs et inférieurs à ceux des couples  $H_2/H^+$  ou  $O_2/OH^-$ ,
- les métaux "nobles" qui ne s'oxydent pas en présence des couples précités ( $E^{\circ} \gg 0$ ) [15].

**Tableau I.8: Potentiel normal  $E^{\circ}$  à 25°C (en V/au potentiel de l'électrode au calomel saturée ECS) [8].**

<i>Couple</i>	<i>Potentiel normal <math>E^{\circ}</math> (V/ECS)</i>
Ti / Ti <sup>4+</sup>	-1,75
Cr / Cr <sup>3+</sup>	-0,74
Co / Co <sup>2+</sup>	-0,277
Ni / Ni <sup>2+</sup>	-0,250
Ag /	0,7991
Ag <sup>+</sup> Pt /	1,2
Pt <sup>+</sup> Au /	1,7
Au <sup>+</sup>	

La résistance à la polarisation est un autre paramètre qui permet d'évaluer la résistance à la corrosion d'un métal ou d'un alliage. Elle est définie comme étant le rapport du potentiel de corrosion sur le courant de corrosion.

Pour toute la réaction de corrosion à l'interface (métal/fluide biologique), un produit de réaction est formé lors de ce processus électrochimique. Dans le cas du titane, aluminium et acier inoxydable, la formation d'une fine couche d'oxyde stable  $TiO_2$ ,  $Al_2O_3$  et  $Cr_2O_3$  respectivement, conduit généralement au ralentissement de la vitesse de corrosion. Ce phénomène est appelé passivation.

Toutefois, le produit issu de la corrosion au contact du liquide physiologique naturellement riche en eau peut s'hydrolyser et former un composé ionique susceptible d'interagir avec des ligands organiques et créer ainsi des complexes organométalliques. Ce phénomène est un autre critère important de biocompatibilité.

La corrosion uniforme des biomatériaux métalliques, qui doit être prise en compte lors de l'élaboration de l'implant, n'est pas toujours le type de corrosion rencontré pendant le processus électrochimique. En effet, d'autre type de corrosion locale plus dangereuse pouvant intervenir lors du contact implant/liquide physiologique. Ces formes de corrosion se manifestent par la formation des piles locales superficielles due à l'association de plusieurs matériaux métalliques (corrosion galvanique), l'hétérogénéité de la composition du matériau ou par l'endommagement de la couche de passivation lors des différentes interventions. De plus, des variations locales ou temporelles du PH peuvent induire un déplacement des équilibres favorisant la dissolution localisée du métal (cas de la corrosion par piqure, corrosion caverneuse, corrosion bactérienne). Ainsi, les implants peuvent se diviser en trois natures différentes selon leurs interactions avec les tissus osseux [2].

- Les matériaux biocompatibles ou bio-tolérés

Ce sont des matériaux encapsulés dans un cocon de tissu conjonctif sécrété par les cellules afin de les isoler du reste de l'organisme. A défaut de l'étanchéité du cocon, des échanges peuvent se dérouler entre la surface du matériau et les fluides biologiques, cas du titane et de ses alliages, les aciers inoxydable, alliage Co-Cr.

- Les matériaux bio-inerte

Ces matériaux ne libèrent pas de substances toxiques, ils n'endommagent donc pas les tissus environnants, mais ne participent pas non plus aux processus intervenant aux interfaces, cas d' $Al_2O_3$ ,  $ZrO_2$ , le corail.

- Les matériaux bioactifs

Ils réagissent avec l'environnement biologique et favorisent ainsi, l'adhésion ou la croissance cellulaires, c'est le cas des matériaux dits ostéoconducteurs comme l'hydroxyapatite (HA) et le tri calcium phosphate (TCP).

### **I.3.3 Hémostabilité**

L'hémostabilité rend compte de l'interrelation dynamique entre une surface artificielle et les réactions de défense non spécifique du sang.

Le sang est un liquide possédant un flux donné et l'implant ne doit pas modifier les conditions de flux. Les cellules sanguines sont sensibles au cisaillement et elles peuvent être endommagées par une éventuelle modification des contraintes de cisaillement.

#### **I.3.3.1 L'interface sang et surface artificiel**

##### 1) Contraintes mécaniques hémodynamiques et rhéologie

L'écoulement du sang dans le système circulatoire, étudié par le profil de vitesse, met en évidence des zones de contraintes mécaniques sous forme de forces de cisaillement. Elles dépendent des propriétés mécaniques et géométriques du vaisseau, du type de flux et de la viscosité sanguine. Elles sont maximales au contact de la paroi vasculaire, dans les cavités cardiaques et au contact d'une paroi synthétique. Elles favorisent les interactions entre les éléments sanguins et la paroi du vaisseau d'autant plus que le flux sanguin est le plus souvent turbulent. Les variations de flux jouant sur la clairance et la concentration locale des éléments sanguins, c'est au contact de la surface que se trouvent réunies les principales conditions hémodynamiques à l'activation du sang [16].

##### 2) Les caractéristique de surface –l'énergie de surface

La forme et la texture de la surface du polymère revêtent un caractère important dans l'interaction sang et biomatériau car les traumatismes des éléments figurés du sang sont fonction de la taille des aspérités et des conditions locales de flux. Les biomatériaux à surfaces compactes et lisses offriront moins de contraintes mécaniques. D'autre part, toute surface développe une énergie de surface ou tension superficielle qui dépend de ses caractéristiques physicochimiques. Cette énergie, qui permet de classer les matériaux, explique l'adhésion de différents milieux entre eux. La surface d'un polymère est composée de différents sites formés d'atomes ou de groupes d'atomes qui exercent des forces pour des liaisons de type polaires, ioniques, hydrogènes ou hydrophobes. Le caractère hydrophobe/hydrophile de la surface est important, car le premier évènement est l'adsorption par la surface artificielle d'ions inorganiques associés à des molécules d'eau. Une surface hydrophobe induit la formation d'une

couche intermédiaire de molécule d'eau d'épaisseur et de structure ordonnée, alors qu'une surface hydrophile va être modifiée par cette couche d'eau en rompant les interactions entre les chaînes de polymères [16].

#### **I.3.4 Bio fonctionnalité**

Ou aptitude d'un matériau (ou d'un matériel) à remplir la fonction attendue pendant la durée prévue. Ces notions sont importantes à considérer car la bio fonctionnalisation des surfaces en contact avec un milieu vivant est une des clés explorée actuellement pour l'anticorrosion des biomatériaux et pour une meilleure intégration aux systèmes vivants. Plusieurs méthodes sont possibles telle la modification de la morphologie et de la rugosité de surface, des immobilisations de protéines, enzymes ou peptides toujours en surface (méthodes biochimiques) ainsi que des modifications de l'énergie de surface [13].

# **Chapitre II**

## **Corrosion de la prothèse totale de la hanche dans les milieux biologiques**



### **II.1 Introduction**

Un large panorama des différents aspects de la corrosion et traitements de surface des biomatériaux est ici développé. Rappelons que, quel que soit le domaine d'application, la corrosion n'est pas une propriété intrinsèque d'un matériau mais celle d'un système : matériau/surface/milieu. Cela est d'autant plus délicat à étudier puisque, dans le cas des biomatériaux, il s'agit d'interactions avec le vivant [13].

Lors de l'implantation d'un biomatériau dans un organisme, le problème de sa biosécurité et de sa pérennité se pose alors. Globalement, deux types d'effets biologiques peuvent se produire entre les matériaux et le milieu environnant :

- des effets du tissu receveur sur le matériau implanté (bio adhésion, biofilm) ;
- des effets du matériau sur les tissus receveurs (relargage de cations métalliques, dommages cellulaires, lyse, particules d'usure, etc.).

### **II.2 Généralité sur les prothèses de la hanche**

#### **II.2.1 Définition**

##### **II.2.1.1 la hanche**

###### **1) La hanche**

La hanche est l'articulation proximale du membre inférieur, jonction entre le bassin et la cuisse. C'est une articulation à trois degrés de liberté. Sa fonction est d'orienter le membre inférieur dans toutes les directions et de transmettre le poids du corps au membre inférieur [17].

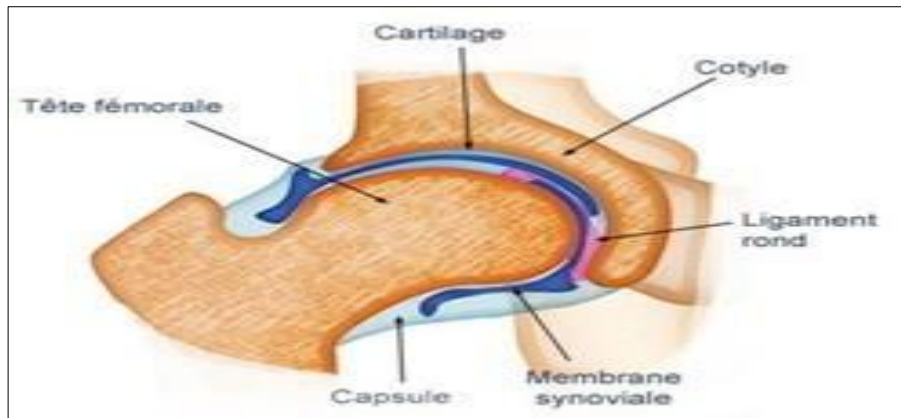
Cette articulation comprend deux éléments principaux :

- La cotyle (acétabulum)

C'est la cavité creusée dans l'os iliaque où s'insère la tête fémorale, cette cavité est recouverte de cartilage. Sur le pourtour s'insère le bourrelet cotyloïdien, fibro-cartilagineux, de forme annulaire, qui augmente la surface de contact et régularise les bords de la cotyle.

- La tête fémorale

Sa forme est quasiment hémisphérique et reliée au reste du fémur par le col fémoral. Le cartilage, parfaitement lisse et glissant recouvre la totalité de la tête fémorale.



**Figure II.11: anatomie de la hanche [4].**

La capsule, manchon fibreux très résistant qui maintient la tête fémorale en contact avec la cotyle, est tapissée sur sa face interne par la membrane synoviale. Cette membrane produit le liquide synovial, ou synovie, qui nourrit et lubrifie le cartilage. Le liquide synovial est principalement constitué d'eau, de sels minéraux et de protéines. En cas d'agression mécanique, infectieuse ou inflammatoire, un excès de liquide synovial est sécrété, c'est l'épanchement de synovie.

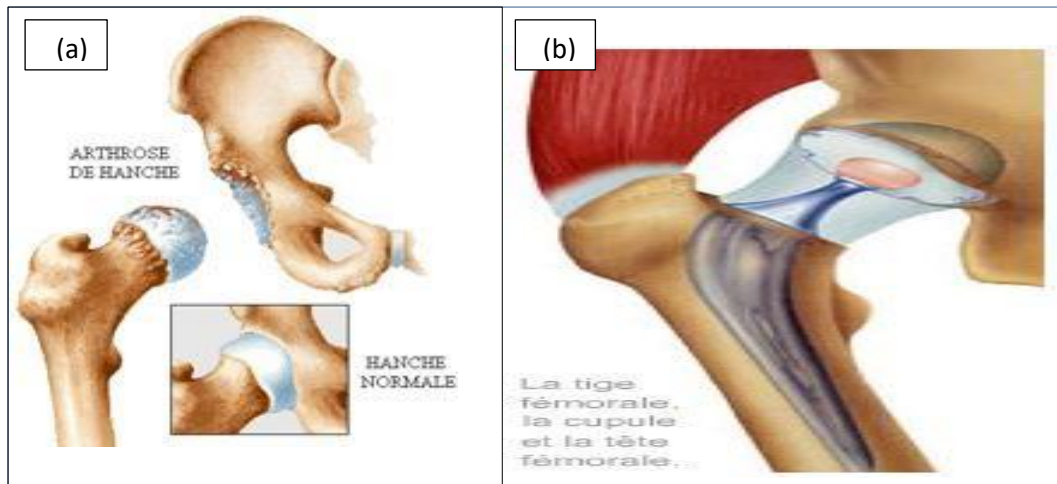
Les ligaments permettent également de maintenir les deux surfaces articulaires en contact et de stabiliser l'articulation.

- Le ligament inférieur renforce le bas de la capsule, il entrave l'abduction, mouvement qui consiste à éloigner la jambe de l'axe du corps.
- Le ligament antérieur recouvre la face antérieure de la capsule. Il entrave la rotation d'adduction, qui consiste à rapprocher la jambe de l'axe du corps.
- Le ligament postérieur situé sur la face postérieure de l'articulation limite la rotation interne de la cuisse.
- Le ligament rond, intra-capsulaire mais extra-synoviale, se divise en trois faisceaux avant de se fixer sur le cotyle. Il empêche l'extraction en cas de luxation de l'articulation.

La dégradation de la hanche est très souvent en relation avec une ou de multiples fractures ou une dégénérescence du cartilage articulaire. Ces deux événements sont très souvent la conséquence d'accidents, de maladies ou le vieillissement des tissus biologiques. Dès lors qu'un traitement médicamenteux ne donne plus satisfaction au patient, une intervention chirurgicale s'impose comme le seul remède pour soulager le patient.

### II.2.1.2 La prothèse de la hanche

L'arthroplastie de la hanche est l'une des opérations la plus fréquemment pratiquée en chirurgie orthopédique. Au cours de l'opération, le chirurgien substitue l'articulation défectueuse et la remplace par La prothèse de hanche qu'est une articulation artificielle composée de pièces mécaniques synthétiques dont le but est de rendre possible tous les mouvements d'une hanche normale. Elle peut être, en fonction de la pathologie, totale (PTH) ou partielle(PPH) [4].



**Figure II.2 : (a) Arthrose de la hanche, (b) la prothèse totale de hanche [4].**

L'élaboration d'une prothèse pose les problèmes suivants :

- La manière dont elle va simuler l'action de la partie remplacée (biomécanique, ergonomie) ;
- La tolérance de l'organisme vis-à-vis de ce corps étranger ;
- La dégradation du matériau dans le corps humain ;
- L'usure mécanique au niveau de la surface de contact ;
- L'absorption des produits d'usure échappée par les macrophages en formant les granulomes, qui fragilisent l'ancrage ;
- L'esthétique.

### II.2.1.3 La prothèse totale de la hanche

La prothèse totale de hanche est constituée de deux composants :

- 1) La prothèse cotyloïdienne (hémisphérique le plus souvent): elle remplace la cotyle ; elle est constituée elle-même de deux éléments :
  - Le métal-back en titane ou chrome-cobalt impacté dans la cotyle osseuse dont il a

la même taille ;

- l'insert articulaire s'y encastre : il est le plus souvent en polyéthylène haute densité, certains modèles proposent un insert en céramique ou métallique.

2) La prothèse fémorale remplace la tête fémorale ; elle est faite elle aussi de deux éléments :

- la tige fémorale avec son col, en titane ou chrome-cobalt, anatomique et de taille proche du canal médullaire, avec ou sans collerette cervicale, fixée dans le fémur supérieur par impaction ;
- La tête fémorale s'impacte sur le col prothétique ; elle est de longueurs variables, permettant d'ajuster au millimètre la longueur du membre inférieur ; elle est le plus souvent en céramique, ou métallique ; elle s'articule avec l'insert de la cotyle prothétique.

Lors d'une opération de remplacement total de la hanche, le chirurgien remplace la tête usée du fémur par un hémisphère (métal ou céramique) montée sur une tige, tandis que la surface de la cavité est refaite par une coiffe (polyéthylène, métal, céramique) recouverte d'une pellicule de polyéthylène.

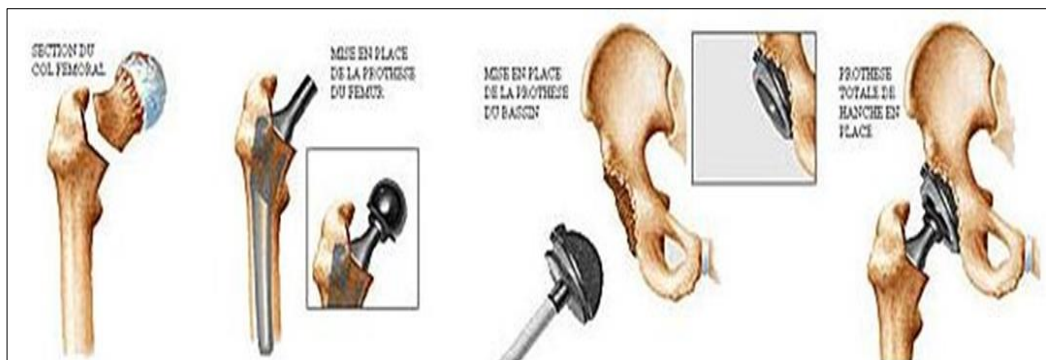


Figure II.3 : Les différents temps opératoires

Les prothèses totales de hanche sont définies par leurs formes, tailles, fixations et matériaux (titane, céramiques, couple de frottement métal-métal, etc.).

1) Selon leurs fixations, on distingue deux types de prothèse : cimentées et non cimentées.

- **La prothèse totale de hanche cimentée**, abandonnée dans notre pratique depuis 1988, sauf dans quelques cas de reprise difficile de prothèse : les implants sont fixés à l'os par l'intermédiaire d'un ciment biologique méthylmétacrylate, dont le risque est son

vieillessement et sa fracture à moyen terme, avec descellement de la prothèse.

- **La prothèse totale de hanche non cimentée**, a une durée de vie beaucoup plus longue dans notre pratique et fixée solidement par compression. Elle est anatomique et plus stable que la précédente.

Sa biocompatibilité lui permet d'épouser les contours osseux de la hanche par :

- États de surface tels que microbilles ou fibres métalliques permettent la repousse directe de l'os dans la prothèse.
- Revêtement de surface ostéoconducteur : l'hydroxyapatite. Le principe est simple : On projette par une torche à plasma une fine couche d'hydroxyapatite (150 microns en moyenne) sur la surface des prothèses. L'os identifie l'hydroxyapatite comme un de ses constituants et repousse rapidement sur le revêtement et donc sur la prothèse. Avec un recul de plus de 15 ans les revêtements ostéoconducteurs apparaissent comme le meilleur procédé de fixation aussi bien au niveau du fémur qu'au niveau de la cotyle. La cotyle prothétique sans ciment peut être fixée par des vis complémentaires, ou par simple encastrement en force. Cette cotyle est actuellement très largement utilisée. Avec un recul de 15 ans il donne de meilleurs résultats que toutes les cotyles cimentées.

2) Selon leurs couples de frottement, on distingue :

- **Le couple métal (inox, chrome cobalt)/polyéthylène** : le couple de frottement plus souvent utilisé est chrome-cobalt/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 ;

- **Le couple céramique (alumine ou zircone)/polyéthylène** : le degré d'usure est amélioré par rapport au couple précédent mais on a décrit des ruptures de tête même sans choc ;

- **Le 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 ;
- **Le 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. la cupule en métal est placée dans un bloc de polyéthylène qui joue le rôle d'amortisseur et permet de cimenter sans problème cette pièce.

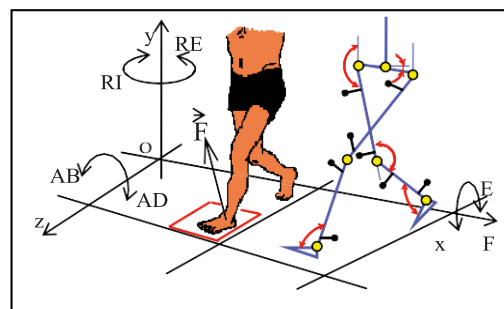
L'expérience a montré que les grosses têtes provoquent une usure et un descellement plus rapide de la cotyle en polyéthylène, elles ont été abandonnées. Les petites têtes semblent se luxer plus facilement, bien que les statistiques à ce sujet soient discordantes. Le diamètre de 28 mm semble à l'heure 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 post-opératoire. Les surfaces articulaires doivent permettre une friction la plus basse possible, pour éviter les débris d'usure et le risque de granulomes inflammatoires réactionnels, avec ostéolyse et descellement des pièces prothétiques.

### II.2.2 Approche biomécanique de l'articulation coxo-fémorale

#### II.2.2.1 Mobilité de la hanche

La stabilité du squelette humain, dépend en grande partie, de la persistance et la qualité fonctionnelle de l'articulation coxo-fémorale. Sur le plan biomécanique, on distingue trois degrés de liberté activés autour de trois axes propres à l'articulation de la hanche :

- axe antéropostérieur, assurant l'abduction et l'adduction (AB/AD)
- axe vertical confondu avec l'axe longitudinal du membre inférieur, qui permet les mouvements de rotation externe et rotation interne (RI/RE) ;
- axe transversal, autour duquel s'effectuent la flexion et l'extension (F/E).



**Figure II.4 : résultante transmise à la hanche en position d'appui monopodal [18].**

Les amplitudes maximales de ces angulations dépendent de l'état physico-neurologique du patient. Selon Calonijs et al. Ces angles sont définis par  $\theta_1 \pm 6^\circ$  pour l' (AB/AD),  $\theta_2 \pm 6^\circ$  pour la (RI/RE) et  $\theta_3 \pm 23^\circ$  pour la (F/E) [18].

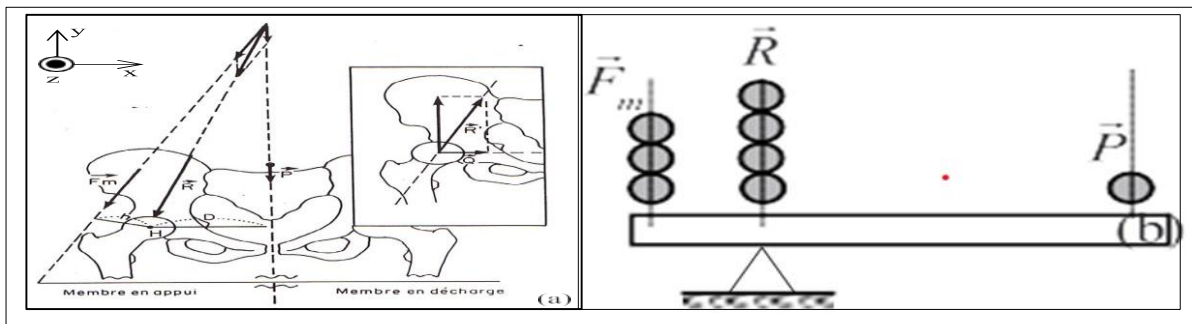
### II.2.2.2 Chargement et pression appliqués à la hanche

L'évaluation des contraintes supportées par la tête du fémur en utilisant les principes de la biomécanique articulaire :

#### 1) Modèle analytique

Il s'agit d'un calcul développé par Pauwels sur calques radiologiques par projection dans le plan frontal (o, x, y), alors que l'axe du col fémoral est antéversé, ce qui devait tenir compte du plaquage des tendons antérieurs (ilio-psoas et droit fémoral) et ce d'autant plus que l'antéversion du col est plus marquée. Pour ce que l'on nomme Balance de Pauwels, la distribution des efforts se caractérise par :

- en appui monopodal, le poids du corps en charge est celui du corps moins le poids du membre inférieur portant ;
- l'action équilibratrice est centrée sur le moyen fessier, et plus spécialement sur sa fibre moyenne. Le vecteur est toujours dirigé obliquement en bas et en dehors ;
- la résultante est construite à partir des deux vecteurs précédents. Elle est oblique en bas et en dehors, à environ  $16^\circ$  sur la verticale et passant par le centre de la tête fémorale ;
- le point de balance, de part et d'autre duquel les forces en présence doivent s'équilibrer, est présenté par le centre de la tête fémorale ;
- les bras de levier sont (D) pour la force gravitaire (poids : P), environ trois fois plus important que celui (h) de la force musculaire (action des moyens fessiers  $F_m$ ) ;
- il en résulte que, pour qu'il y ait équilibre, il faut que les moments des forces concentrées soient égaux, autrement dit  $P D = F_m h$ . Sachant que les mesures anatomiques sont définies par  $D = 3h$ , d'où  $F_m = 3P$ . Au total, la résultante R est égale à la somme algébrique des deux forces, soit  $R = 4P$ .



**Figure II.5:Modèle anatomique (a), modèle de calcul « balance de Pauwels » : le bras de levier gravitaire est 3 fois plus grand que celui du moyen fessier, d'où  $R = 4P$  (b) [18].**

### 2) Technique expérimentale

Le modèle de Rydell fait appel à l'extensométrie pour la mise en place de jauges de déformation sur une hanche de cadavre. Les résultats ont été rapportés par Carlson. Les données sont donc plus fiables, encore qu'elles ne peuvent être identiques à une situation physiologique véritable. Ses résultats sont les suivants : en appui bipodal :  $R = 1/3$  de  $P$  ; en appui monopodal :  $R = 2,5$  à  $3P$  ; en appui monopodal, pied au contact du sol :  $R = 1/8P$  ; en appui monopodal, hanche et genou fléchis (donc sans appui) :  $R = 1/8$  de  $P$ . L'autre technique expérimentale de Paul fait appel à une plate-forme munie de jauges d'extensométrie permettant de mesurer la force de réaction du sol sur le pied dans les trois plans de l'espace, ainsi que les trois moments correspondants. Connaissant la position des segments osseux et les angles articulaires, il est possible d'évaluer les contraintes transmises à travers les articulations. Les muscles sont regroupés par fonction et leurs forces sont évaluées par référence à la section totale. L'analyse du comportement des ligaments est faite grâce à l'anatomie et à des radiographies. Cette technique porte le nom de dynamique inverse. L'évolution des chargements appliqués à la liaison coxo-fémorale, selon les principes de la biomécanique se résumé ainsi :

Marche normale : maximum 5 à 6P, pendant des durées inférieures au 1/10 de seconde ;

– marche à vitesse rapide : maximum de 6,2 à 7,5P, pendant des durées inférieures au 1/10 de seconde ;

– montée d'une rampe de 10 % : maximum de 5P ;

– descente d'une rampe de 10 % : maximum de 6P.

Paul et al. Insistent beaucoup sur la variation quasiinstantanée de ces valeurs, ce qui favorise la lubrification de l'articulation et la nutrition du cartilage, chose qui ne pouvait pas se reproduire sur une articulation prothésée et inerte.



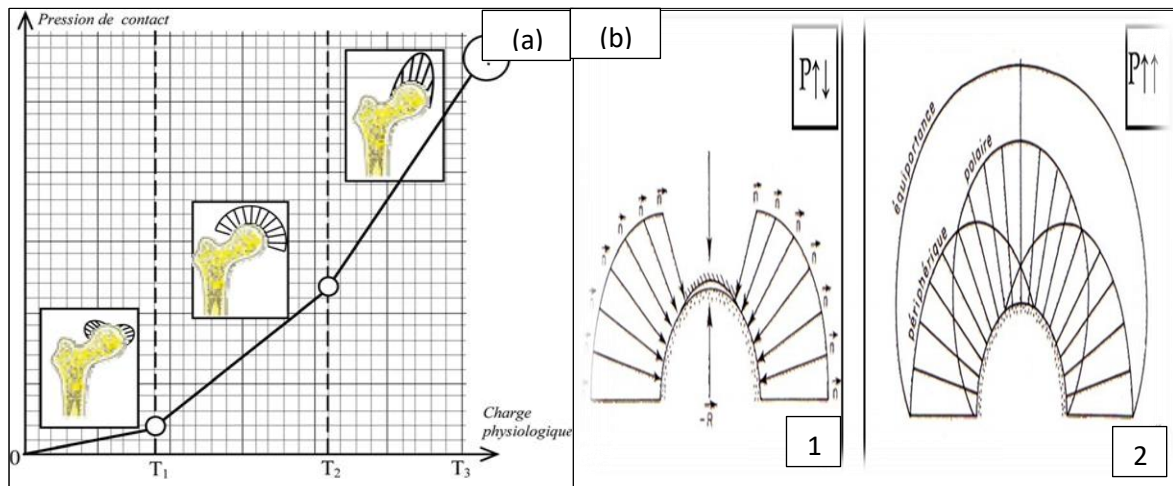


Figure II.6 : (a) Evolution de la pression de contact Sur la tête fémorale en fonction de la charge, (b) Pression sur la tête fémorale, P : charge mécanique [18].

### II.2.3 Utilisation des biomatériaux pour une prothèse totale de la hanche

#### II.2.3.1 Les constituants de la prothèse totale de la hanche

Il existe plusieurs types de prothèse visant à remplacer des articulations : la cheville, le genou, la hanche, le pouce, le poignet, le coude et l'épaule. La hanche et le genou sont les articulations qui sont le plus remplacées. Nous allons nous intéresser uniquement à la prothèse de hanche.

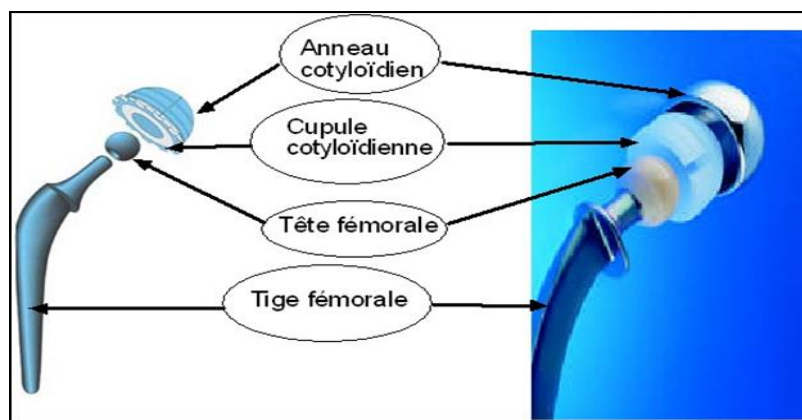


Figure II.7 : Eléments constituant une prothèse totale de hanche modulaire [19].

Elle est constituée de quatre parties principales [19]:

#### 1) L'anneau cotyloïdien

En alliage métallique, est fixé dans l'os iliaque du bassin grâce à des vis. Cette fixation peut être assurée par un ajout de ciment chirurgical entre l'os et l'anneau. Il permet l'insertion de la cupule cotyloïdienne qui remplacera l'articulation coxo-fémorale déficiente. Il peut être lisse lorsqu'il est cimenté ou encore rugueux et même strié lorsqu'il est inséré directement au contact de l'os.

### 2) la cupule cotyloïdienne

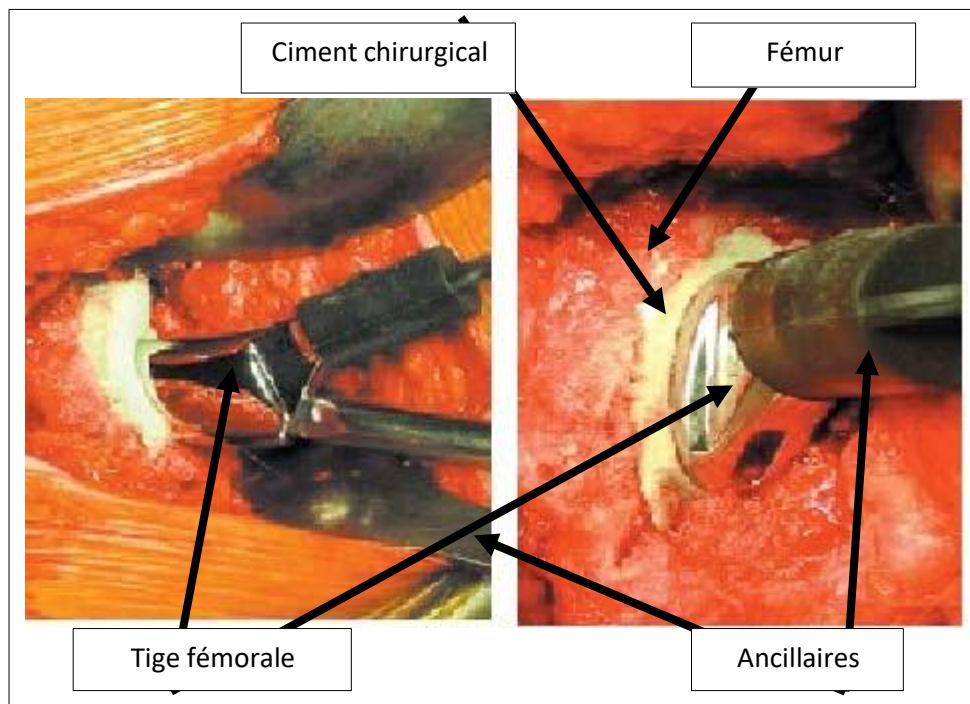
Peut-être seule insérée dans l'os iliaque si elle est en métal ou en céramique. A l'heure actuelle, elle est principalement réalisée en polyéthylène à très haut poids moléculaire, UHMWPE : Ultra High Molecular Weight PolyEthylene. Cette pièce est d'une importance capitale car elle est impliquée dans le couple de frottement le plus sollicité.

### 3) la tête fémorale prothétique

Fixée grâce à un assemblage conique à la tige fémorale. Elle remplace la tête fémorale naturelle et joue le rôle de rotule. Elle est fabriquée en céramique ou en métal. Le principe de modularité permet d'associer une tête sphérique en céramique et une tige fémorale métallique. Etant donné que le frottement le plus important se produit entre la tête fémorale et la cupule, ce principe permet de remplacer uniquement la partie supérieure de la prothèse en cas de dégradation de cette partie. L'explantation de la tige fémorale de l'os est alors évitée. Cette action est, en effet, une opération traumatisante pour le patient.

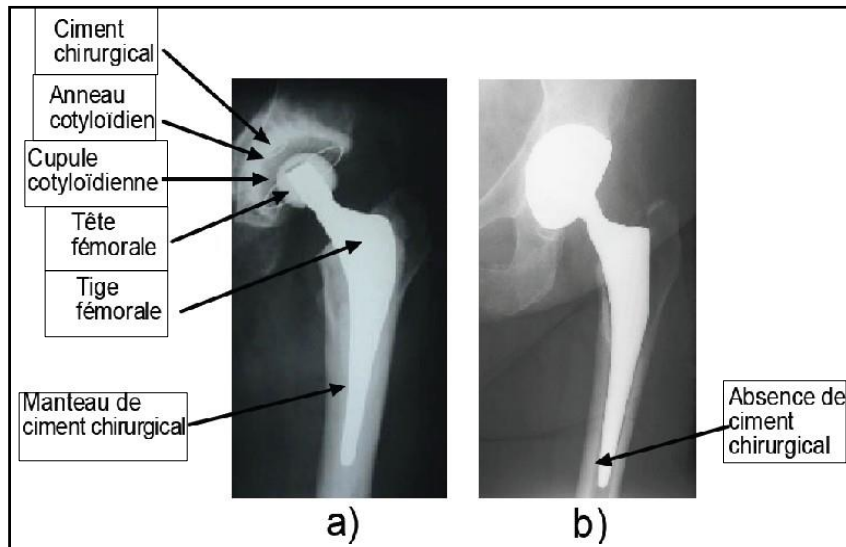
### 4) la tige fémorale

Insérée dans le canal médullaire du fémur. Elle est fabriquée en métal, acier inoxydable, alliage de titane ou de cobalt-chrome. Soit elle est insérée directement dans le fémur, soit elle est insérée avec un ciment chirurgical, à base de PMMA, la porosité du ciment permet une bonne ostéointégration.



**Figure II.8 : Implantation d'une prothèse totale de hanche cimentée. Photos prises lors d'une opération chirurgicale. [19].**

Le suivi de la tenue et de la résistance à l'usure des matériaux s'effectue grâce aux radiographies X, Le chirurgien peut ainsi contrôler les endroits de descellements.



Nous pouvons observer la présence de sois ajoutés dans le polymère constituant le ciment chirurgical. La différence avec la photo (b) s'observe le plus facilement entre la tige métallique et l'os. Nous pouvons observer un liseré sombre proche de la tige qui n'existe pas sur la photo (a) et qui signale une absence de ciment.

D'après cette description, nous pouvons entrevoir plusieurs endroits de dégradation. Nous avons déjà envisagé le frottement entre la tête fémorale et la cupule. Sous l'action des pas répétés, on peut aisément imaginer, après descellement entre la tige et l'os ou le ciment, qu'un couple de frottement puisse se créer et ainsi produire des débris d'usure. Dans la partie suivante, nous allons décrire les différentes zones de dégradation d'une prothèse de hanche [19].

### II.2.3.2 Conséquences, réponse de l'organisme

Tout d'abord, la rupture d'implant due à l'usure reste très rare. Lorsqu'elle est constatée, elle est causée par un défaut de fabrication des éléments de la prothèse. En revanche, dans le sous-chapitre précédent, nous avons décrit succinctement les étapes permettant d'aboutir aux conditions de frottement entre la tige fémorale et le ciment chirurgical ; des particules sont alors générées. On peut alors se demander comment des particules de diamètre compris entre 0,05  $\mu\text{m}$  et 5  $\mu\text{m}$  peuvent engendrer chez les patients des douleurs voire des nécroses et la rupture de l'os fémoral. En effet, l'os peut se briser par l'action conjuguée du frottement, de la génération de débris métalliques et/ou de ciment chirurgical, et de réactions biologiques.

Un acier inoxydable possède en surface une couche protectrice dite couche passive d'une épaisseur comprise entre 2 et 4 nm, composée d'oxydes et d'oxyhydroxyde de chrome et de fer.

Le frottement peut endommager ou détruire cette couche et permettre la dissolution d'ions métalliques. Sans vouloir détailler tous les mécanismes biologiques, nous allons donner certains éléments pour comprendre la modification des réactions biochimiques en présence d'ions métalliques ou d'oxydes. En présence de cellules, comme il peut se former des complexes entre les protéines et les cations métalliques, on observe alors un déplacement d'équilibre dans le sens de la production de cations, i.e. l'augmentation de la vitesse de la réaction de dissolution. Ce raisonnement est applicable aux aciers inoxydables, il semblerait qu'il ne puisse l'être à l'alliage de titane Ti-6Al-4V. Les cations tels que  $\text{Cr}^{3+}$  ou  $\text{Fe}^{3+}$  diminuent l'activité cellulaire en laboratoire, il a été observé, de plus, que les produits de corrosion de l'acier 316L, composés d'ions, d'ions associés à des ligands protéinés et d'oxydes ferreux et/ou ferriques présentaient une toxicité équivalente à celle d'une solution d'eau distillée de  $\text{Cr}^{6+}$  ; ce dernier est un des cations les plus toxiques pour l'organisme. Plusieurs mécanismes d'action sont proposés pour expliquer la toxicité dont la modification de l'activité des enzymes comme la phosphatase alcaline.

Ensuite, des mécanismes impliquant les débris de ciment chirurgical ont été isolés. Un implant est reconnu comme un corps étranger, des processus immunologiques se déclenchent et des macrophages adhèrent à la surface du matériau. Cette production des 'nettoyeurs de l'organisme' est accélérée par la présence de débris de ciment. Quand les macrophages phagocytent des particules, leur activité augmente et notamment la production d'espèces oxydantes. Une réaction de dismutation de l'anion superoxyde  $\text{O}_2^-$  en eau oxygénée  $\text{H}_2\text{O}_2$  catalysée par la dismutase superoxyde se produit. La perméation de  $\text{H}_2\text{O}_2$  à travers la membrane cellulaire est plus grande que celle de l'anion éléments métalliques. Les réactions impliquant l'eau oxygénée et les cations métalliques produisent aussi le radical HO qui est responsable du vieillissement des cellules. Le mécanisme a été isolé pour des surfaces en titane et peut être envisagé pour des implants en acier inoxydable. Dans le même sens, des travaux ont montré que la culture des ostéoblastes est perturbée par la présence de particules de PMMA. Les débris favorisent l'activité des médiateurs cellulaires et des enzymes qui engendrent un effet inflammatoire. Les réactions biologiques dépendent aussi de la taille des débris. En effet, lorsque leur taille est inférieure à 0,1  $\mu\text{m}$ , les macrophages peuvent les phagocyter sans conséquence inflammatoire [20].

### **II.3 Biodégradation et usure de la prothèse totale de la hanche**

### II.3.1 Biodégradation de la prothèse totale de la hanche

Dégradation des caractéristiques d'un biomatériau créée par l'environnement biologique dans lequel il fonctionne.

#### II.3.1.1 Les effets lentement destructeurs

- La fatigue : causée par la succession de contraintes, qui crée des altérations mineures, mais dont l'accumulation finira par entraîner la rupture.
- La corrosion : phénomène de surface qui peut entraîner progressivement des altérations en profondeur.
- L'usure : qui sera traitée dans les applications.

#### II.3.1.2 Conditions générales initiales d'une biodégradation

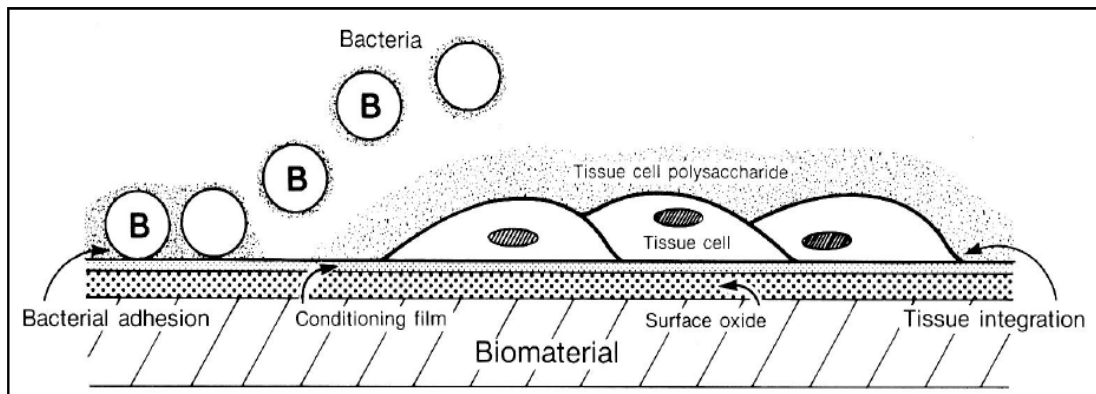
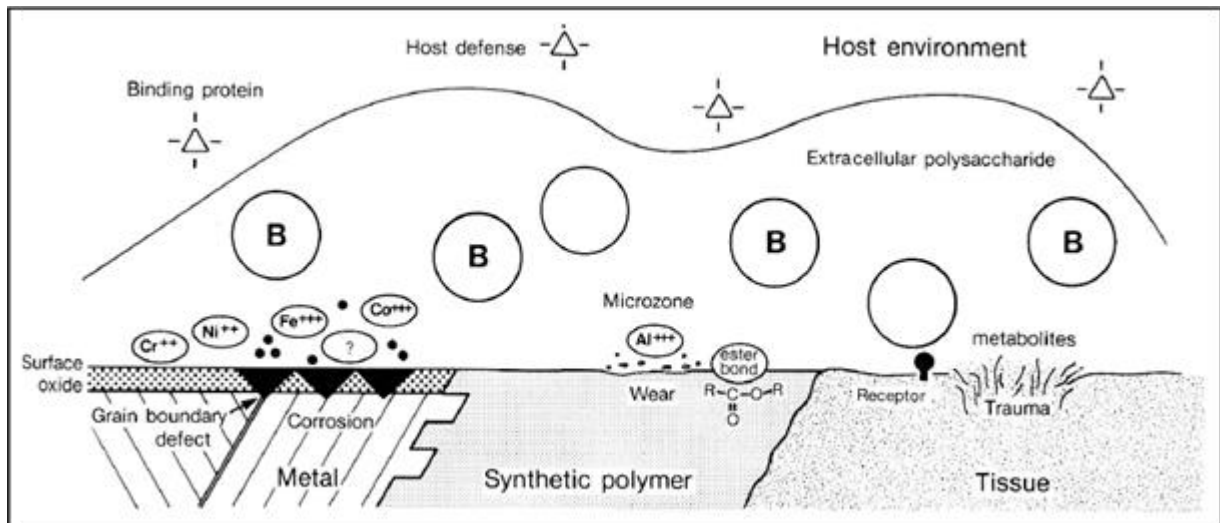


Figure II.10: condition d'une biodégradation [20].

Dès son insertion dans son environnement biologique, le biomatériau offre une surface prête pour la colonisation. Les couches atomiques superficielles interagissent instantanément avec l'environnement biologique.

Macromolécules, bactéries et cellules tissulaires se disputent des domaines de surface à l'interface réactive.

### II.3.1.3 Dégradations de la surface



**Figure II.11: dégradation de surface [20].**

Les dégradations de surface par usure, corrosion, trauma ou mécanismes bactériens libèrent des métabolites ou des ions, qui sont alors disponibles pour les bactéries (B) dans un microenvironnement de biofilm.

### II.3.1.4 Biodégradations fonctionnelles

Pendant qu'il est en service dans l'organisme, le biomatériau subit une dégradation liée à sa fonction.

Cette dernière crée des contraintes essentiellement mécaniques, qui peuvent entraîner :

- Des érosions et usures.
- De la fatigue.
- Des ruptures en service.

La fonction génère des conditions biologiques spécifiques, qui peuvent entraîner :

- Des bioadhésions de cellules ou de bactéries propres au milieu dans lequel le biomatériau est en service.
- Des altérations de la biofonctionnalité et de la biosécurité résultant de ces adhésions non-désirées.

### II.3.1.5 Biodégradations programmées

Le biomatériau subit une dégradation intentionnelle, conçue pour provoquer son élimination ou libérer des substances.

Le biomatériau est mis en service pour une durée limitée, pendant laquelle il doit :

- Créer des conditions favorables à la croissance des tissus avec une résorption progressive du biomatériau utilisé.
- Fournir une contention temporaire ne nécessitant pas de ré-intervention (vis d'ostéosynthèse résorbables)

### **II.3.1.6 Biodégradations environnementales**

Pendant qu'il est en service dans l'organisme, le biomatériau subit une dégradation provoquée par l'environnement biologique.

L'origine de la dégradation est d'ordre chimique ou électrochimique - elle se produit même si le biomatériau ne subit pas de contrainte en service :

- Corrosion.
- Dissolution.

L'origine de la dégradation est d'ordre biologique : Principalement, attaque microbienne, comme dans la corrosion d'origine microbienne.

### **II.3.2 La corrosion**

Pour les biomatériaux métalliques, la forme la plus pertinente est la corrosion aqueuse, telle qu'elle se produit à la surface d'un métal plongé dans un électrolyte aqueux.

#### **II.3.2.1 Influence du milieu biologique**

##### **1) Eléments importants du milieu :**

- Milieu aqueux.
- Ions : Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Cl<sup>-</sup>, phosphates bicarbonates, etc.
- Substances organiques (protéines).
- Oxygène dissous.
- PH relativement constant à 7.4.
- Température 37°C.

##### **2) L'influence du milieu biologique**

Les molécules organiques peuvent se lier aux ions libérés par la corrosion, entraînant un déplacement de l'équilibre.

Stabilité de la couche d'oxyde sur le métal affecté par le pH et les substances organiques présentes.

Stabilité de la couche d'oxyde également affectée par le niveau d'oxygène dissous : déficience d' $O_2$  = corrosion accélérée.

Des bactéries peuvent consommer l'hydrogène produit, d'où modification de l'équilibre des réactions de corrosion.

### II.3.2.2 Types de corrosion en milieu biologique

#### 1) Corrosion par piqure

Corrosion localisée résultant de défauts dans la couche d'oxyde, Affecte les alliages recouverts d'une couche passive (aciers inox, stellites, titane...).

#### 2) Corrosion en présence de crevasse

Corrosion localisée pouvant se combiner à d'autres types (p.ex. frottement), Résulte d'un déficit localisé en oxygène (faible renouvellement de l'électrolyte).

#### 3) Corrosion intergranulaire

Affecte particulièrement les alliages dont les joints de grains sont le lieu d'accumulation de composants oxydables (carbures, impuretés, etc.).

#### 4) Corrosion sous contrainte

Combinaison de l'effet de contraintes localisées et d'un milieu corrosif. Les contraintes augmentent fortement le processus de corrosion.

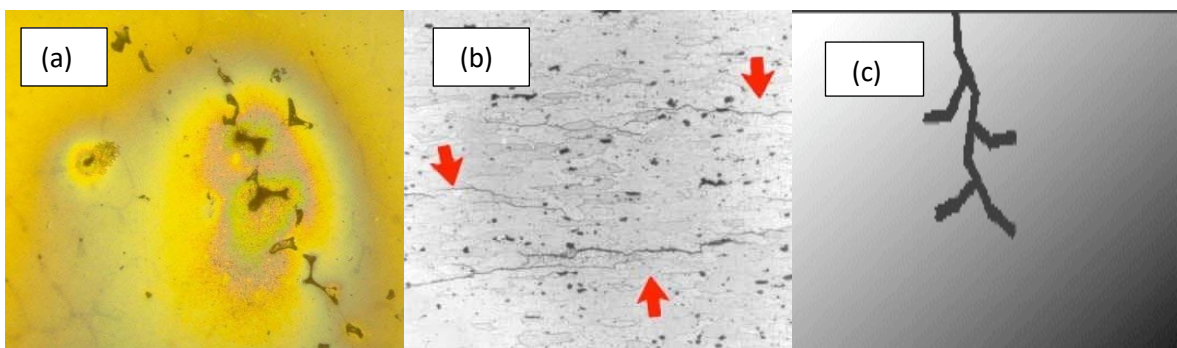


Figure II.12:(a) corrosion par piqure, (b) Corrosion inter granulaire, (c)Corrosion sous contrainte [20].

- Nature des surfaces en contact.



- Effets de la pression des surfaces l'une contre l'autre.
- Interaction entre les surfaces glissant l'une sur l'autre.
- Effets de la lubrification.
- Résistance à l'usure des combinaisons de matériaux.

### **II.3.3.1 L'usure**

Les différentes formes d'usure :

#### **1) Usure adhésive**

Transfert de matière d'une surface vers l'autre lors de leur mouvement relatif. Résulte des forces adhésives agissant à la jonction des aspérités de surface.

#### **2) Usure abrasive**

Résulte d'une aspérité dure endommageant la surface d'un matériau plus tendre. La particule dure provient soit du matériau dur, soit de débris captifs entre les surfaces. Résistance à l'abrasion généralement en relation avec la dureté, mais sans proportionnalité.

#### **3) Usure corrosive**

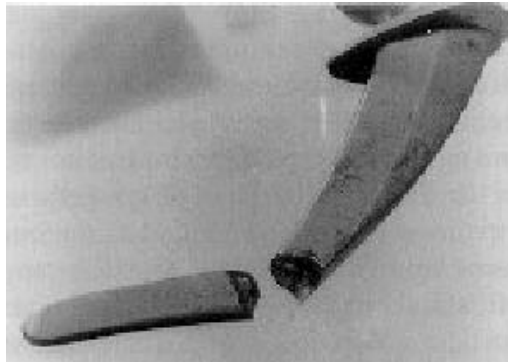
Lorsque l'environnement interagit chimiquement ou électro-chimiquement avec les surfaces. La vitesse d'usure dépend de la réactivité chimique des surfaces dans le milieu.

### **II.3.3.2 Sollicitations mécaniques**

Les sollicitations mécaniques que subit un biomatériau en service déterminent :

- Le choix du matériau
- Le dessin de la prothèse

Les ruptures peuvent en principe être protégées par un dessin optimal. Les micros dégradations provoquées par la multiplicité des sollicitations ne peuvent pas être évitées. Leur accumulation conduit à la rupture par fatigue. Paramètre important en orthopédie (marche).



**Figure II.13 : Rupture par fatigue de la tige d'une prothèse fémorale [20].**

### 1) Contraintes chimiques

L'environnement biologique varie selon la mise en service : biomatériau totalement enfoui (orthopédie, cardiovasculaire, intraoculaire, expansion tissulaire), partiellement enfoui (dentaire), exposé (peau artificielle, prothèse tissulaire)

Fluides corporels généralement peu agressifs, mais contenant souvent : chlorures et phosphates (effet tampon). Protéines et autres macromolécules biologiques en milieu confiné (teneur en oxygène influence la dégradation).

### 2) Contraintes biologiques

Bio adhésion des molécules, cellules et bactéries à la surface du biomatériau. Les conditions d'adhésion varient fortement. Paramètres : tension de surface, nature biologique des composants en présence, hydrodynamique.

- Prothèses vasculaires : exposées à l'accumulation de composés du sang, avec risque d'occlusion ou d'embolie.
- Bioadhésion bactérienne : représente un danger d'infection, surtout dans le cas des cathéters. Les biomatériaux se dégradent préférentiellement sous les amas de macromolécules, de cellules ou de tissus.

## **II.4 Conclusion**

La corrosion de la prothèse totale de hanche dans les milieux biologiques reste un défi fondamental dans le domaine biomédical. Elle représente une préoccupation constante pour les ingénieurs en matériaux, qui se concentrent sur les mécanismes de corrosion, les interactions entre les matériaux des prothèses et les tissus biologiques, ainsi que sur les stratégies de traitement de surface visant à améliorer la durabilité et la biocompatibilité des implants. L'amélioration continue de ces aspects permettra d'offrir de meilleures solutions aux patients, leur assurant une qualité de vie supérieure et des résultats cliniques optimaux.

**Chapitre III**

**Méthodes et techniques  
expérimentales**

### III.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter un ensemble des méthodes et des techniques expérimentales employées pour analyser et caractériser une prothèse simple de la hanche.

Par la suite nous décrirons les différentes techniques que nous avons utilisées pour caractérisation physico-chimique et mécanique de l'acier inox 316L et l'alliage du titan utilisé dans le domaine de l'ingénierie biomédical.

Ces techniques sont importantes afin d'évaluer les propriétés des matériaux, comprendre les mécanismes de corrosion, ainsi développer des solutions innovantes pour améliorer la durabilité et la biocompatibilité des implants orthopédiques.

### III.2 Présentation de la pièce

#### III.2.1 La prothèse de la hanche

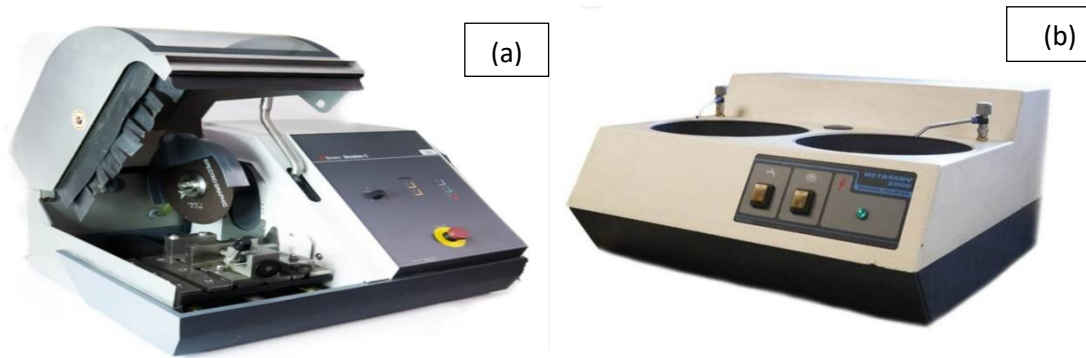


**Figure III.1: prothèse de la hanche, référence (CE 2460 ø 54mm 303.054 18A9289 SS)**

La figure montre une prothèse simple de la hanche utilisée pour remplacer l'articulation de la hanche endommagée. Elle se compose d'une tige fémorale qu'est insérée dans le fémur, faite en inoxydable d'après l'abréviation (SS) mentionnée sur la référence et d'une tête fémorale qu'est une partie sphérique s'articulant avec l'acétabulum, faite en métal, du diamètre 52 mm et d'épaisseur 0,2 mm .

Afin d'obtenir des échantillons on a découpé la prothèse et les pièces de la prothèse en sections appropriées avec machine de découpe abrasive pour les analyses, puis les surfaces de l'échantillon ont été poli pour une analyse optimale.

### III.2.2 Appareils utilisés



**Figure III.2 : (a) machine de découpe abrasive, (b) polisseuse**

(a) représente la machine de découpe abrasive struers Discotom avec molette de coupe de 250mm, opération de coupe manuelle et étai de verrouillage à came sur un lit à fente en T, et un réservoir de circulation pour coupe métallurgique à froid.

(b) représente une polisseuse

### III.3 Outils de caractérisation physico-chimique de l'acier inoxydable 316L et de l'alliage de titane Ti6Al4V

Les essais de caractérisations physico-chimiques permettent d'obtenir : l'identification et la quantification des phases cristallines, l'analyse de la microstructure, l'analyse de la structure atomique, l'étude qualitative et quantitative des constituants d'alliages telles que les fissures, la texture, la dimension des grains et les différentes phases présentes.

On distingue deux types d'essais de caractérisation physico-chimique :

- les essais non destructifs
- les essais destructifs

#### III.3.1 Analyse par la diffraction des rayons X (DRX)

##### III.3.1.1 Définition et objectif

Méthode d'analyse physico-chimique de la matière, mise en œuvre sur des échantillons cristallins, permettant de déterminer la nature du matériau, sa phase cristalline, de doser les différentes phases en présence dans l'échantillon. Cette technique permet également l'orientation cristallographique d'un cristal, ainsi que l'étude de sa microstructure [21].

### III.3.1.2 Principe de la méthode

Lorsque des rayons X frappent un cristal, ils sont diffusés dans différentes directions par les atomes du cristal. Pour que la diffraction se produise, les ondes diffusées par les différents plans atomiques doivent être en phase, ce qui est décrit par la loi de Bragg [21] :

$$2d \sin\theta = n\lambda \dots\dots\dots \text{Eq (I)}$$

Ou :

- n est l'ordre de diffraction
- $\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X
- d est la distance inter réticulaire

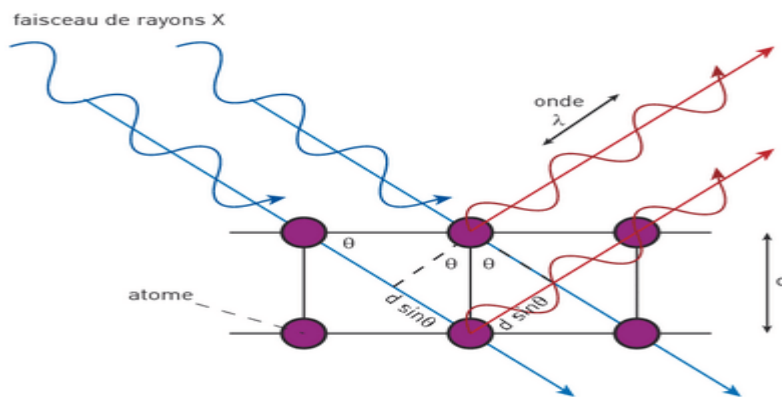


Figure III.3: principe de la loi de bragg

### III.3.1.3 Appareillage



Figure III.4 : diffractomètre à rayons X

### III.3.1.4 Applications de la diffraction des rayons X

- Détermination des structures cristallines
- Identification des matériaux
- Etude des déformations et des défauts
- Analyse des phases

### III.3.1.5 Technique de diffraction

L'expérience de DRX se réalise à l'aide d'un diffractomètre selon les étapes suivantes

#### 1) Préparation des échantillons

Après avoir découpé la tige de la prothèse de hanche on prend deux échantillons un brute et l'autre poli, le polissage a été effectuer sur une polisseuse. On a utilisé des papiers abrasifs :



120, 400, 600, 800. On maintient l'échantillon entre 5 à 10 min pour chaque papier en tournant l'échantillon dans toutes les directions.



**Figure III.5 : échantillon (1) en acier inox 316L obtenu à partir d'une tige d'une prothèse, échantillon (2) en alliage de titan  $Ti_6Al_4V$ , échantillon (3) en acier inox 316L obtenu à partir de la tête fémorale d'une prothèse**

## 2) Méthode

Après avoir préparé les échantillons, On les met dans le diffractomètre puis les rayons X sont dirigés vers l'échantillon et un détecteur fait le tour de l'échantillon pour mesurer les angles et les intensités des rayons X diffractés selon la direction.

On mesure les angles correspondant aux intensités maximales sur la figure de diffraction et on peut en déduire les valeurs des distances entre les plans.

## 3) Analyse des données

Les paramètres de l'analyse incluaient une plage angulaire de  $10^\circ$  à  $80^\circ$  en  $2\theta$ , avec un pas de  $0,02^\circ$  et un temps de comptage de 1 seconde par pas. Les données obtenues sont analysées à l'aide de logiciel de traitement et d'analyse de données scientifique (highscore) et les résultats sont donnés au quatrième chapitre.

### III.3.2 Analyse par fluorescence des rayons X

#### III.3.2.1 Définition et objectif

La spectrométrie de fluorescence X est une technique d'analyse élémentaire globale permettant d'identifier et de déterminer 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. Elle permet l'analyse de tous les éléments chimiques du Béryllium (Be) à l'Uranium (U) dans des gammes de concentration allant de quelques ppm à 100%, avec des résultats précis et surtout reproductibles [24].

### III.3.2.2 Principe de la méthode

La fluorescence X est une méthode d'analyse utilisant des rayons X pour exciter les atomes d'un échantillon, les faisant passer à un état excité. Lorsque ces atomes reviennent à leur état fondamental, ils émettent des photons X caractéristiques. Chaque élément chimique produit des photons avec des énergies spécifiques, permettant ainsi de déterminer la composition élémentaire et la concentration massique de l'échantillon.

Les rayons X, par leur énergie, peuvent arracher des électrons des atomes, provoquant des transitions électroniques qui émettent des photons X. Les sources de rayons X comprennent les tubes à rayons X et les sources radioactives, utilisés pour exciter les électrons des atomes dans l'échantillon.

Il existe deux principaux types de spectromètres pour analyser les photons X émis :

- Les spectromètres à dispersion en énergie (EDS) utilisent des détecteurs semi-conducteurs pour mesurer l'énergie des photons X, permettant une analyse rapide et qualitative des éléments.
- Les spectromètres à dispersion en longueur d'onde (WDS) utilisent des cristaux analyseurs pour diffracter les photons X selon l'équation de Bragg, offrant une résolution spectrale supérieure et une analyse quantitative précise, notamment pour les éléments légers.[24]

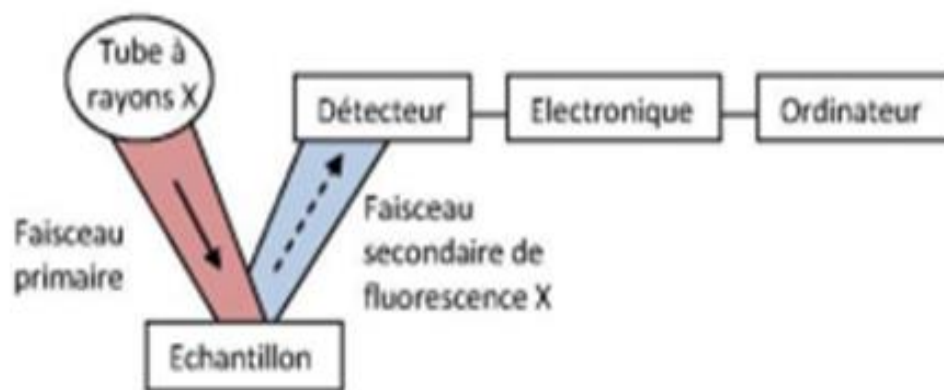


Figure III.6 : Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en énergie [24].

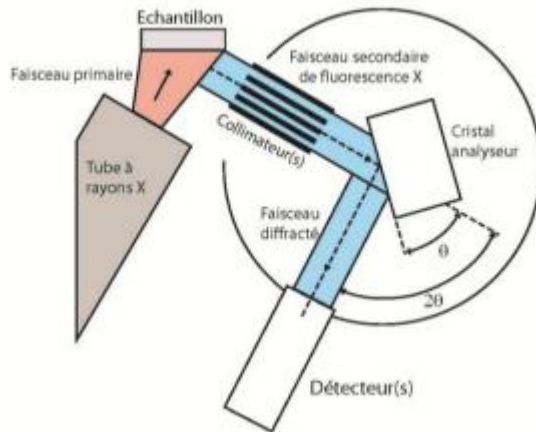


Figure III.7 : Schéma de principe d'un spectromètre à dispersion en longueur d'onde [24].

### III.3.2.3 Appareillage



Figure III.8 : analyseur XRF (Fluorescence X) portable X-200

L'analyseur XRF (Fluorescence X) portable X-200 est un appareil performant et abordable et qui offre une vitesse et une précision d'analyse. La série X de SciAps X-est la gamme d'analyseurs XRF portable de haute précision la plus légère, la plus petite, la plus rapide et la plus précise au monde.

Il composé de :

- Tube : 6-40KV, 200 $\mu$ A avec anode Rh pour application alliage – 6-50Kv, 200 $\mu$ A anode Au pour les autres applications.

- Détecteur : SDD standard avec une surface 20 mm<sup>2</sup>, 125K cps/s à 90%, résolution de 135 Ev FWHM sur la raie K $\alpha$  Mn.

#### III.3.2.4 Application

- Analyse de la composition des alliages métalliques
- Contrôle de la qualité dans l'industrie métallurgique
- Caractérisation des matériaux céramiques et des verres
- Étude des matériaux polymères
- Recherche et développement de nouveaux matériaux
- Applications dans l'industrie électronique et des semi-conducteurs
- Contrôle de la corrosion et des revêtements

#### III.3.2.5 Technique de fluorescence

##### 1) Préparation des échantillons

On a pris les mêmes échantillons déjà préparés et utilisés dans l'analyse précédant (la diffraction des rayons X)

##### 2) Méthode

Les atomes de l'échantillon absorbent l'énergie des rayons X, ce qui éjecte les électrons des couches internes des atomes. Les atomes ionisés (ayant perdu un électron) sont dans un état instable et reviennent à un état stable en capturant un autre électron d'une couche externe. Lors de ce processus, l'excédent d'énergie est libéré sous forme de rayons X secondaires (fluorescence).

##### 3) Analyse

Les rayons X fluorescents émis par l'échantillon ont des longueurs d'onde spécifiques caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon. Les données obtenues permettent de déterminer la composition élémentaire de l'échantillon en identifiant les éléments présents et en quantifiant leur concentration et les résultats sont traités au quatrième chapitre.

### III.3.3 Analyse par microscopie optique

#### III.3.3.1 Définition et objectif

Le microscope optique est un instrument d'optique composé de plusieurs lentilles superposées permettant d'augmenter le pouvoir grossissant. Un microscope permet d'analyser et de contrôler les différentes structures des matériaux, mais également leur diffusion [23].

### III.3.3.2 Principe de la méthode

Le microscope optique à fond clair, utilise comme source lumineuse la lumière visible. Il est équipé de trois systèmes de lentilles de verre transparentes :

- Un objectif effectue le grossissement primaire et donne une image réelle.
- Un oculaire effectue le grossissement secondaire. Il permet à l'œil de former une image virtuelle agrandie de l'image réelle formée par la lentille de l'objectif.
- Un condenseur concentre la lumière sur l'objet. Le pouvoir séparateur (ou de résolution) est la plus petite distance séparant deux points voisins que l'on peut distinguer à l'aide du microscope. La limite de résolution d'un microscope photonique classique est d'environ  $0,2 \mu\text{m}$  et l'agrandissement peut atteindre jusqu'à 2000.

### III.3.3.3 Appareillage



Figure III.9 : microscope optique

### III.3.3.4 Application

- Examiner la structure cristalline, la distribution des phases, les défauts, et la morphologie des matériaux.

### III.3.3.5 Technique de la microscopie optique

#### 1) Préparation des échantillons

On a effectué un polissage pour l'échantillon en utilisant du papier abrasif : 280, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500, 2000, 2400 et 4000. Pour chaque papier on maintient 5min et à chaque fois qu'on change du papier on tourne l'échantillon de  $90^\circ$  pour avoir un meilleur état de surface. Puis on a nettoyé l'échantillon avec l'eau distillée après on le séché.

- On préparer une Solutions d'attaques chimiques pour L'acier inox 316L qu'est une combinaison de 10ml d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>), 15ml acide chlorhydrique (HCl) et 10ml d'eau distillée. Dans une hotte chimique, On mélange le tout soigneusement dans un récipient résistant aux acides.
- L'alliage du Titan Ti6Al4V Attaqué chimiquement par le réactif de Kroll (6 mL de HNO<sub>3</sub>, 2 mL de HF dans 100 ml d'eau distillée) appliqué pendant 20 s, ce qui assombrit la phase  $\beta$  et laisse la phase  $\alpha$  non gravée. L'échantillon observé au microscope optique montre la présence d'une microstructure recuite en laminoir. Cette microstructure a été modifiée par des traitements thermiques spécifiques [23].

## 2) Méthode

On a immergé l'échantillon dans la solution pendant 20min, puis on le laisse en observation jusqu'à la disparition de l'effet miroir au niveau de la surface de l'échantillon, on le retire dans la solution et le sèche.

## 3) Analyse

Les images obtenues par l'analyse au microscope optique sont analysées au quatrième chapitre.

### III.3.4 analyse par teste de corrosion électrochimique

#### III.3.4.1 Définition et objectif

Les techniques électrochimiques permettent d'étudier les phénomènes selon deux perspectives.

D'une part, du point de vue phénoménologique, elles permettent de caractériser l'adsorption soit en suivant l'évolution temporelle du potentiel en circuit ouvert, qui indique les modifications de l'interface entre un métal et son environnement, soit par voltamétrie cyclique à haute vitesse de balayage.

D'autre part, du point de vue quantitatif, elles offrent la possibilité d'accéder à des vitesses de réaction et à des valeurs de paramètres physiques décrivant l'état du système (comme la capacité de double-couche, la résistance de transfert et la capacité du film) par le biais de courbes de polarisation à vitesse de balayage modérée et de la spectroscopie d'impédance, entre autres techniques.

Les méthodes électrochimiques se divisent en deux catégories : les méthodes stationnaires et les méthodes non-stationnaires, également appelées transitoires [24].

### III.3.4.2 Principe de la méthode

Dans toutes les cellules électrochimiques, une réduction se produit à une électrode et une oxydation à l'autre. Par convention, l'électrode où se produit l'oxydation est appelée ANODE, tandis que celle où se produit la réduction est appelée CATHODE. Ainsi, on parle d'oxydation anodique et de réduction cathodique.

Les électrons quittent l'anode et circulent dans le circuit externe pour atteindre la cathode. Le nombre d'électrons libérés à l'anode doit toujours être égal au nombre d'électrons consommés à la cathode. Dans le circuit externe, le courant circule du positif vers le négatif, selon la convention des électriciens, tandis que les électrons circulent en sens inverse.

L'anode et la cathode peuvent avoir des signes différents selon qu'il s'agisse d'une pile ou d'un électrolyseur. Elles peuvent être considérées comme des réactifs dont la force est facilement ajustable, ce qui est une caractéristique importante de l'électrochimie.

La cathode agit comme un réducteur puissant. En augmentant la tension entre les électrodes, on transfère des électrons à l'interface électrode-électrolyte, ce qui permet de réaliser des réductions spécifiques. L'anode, en revanche, agit comme un oxydant puissant. En augmentant la tension, des électrons sont extraits des composés et ions proches de l'anode, les réactions dépendant du milieu électrolytique utilisé.

Les méthodes électrochimiques se divisent en deux catégories : les méthodes stationnaires et les méthodes non-stationnaires, également appelées transitoires [24].

#### 1) Techniques stationnaires

Les techniques stationnaires étudient un système proche de l'équilibre thermodynamique et prennent en compte tous les couples rédox dans la solution.

- **Suivi du potentiel en circuit ouvert**

Cette technique simple permet de mesurer immédiatement la grandeur électrochimique. Elle fournit des informations préliminaires sur les processus en cours à l'interface métal/électrolyte, tels que la corrosion et la passivation.

- **Courbes de polarisation**

Les courbes courant-tension stationnaires permettent d'estimer la vitesse de corrosion et de comprendre la formation d'un film inhibiteur, caractérisé par l'invariance du courant sur une large gamme de surtensions appliquées. Toutefois, ces techniques sont insuffisantes pour caractériser des mécanismes complexes impliquant plusieurs étapes réactionnelles avec des cinétiques différentes, nécessitant alors l'utilisation de techniques transitoires

## 2) Techniques transitoires

Les méthodes transitoires se distinguent par la forme du signal appliqué : une impulsion, un balayage ou une modulation.

- **Méthode impulsionnelle (la chronoampérométrie)**

La chronoampérométrie mesure l'évolution du courant en fonction du temps sous une surtension, utile pour étudier les inhibiteurs de corrosion. Elle permet d'observer la formation du film dans différentes conditions expérimentales et d'estimer la compacité et l'efficacité de la couche barrière formée à l'interface.

- **Méthode à balayage en potentiels (la voltamétrie)**

La voltamétrie cyclique effectue des balayages linéaires en potentiels pour observer les phénomènes électrochimiques d'oxydation et de réduction. Les paramètres comme la vitesse de balayage permettent d'évaluer la réversibilité de certaines réactions. Cette technique est utilisée pour caractériser l'adsorption des molécules inhibitrices sur le matériau dès les premières minutes d'immersion.

### III.3.4.3 Appareillage

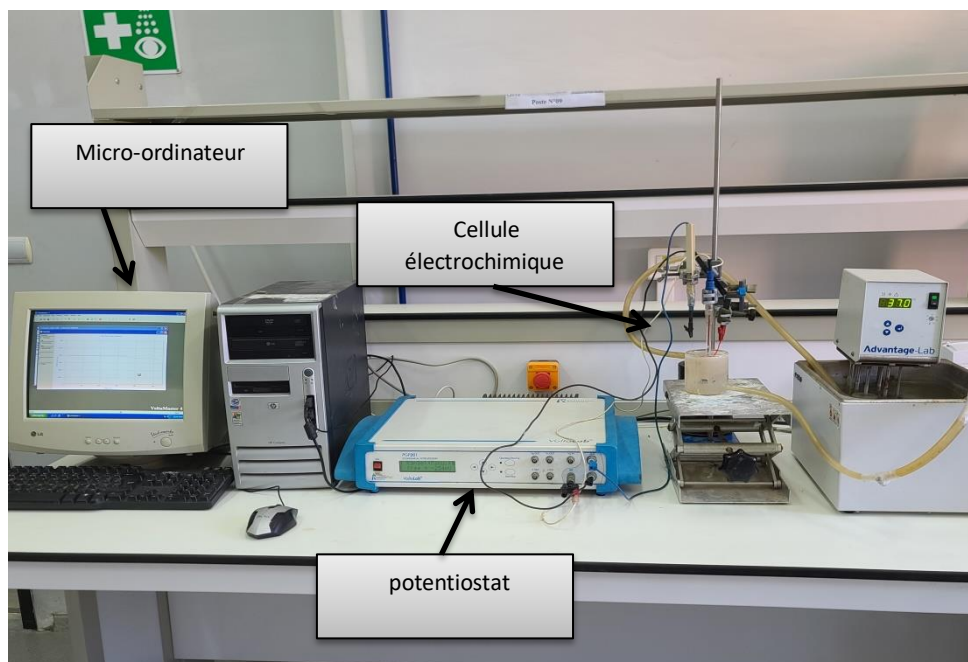


Figure III.10:dispositif expérimental de mesure potentiodynamique

### III.3.4.4 Application

- Évaluation des revêtements protecteurs
- Développement de nouveaux alliages résistants à la corrosion



- Contrôle de la qualité des matériaux utilisés dans des environnements corrosifs, tels que les pipelines, les structures marines, et les implants biomédicaux.

### III.3.4.5 Technique des tests électrochimiques

#### 1) Préparation des échantillons

On a découpé les pièces de la prothèse en acier inox 316L et l'alliage de titan Ti6Al4V. Puis on obtient 3 échantillons de même surface carré 64mm<sup>2</sup>; puis on a coupé le tube en téflon à la longueur appropriée pour accueillir de cuivre et le fil conducteur qu'on a bien soudé d'une façon à être placé dans le trou de l'échantillon (électrode) en acier 316L ou l'alliage de titane Ti6Al4V qu'on a percé bien avant puis on remplit les extrémités du tube en téflon avec résine époxy pour éviter les fuites; Après on a effectué polissage en utilisant du papier abrasifs : 280, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500, 2000. Pour chaque papier on maintient 5min et à chaque fois qu'on change du papier on tourne l'échantillon de 90° pour avoir un meilleur état de surface. Puis on a nettoyé l'échantillon avec l'eau distillée après on le sèche et on désinfecte la surface avec de l'éthanol.

#### 2) Méthode

Les conditions expérimentales :

- **Température** : 37°C, ce qui correspond à la température corporelle humaine.
- **pH** : 7,4, ce qui est neutre et similaire aux conditions physiologiques.
- **Solution utilisée** : PBS (Phosphate Buffered Saline) à pH 7,4, qui est une solution tampon utilisée pour simuler les conditions physiologiques dans des expériences in vitro.

Une cellule électrochimique typique comprend trois électrodes :

- **Électrode de Travail (WE)** : L'échantillon d'acier inoxydable 316L ou de l'alliage de titane Ti6Al4V.
- **Électrode de Référence (RE)** : une électrode de calomel saturée en KCl(SCE).
- **Contre électrode (CE)** : on a utilisé un fil de Platine

Pour préparer la cellule électrochimique:

On a placé l'électrode de travail (échantillon d'acier inox 316L/échantillon d'alliage de titane Ti6Al4V monté dans le tube en téflon) dans la solution électrolytique (PBS).

1. On a positionné l'électrode de référence près de l'électrode de travail, sans les toucher.

2. On a ajouté la contre électrode à la solution électrolytique, on a immergée les le tous dans 50ml de solution d'une façon à ne pas avoir de contact direct avec l'électrode de travail ou de référence.

On relie le fil conducteur à l'électrode de travail et les électrodes de référence et la contre électrode on les relie aux entrées correspondantes de potentiostat.

### 3) Analyse

On a tracé des courbes d'ocp et voltamétrie par obtenu par logiciel volta origamaster 5

## III.4 Outils de caractérisation mécaniques de l'acier inoxydable 316L et de l'alliage de titane Ti6Al4V

### III.4.1 Essai de dureté

#### III.4.1.1 Définition et objectif

La dureté est la capacité d'un matériau à résister à la pénétration d'un autre matériau plus dur, le diamant étant souvent utilisé comme référence. Cette propriété diffère de la résistance, qui mesure la capacité à résister à la déformation et à la rupture. La dureté peut augmenter après un traitement thermique.

Il existe plusieurs manières de déterminer la dureté d'un matériau : la dureté de Mohs, Brinell, Vickers, Knoop, Rockwell B et C.

La dureté s'exprime par le rapport de la force sur la surface de l'empreinte :

$$H=F/S \dots\dots\dots \text{Eq (II)}$$

D'où :

H: la dureté

F: la force

S: surface

L'essai de dureté est crucial pour caractériser les matériaux, soutenant le développement et l'amélioration des technologies en science des matériaux. Il permet de déterminer des valeurs essentielles pour l'utilisation industrielle, la qualité, et l'analyse des dommages [25].

### III.4.1.2 Principe de L'essai Vickers

Le pénétrateur est une pyramide en diamant, à base carrée et d'angle au sommet entre face opposées égale à  $136^\circ$ . L'empreinte est une pyramide en creux de diagonale moyenne  $d$  (en mm, moyenne des deux diagonales du carré de base, mesurées à l'aide d'un appareil optique approprié). La charge d'essai  $F(N)$  est choisie dans une gamme normalisée elle varie entre 1 et 120 Kgf.

La dureté est donnée par le rapport de  $F$  (en Kg-force à l'origine) à la surface latérale de l'empreinte pyramidale, exprimée sans dimension :

$$H_V = 0,102.2F \sin(68^\circ) / d^2 = 0,189 F / d^2 \dots\dots\dots \text{Eq (III)}$$

Ou:

**F**: est la charge appliquée en Kgf.

**D ou d** : le diagonale de l'empreinte en millimètres.

**H**: la profondeur de pénétration tel que  $H=D/7$ .

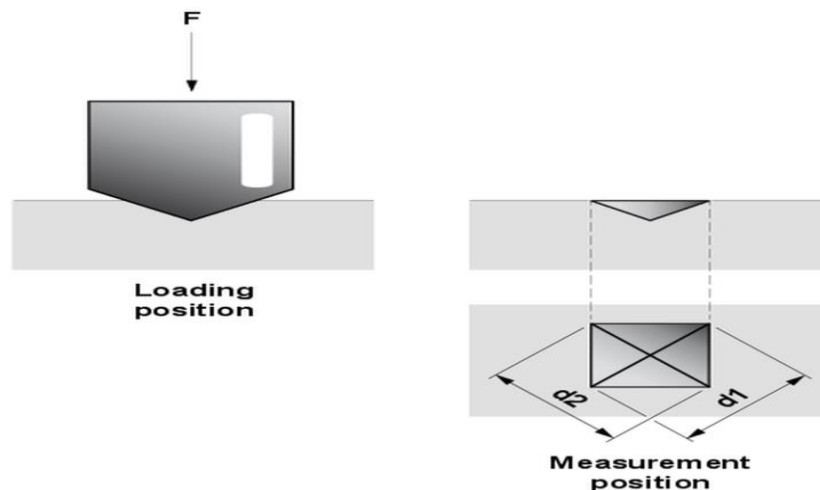


Figure III.11 : principe de l'essai vickers

### III.4.1.3 Appareillage

On utilisé un appareil d'essai de dureté FALCON 400G201



**Figure III.12 : duromètre FALCON 400G201**

#### **III.4.1.4 Application**

- Évaluation de la dureté des métaux et des alliages pour vérifier la résistance à l'usure et la durabilité.
- Analyse des propriétés des matériaux dans les laboratoires de recherche pour le développement de nouveaux matériaux et produits.

#### **III.4.1.5 technique de l'essai**

##### **1) préparation de l'échantillon**

On a effectué un polissage pour l'échantillon en utilisant du papier abrasifs : 280, 320, 400, 600, 800, 1000, 1200, 1500, 2000, 2400 et 4000.

##### **2) Méthode**

Après avoir préparé l'échantillon en acier inox 316L et après avoir étalonné le duromètre, n possède à l'essai :

- La charge utilisée pour l'essai de dureté HV (10 Kgf)
- Echelle de dureté (HV 2)
- Temps de maintien (10 s)

##### **3) Analyse**

Les résultats sont donnés au quatrième chapitre

### **III.5 conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons détaillé les méthodes et techniques expérimentales employées pour la caractérisation physico-chimique et mécanique des matériaux utilisés dans la fabrication des prothèses de hanche (Acier inoxydable 316L et l'alliage de Titan Ti6Al4V), pour la caractérisation on a utilisé les techniques non destructives et la technique destructive. Les connaissances acquises grâce à ces techniques expérimentales guideront les innovations dans le design et la fabrication des implants, avec l'objectif ultime d'améliorer la qualité de vie des patients nécessitant des interventions orthopédiques.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussion**

## IV.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons et analysons les résultats obtenus à partir de divers caractérisation physico-chimique et mécanique effectuer sur divers matériaux utilisée pour la fabrication des prothèses de hanche (aciers inox 316L, alliage de titan Ti6Al4V).

La compréhension approfondie des propriétés des matériaux est cruciale pour assurer leur performance et leur durabilité dans les applications biomédicales.

## IV.2 Analyse et interprétation des données de la diffraction des rayons X

### IV.2.1 Analyse

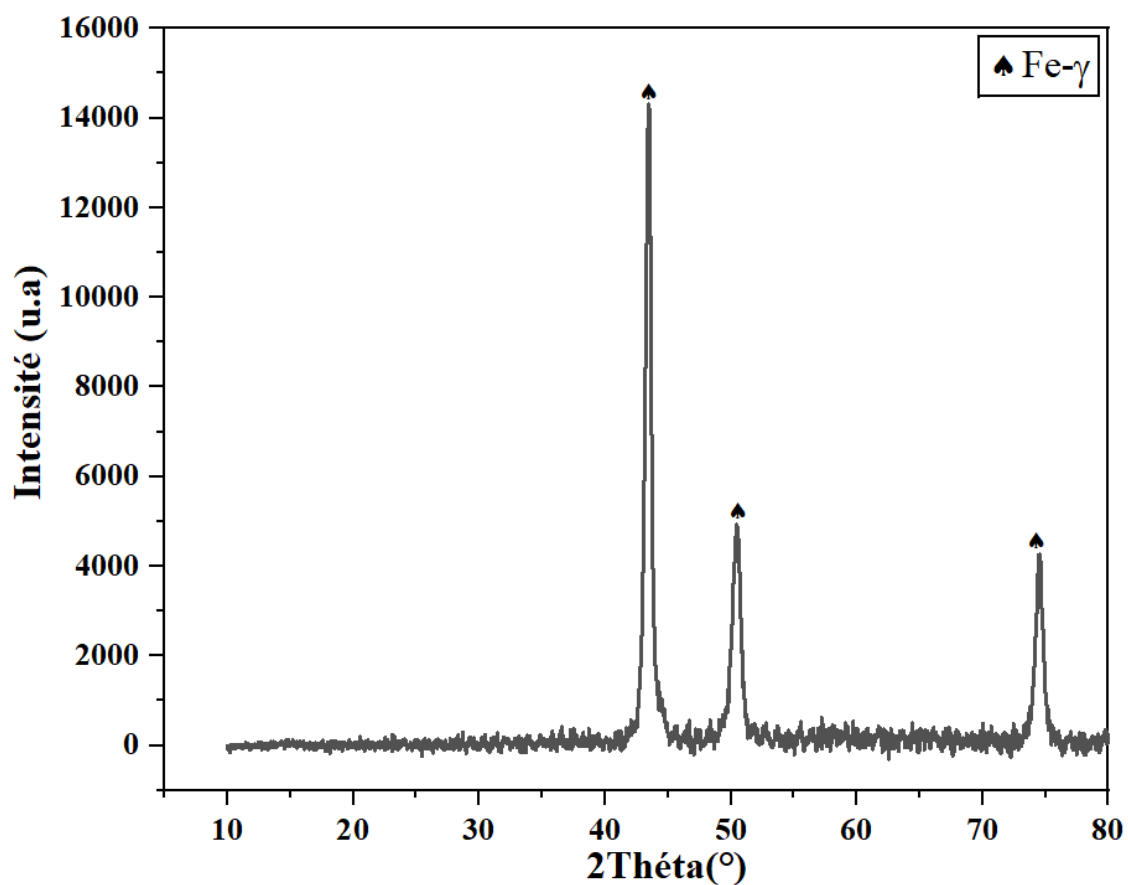


Figure IV.1 : spectre de diffraction des rayons X de l'acier inoxydable 316L obtenu à partir de la tige d'une prothèse de hanche

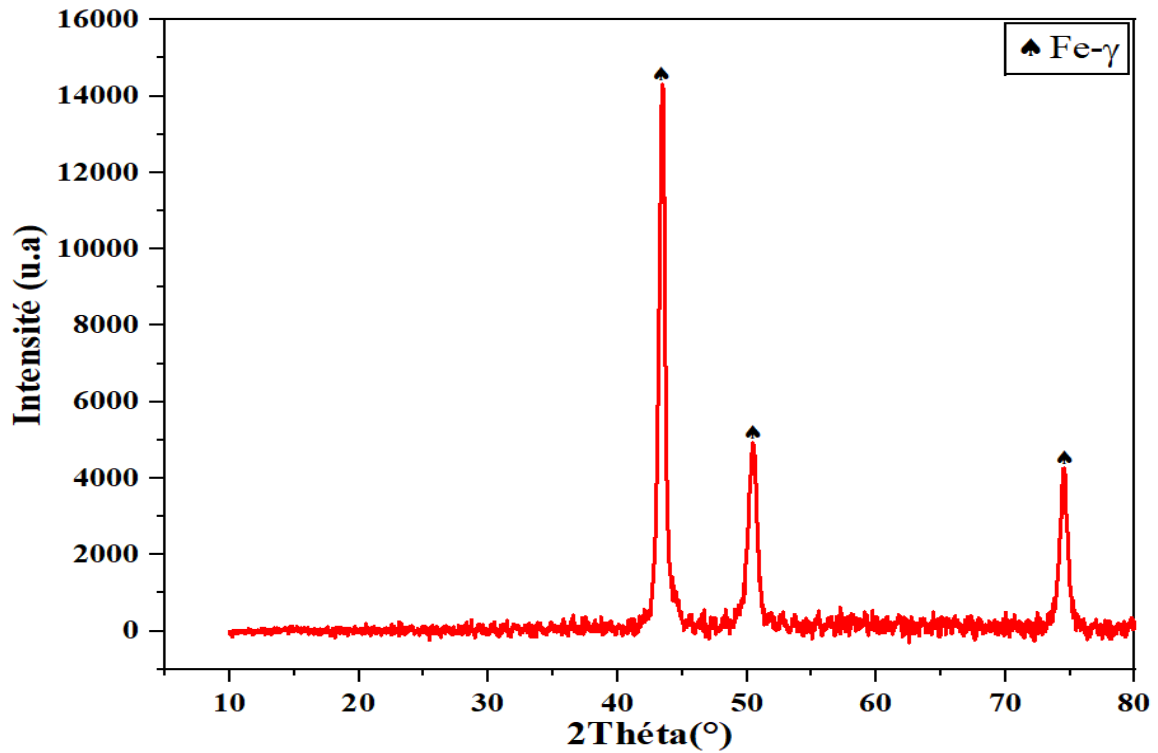


Figure IV.2 : spectre de diffraction des rayons X de l'acier inoxydable 316L obtenu à partir de la tête fémorale d'une prothèse de hanche

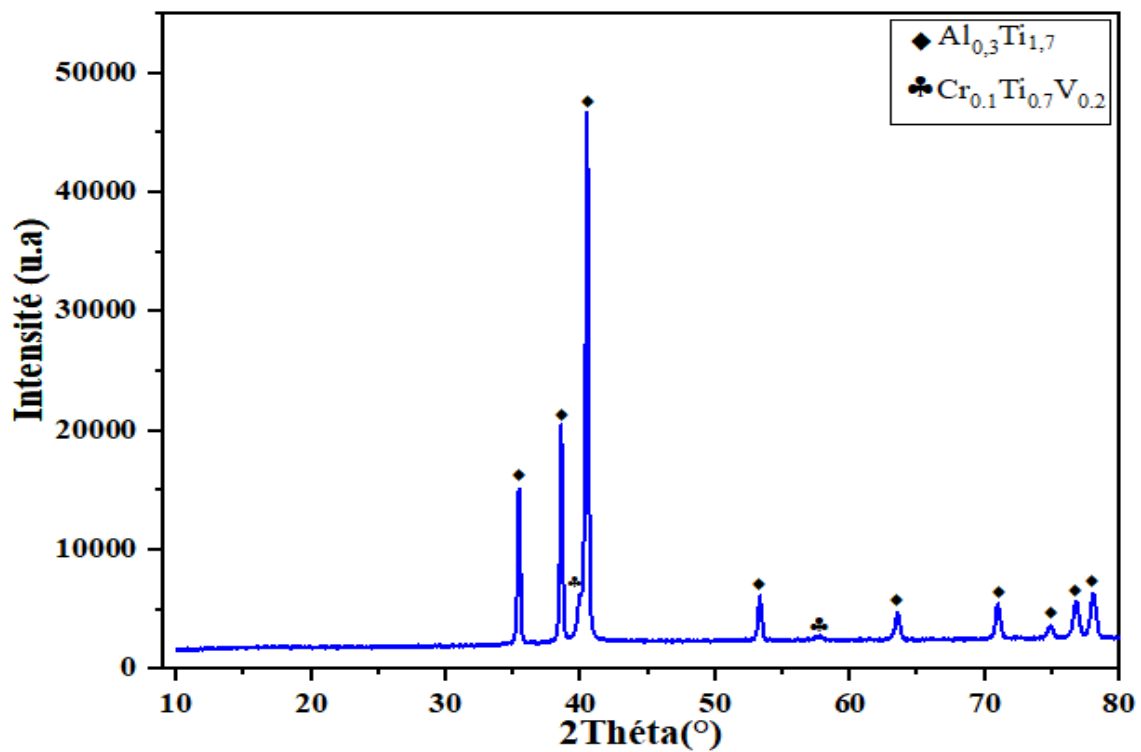


Figure IV.3 : spectre de diffraction des rayons X de l'alliage de titane Ti6Al4V



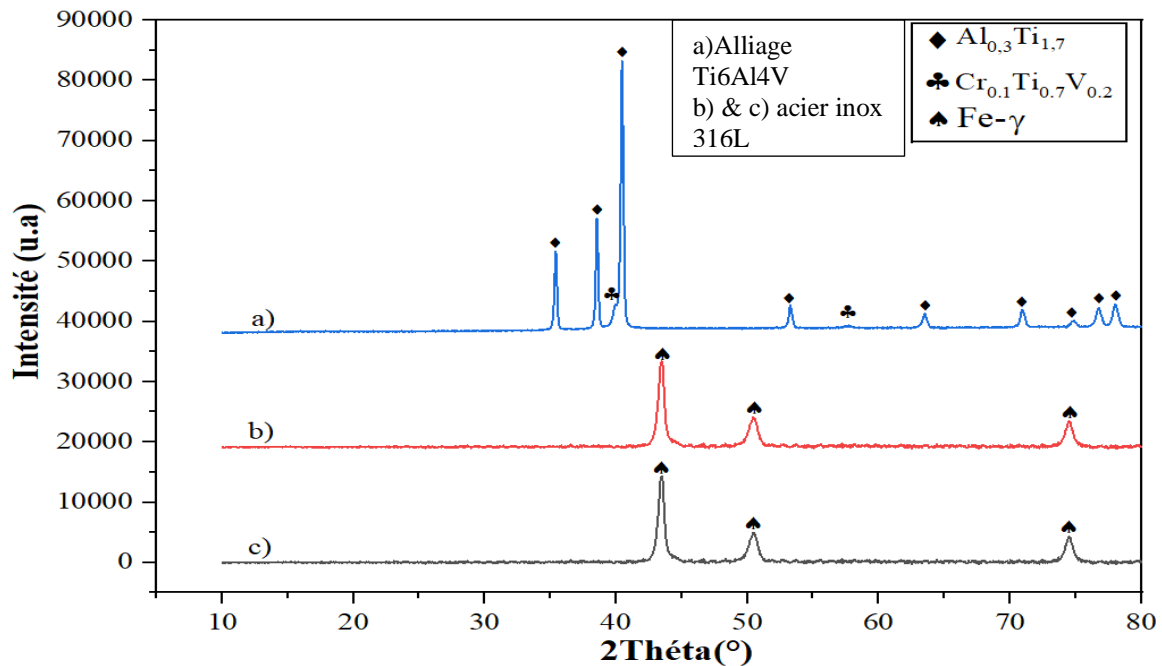


Figure IV.4 : spectre de diffraction des trois échantillons

#### IV.2.1.1 Identification des pics de diffraction

##### 1) Acier inox 316L

Les pics observés sur le spectre de diffraction des rayons X correspondent à des plans cristallins spécifiques de l'acier inoxydable 316L. Voici les positions des principaux pics (en degrés de  $2\theta$ ) avec leur intensité relative :

- **Pic majeur à  $43.425^\circ$**  : Ce pic est typique du plan (111) de la structure cristalline FCC (face-centered cubic) du fer (Fe) dans l'acier inoxydable.
- **Autres pics significatifs** autour de  $50.578^\circ$  et  $74.33^\circ$  : Ces pics correspondent également à des plans cristallins (200) et (220) de la structure FCC.

##### 2) Ti6Al4V

- **Pic majeur à  $40.485^\circ$**  : Correspondant probablement au plan (101) de la phase  $\alpha$ -Ti.
- **Autres pics significatifs** : Plusieurs autres pics présents entre  $35.407^\circ$  et  $78.127^\circ$ , correspondant à des plans cristallins des phases  $Al_{0.3}Ti_{1.7}$  et  $Cr_{0.1}Ti_{0.7}V_{0.2}$ .

#### IV.2.1.2 Structure cristalline

##### 1) Acier inox 316L

- Structure cristalline en réseau cubique à faces centrées (FCC).
- Composé principalement de fer avec des ajouts de nickel, chrome, molybdène et autres éléments en faibles proportions.

## 2) Alliage de titane Ti6Al4V

- L'alliage contient des phases de titane-aluminium et de titane-chrome-vanadium.
- La structure cristalline est composée des phases  $\alpha$  et  $\beta$  de titane, indiquant un mélange de structures hexagonale compacte (HCP) et cubique centrée (BCC).

### IV.2.2 Interprétation des résultats

#### 1) Acier inox 316L

Les pics principaux correspondent aux phases typiques de l'acier inoxydable austénitique (type 316L), indiquant la présence majoritaire de cette phase. Il n'y a pas d'indication de phases secondaires significatives comme des carbures ou des nitrures, ce qui est un bon signe de la qualité de l'acier inoxydable 316L pour des applications biomédicales.

Les pics nets et bien définis indiquent une bonne cristallinité du matériau. Une cristallinité élevée est souvent associée à de meilleures propriétés mécaniques et à une résistance à la corrosion accrue, ce qui est essentiel pour les prothèses de hanche.

L'absence de pics supplémentaires suggère que les éléments d'alliage (Cr, Ni, Mo) sont bien dissous dans la matrice austénitique sans formation de phases indésirables. Cela confirme une bonne homogénéité de l'alliage.

#### 2) Alliage du titane

La phase  $Al_{0.3}Ti_{1.7}$  pourrait correspondre à une phase riche en titane et aluminium, peut-être du  $Ti_3Al$ . La phase  $Cr_{0.1}Ti_{0.7}V_{0.2}$  pourrait être une phase qui inclut des éléments de substitution (Cr et V) dans la structure du titane.

Les pics autour de  $2\theta = 39.906^\circ - 40.485^\circ$  sont souvent associés aux phases alpha ( $\alpha$ ) et beta ( $\beta$ ) du titane, les phases principales du Ti6Al4V.

La netteté des pics suggère une bonne cristallinité du matériau, favorable pour des applications nécessitant des propriétés mécaniques élevées.

La présence de plusieurs phases indique un alliage homogène avec une bonne distribution des éléments d'alliage.

### IV.2.3 Discussion

#### 1) L'acier inox 316L

Le spectre confirme une structure austénitique de haute qualité, adaptée pour les prothèses de hanche grâce à sa résistance à la corrosion et ses bonnes propriétés mécaniques.

L'absence de phases secondaires et la netteté des pics renforcent la confiance dans la qualité du matériau pour des applications biomédicales.

## 2) Alliage de Ti6Al4V

Le spectre indique la présence de phases  $Al_{0,3}Ti_{1,7}$  et  $Cr_{0,1}Ti_{0,7}V_{0,2}$ , confirmant une composition complexe adaptée à des applications exigeant des matériaux à haute performance.

La bonne cristallinité et l'homogénéité des phases sont des indicateurs positifs pour des applications aéronautiques ou médicales.

## IV.3 analyse et traitement des données résultantes de la fluorescence des rayons X

**Tableau IV.1 : La composition massique des échantillons en aciers inox 316L**

Le pourcentage massique % des composants	Cr	Fe	Cu	Mn	Ni	Mo	C
Echantillon poli de la tige	18,12	64,21	0,07153	1,38	13,60	2,62	0,02747
échantillon brute de la tige	16,66	69,08	0,54583	1,46	10,08	2,17	0,00417
échantillon de la tête fémorale	18	64,14	0,06861	1,40	13,75	2,64	0,00139

**Tableau IV.2 : La composition massique d'un échantillon en alliage de titan Ti6Al4V**

Eléments	Al	V	Fe	O	Cr	Ni	C	N	H	Co	Mo	Mn	Cu	B
Teneur %	5,9 1	3,8 7	0,109 6	0,103 8	0,013 7	0,012 5	0,012 4	0,005 3	0,002 9	<0,0 3	<0,0 1	<0,00 5	<0,00 2	<0,00 1

### IV.3.1 Analyse

#### 1) Chromium (Cr)

Plus élevé dans les échantillons en acier (16,66% à 18,12%) comparé au titane (0,0137%)

## 2) Fer (Fe)

Principal élément dans les échantillons en acier (64,14% à 69,08%), alors que très faible dans le titane (0,1096%).

## 3) Nickel (Ni)

Significatif dans les échantillons en acier (10,08% à 13,75%), mais très faible dans le titane (0,0125%).

## 4) Molybdène (Mo)

Présent en quantité modérée dans les échantillons en acier (2,17% à 2,64%), presque absent dans le titane (<0,01%).

## 5) Aluminium (Al) et Vanadium (V)

Présents en quantité notable dans le titane (Al : 5,91%, V : 3,87%) mais absents ou négligeables dans les échantillons en acier.

## 6) Oxygène (O), Carbone (C), Azote (N) et Hydrogène (H)

Présents en très faibles quantités dans le titane, contribuant à ses propriétés uniques.

### IV.3.2 Discussion

#### IV.3.2.1. Résistance à la Corrosion

- **Acier** : La présence élevée de Cr et Ni dans l'acier inoxydable 316L assure une excellente résistance à la corrosion, ce qui est crucial pour les implants médicaux exposés à des fluides corporels.
- **Titane** : Le titane est naturellement résistant à la corrosion grâce à sa couche d'oxyde protectrice. Les faibles teneurs en Fe et Ni augmentent encore cette résistance.

#### IV.3.2.2 Propriétés mécaniques

- **Acier** : La combinaison de Cr, Ni, et Mo offre une grande résistance mécanique et une bonne durabilité, mais l'acier INO 316L est plus lourd que le titane.
- **Titane** : Le titane Ti6Al4V, allié à Al et V, est léger, a une haute résistance et une excellente biocompatibilité, ce qui le rend idéal pour des implants longs durés.

#### IV.3.2.3 Homogénéité et Traitement de Surface

- **Acier** : Les échantillons polis montrent une composition plus homogène, tandis que les échantillons bruts présentent des variations significatives en surface.

- **Titane** : Le'échantillon de titane montrent une composition uniforme avec des niveaux très faibles d'impuretés, reflétant un matériau de haute qualité et pureté.

## IV.4 analyse par microscope optique

### IV.4.1 Analyse des images obtenu par microscope optique

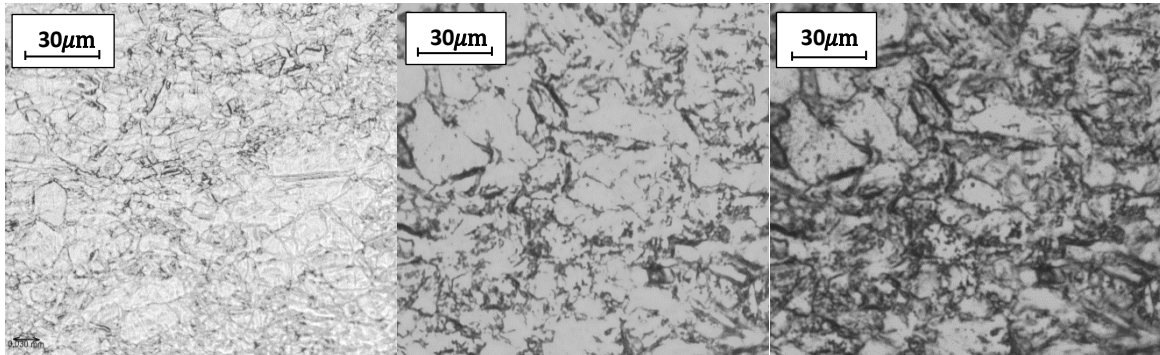


Figure IV.5 : la microstructure de l'acier inox 316L

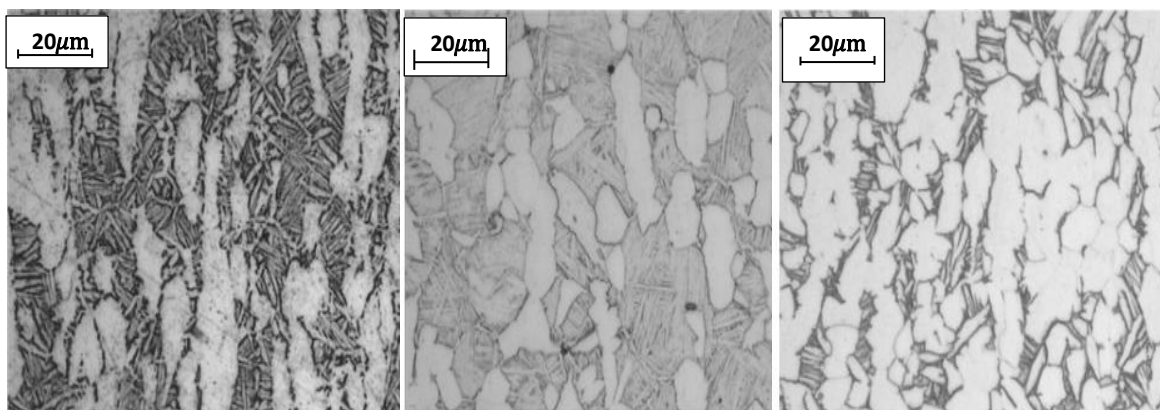


Figure IV.6 : la microstructure de l'alliage du titan Ti6Al4V [23].

#### IV.4.1.1 structure cristalline

##### 1) Acier inox 316 L de la tige

- **Structure austénitique** : Structure cubique à faces centrées (FCC) homogène.
- **Grains austénitiques** : Polygones équiaxes avec des frontières de grains distinctes.

##### 2) L'alliage du titan Ti6Al4V

- Phase **alpha** ( $\alpha$ ) : Structure hexagonale compacte (HCP), apparaissant comme des grains clairs.
- Phase **bêta** ( $\beta$ ) : Structure cubique centrée sur le corps (BCC), apparaissant comme des zones sombres.

#### IV.4.1.2 Morphologie des grains

##### 1) Acier inox 316L de la tige

- **Grains équiaxes** : Les grains austénitiques sont souvent équiaxes et uniformes.
- **Frontières de grains nettes** : Bordures de grains bien définies, révélées par l'attaque chimique.

##### 2) L'alliage de titane Ti6Al4V

- **Grains allongés ou lamellaires** : Grains de phase  $\alpha$  souvent allongés, distribués de manière uniforme.
- **Colonies de phases** : Plaques alternées de phases  $\alpha$  et  $\beta$ .

#### IV.4.1.3 Précipités et Inclusions

##### 1) Acier inox 316L de la tige

- **Carbures de chrome** : Précipités aux frontières des grains, surtout après un traitement thermique.
- **Inclusions** : Précipités secondaires (sulfures de manganèse, oxydes) présents à l'intérieur des grains.

##### 2) L'alliage de titane Ti6Al4V

- **Phase bêta ( $\beta$ )** : Présente comme des bandes sombres entre les grains  $\alpha$ .
- **Absence de précipités secondaires** : Typiquement, pas de précipités comme

#### IV.4.1.4 Discussion

La microstructure de l'alliage Ti6Al4V est caractérisée par une coexistence de phases  $\alpha$  et  $\beta$  avec des grains allongés ou lamellaires, alors que celle de l'acier inoxydable 316L montre une structure austénitique homogène avec des grains équiaxes. Ces différences sont le reflet de leurs compositions chimiques et structures cristallines distinctes, influençant directement leurs propriétés et applications.

## IV.5 analyse et interprétation des résultats des tests électrochimiques

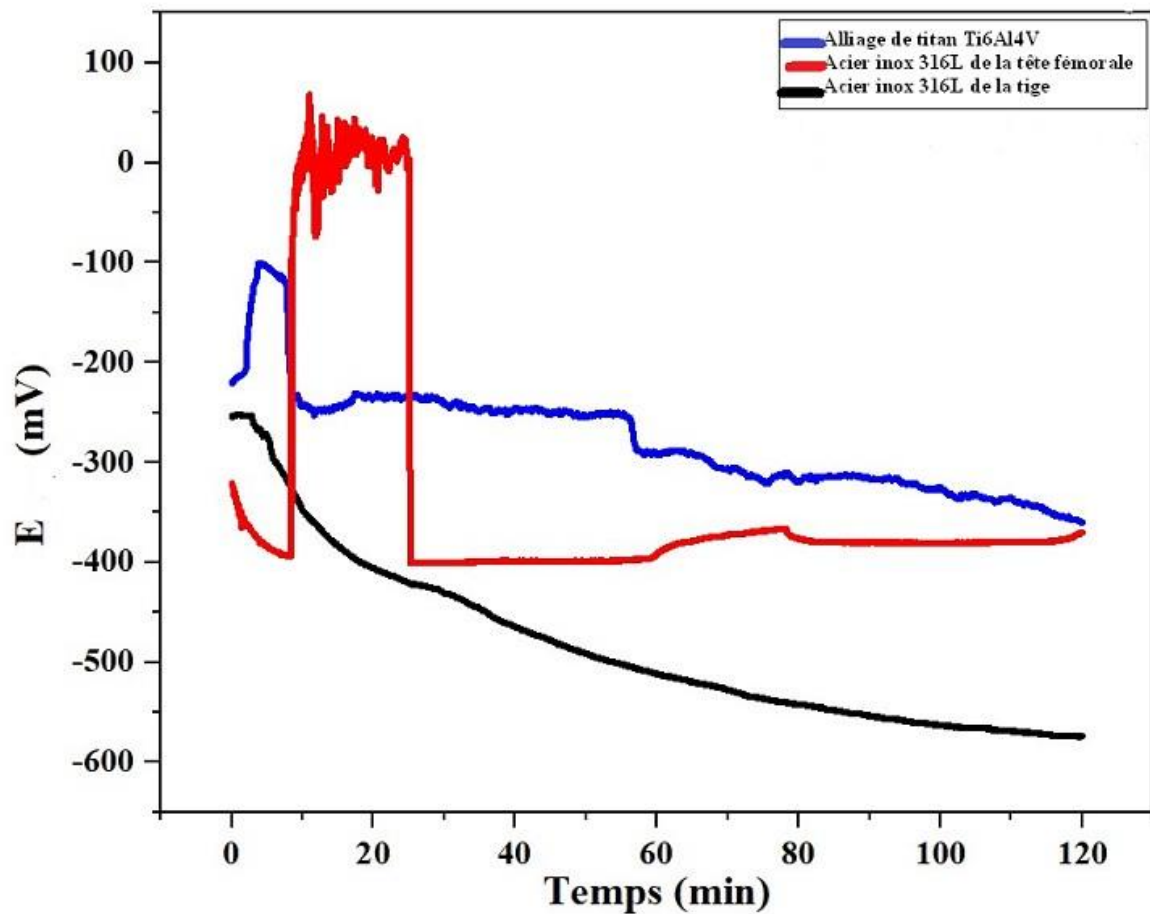


Figure IV.7 : montre l'évolution du potentiel à l'abandon en fonction du temps

1) Acier inox 316L de la tige

- Potentiel initial élevé :

Le potentiel de corrosion initial autour de -250 mV cela signifie que l'acier inoxydable 316L commence dans un état passivé.

- **Phase transitoire rapide:**

La chute rapide du potentiel de corrosion au début (dans les premières minutes) peut être due à la rupture de la couche passive initiale lorsque l'échantillon est immergé dans la solution PBS. Cette rupture expose le métal sous-jacent à l'attaque corrosive.

- **Diminution progressive :**

La diminution progressive du potentiel de corrosion après la phase transitoire rapide indique que l'acier inoxydable 316L continue de se corroder, mais à un rythme de plus en plus lent. Cela peut être dû à la formation d'une nouvelle couche passive qui se renouvelle continuellement en présence de PBS.

- **Stabilisation du potentiel :**

La stabilisation autour de -600 mV vers la fin de l'expérience (environ 120 minutes) suggère que l'acier inoxydable 316L atteint un équilibre où le taux de formation de la couche passive et le taux de corrosion deviennent comparables. Cet équilibre est typique des matériaux qui montrent une bonne résistance à la corrosion dans des conditions physiologiques.

## 2) Acier inox de tête

- **Potentiel initial négatif :**

Le potentiel de corrosion commence autour de -400 mV, ce qui indique que la surface métallique est dans un état actif de corrosion après avoir enlevé la couche protectrice.

- **Augmentation rapide du potentiel :**

Une augmentation rapide du potentiel de corrosion est observée, atteignant un pic positif près de 0 mV au bout de 10 minutes. Cette hausse rapide peut être attribuée à la formation rapide d'une nouvelle couche passive sur la surface de l'acier inoxydable 316L exposé.

- **Fluctuations initiales :**

Après le pic initial, il y a des fluctuations significatives autour de 0 mV pendant environ 20 à 40 minutes. Ces fluctuations indiquent des instabilités dans la formation de la couche passive, où des micro-ruptures et des reformations de la couche se produisent.

- **Transition vers un potentiel plus négatif :**

Vers 40 minutes, le potentiel de corrosion chute brusquement à environ -400 mV. Cette chute pourrait être due à une rupture complète de la couche passive formée, exposant de nouveau le matériau à une corrosion active.



- **Stabilisation :**

Après 60 minutes, le potentiel de corrosion semble se stabiliser autour de -400 mV, avec une légère tendance à augmenter vers la fin de l'expérience. Cette stabilisation à un potentiel négatif indique que la surface métallique continue de corroder, mais à un taux plus constant.

### 3) Alliage de titane

- **Potentiel initial élevé :**

Le potentiel de corrosion initial est très élevé, autour de -80 mV, ce qui est typique pour l'alliage Ti6Al4V connu pour sa bonne résistance à la corrosion due à la formation d'une couche d'oxyde passive stable sur sa surface.

- **Chute rapide initiale :**

Il y a une chute rapide du potentiel de corrosion dans les premières minutes, atteignant environ -200 mV. Cela peut indiquer une perturbation initiale de la couche passive suivie d'une réadaptation rapide du matériau au milieu environnant.

- **Fluctuations et phases transitoires :**

Après la chute initiale, le potentiel de corrosion montre des fluctuations. Ces variations peuvent être dues à des phénomènes transitoires de formation et de dissolution de la couche passive protectrice. Les variations sont plus prononcées que celles observées pour l'acier inoxydable 316L, suggérant une réponse plus dynamique de la surface du Ti6Al4V aux conditions environnementales.

- **Stabilisation à long terme :**

Vers la fin de l'expérience (environ 120 minutes), le potentiel de corrosion atteint environ -350 mV et semble se stabiliser. Cela indique que le Ti6Al4V atteint un équilibre dynamique où la formation de la couche passive et la dissolution se compensent mutuellement.

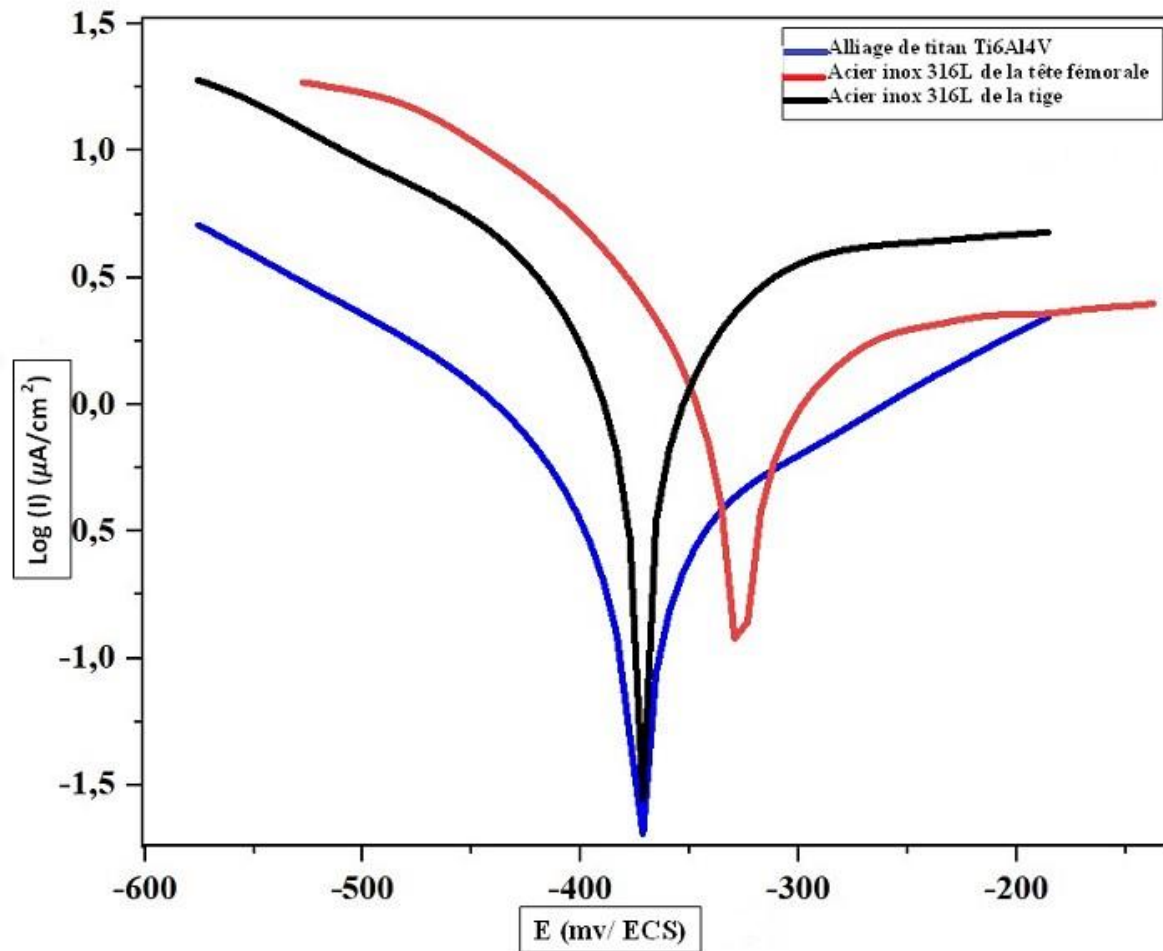


Figure IV.8 : courbe de tafel des trois échantillons.

#### IV.4.1.2 Interprétation de la courbe de Tafel

##### 1) Acier inox 316L de la tige

La courbe montre une forme caractéristique de la polarisation anodique et cathodique avec une symétrie autour du potentiel de corrosion (point le plus bas de la courbe).

Le point le plus bas de la courbe (vers -400 mV) représente le potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ), où le taux de corrosion est le plus élevé ( $I_{corr}$  maximum).

##### 2) Acier inox de tête

La courbe montre une forme caractéristique de la polarisation anodique et cathodique avec une symétrie autour du potentiel de corrosion (point le plus bas de la courbe).

Le point le plus bas de la courbe (vers -350 mV) représente le potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ), où le taux de corrosion est le plus élevé ( $I_{corr}$  maximum).

### 3) Alliage de titane

La courbe montre une forme caractéristique de la polarisation anodique et cathodique avec une symétrie autour du potentiel de corrosion (point le plus bas de la courbe).

Le point le plus bas de la courbe (vers -400 mV) représente le potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ), où le taux de corrosion est le plus élevé ( $I_{corr}$  maximum).

#### IV.4.2 Discussion

Cette analyse confirme que le Ti-6Al-4V est le matériau le plus approprié pour des applications biomédicales nécessitant une haute résistance à la corrosion et une stabilité électrochimique dans des conditions physiologiques l'alliage de titane (Ti-6Al-4V) présente une meilleure résistance à la corrosion par rapport aux deux échantillons d'acier inox 316L (tige et tête fémorale de prothèse) dans les conditions expérimentales simulant l'environnement physiologique. Cette propriété fait du Ti-6Al-4V un matériau préféré pour les applications biomédicales nécessitant une haute résistance à la corrosion. Les variations entre les deux échantillons d'acier inox 316L pourraient être dues à des différences dans la préparation ou les conditions de test, mais ils montrent globalement une résistance à la corrosion inférieure à celle de l'alliage de titane.

**Tableau IV.3: Paramètre cinétique de Tafel et courant de corrosion à pH 7,4**

Matériaux	$E_{corr.}$	$I_{corr.}$	$R_p$	$\beta_a$	$\beta_c$	Corrosion
Acier inox 316L de la tige	-387,3mV	2,3164 $\mu$ A/c m <sup>2</sup>	17,88 kOhm·cm <sup>2</sup>	404,5 mV	-209,6 mV	27,09 $\mu$ m/an
Acier inox 316L de la tete fémorale	-339,2mV	1,4505 $\mu$ A/c m <sup>2</sup>	31,59 kOhm·cm <sup>2</sup>	568,2 mV	-137,3 mV	16,96 $\mu$ m/an
Alliage du titan Ti6Al4V	-387,1mV	0,2673 $\mu$ A/cm <sup>2</sup>	94,82 kOhm·cm <sup>2</sup>	188 mV	-117 mV	3,126 $\mu$ m/an

## IV.6 Analyse des résultats de la microdureté

### IV.6.1 analyse des images et le graphe

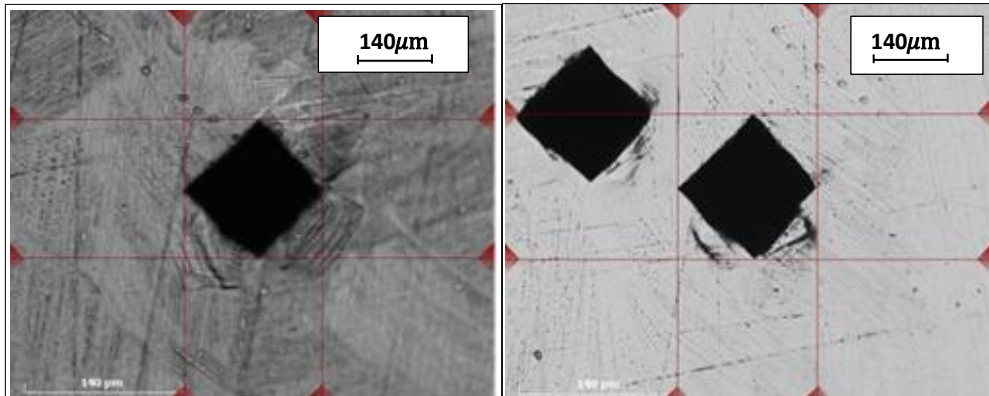


Figure IV.9: Image Microscopique des Indentations de l'acier inox 316L

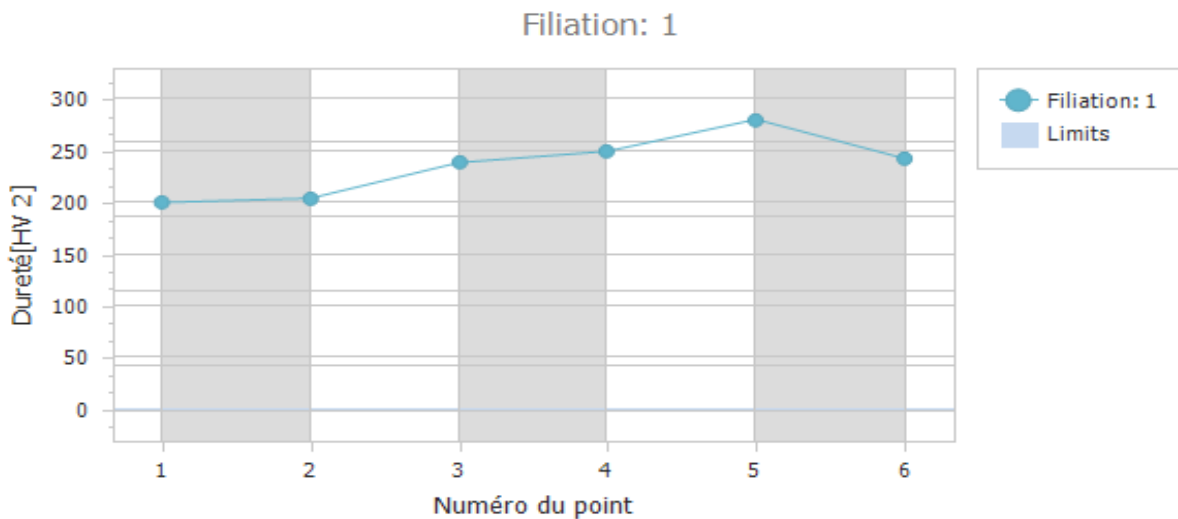


Figure IV.10 : graphique de dureté

#### IV.6.1.1 Homogénéité de la Dureté

Les indentations uniformes et régulières suggèrent que l'acier inoxydable 316L a une dureté homogène, ce qui est bénéfique pour des applications biomédicales, car cela assure une performance uniforme sous contrainte.

Toute variabilité observée dans la taille des indentations ou les valeurs de dureté sur le graphique pourrait indiquer des hétérogénéités microscopiques, telles que des inclusions ou des précipités, qui pourraient influencer la performance mécanique locale.

## **IV.6 Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté et analysé les résultats obtenus à partir des différentes techniques expérimentales appliquées aux matériaux utilisés dans la fabrication des prothèses de hanche (l'acier inoxydable 316L et l'alliage de titane Ti6Al4V). Les données recueillies ont permis de comparer les performances physico-chimiques et mécaniques de ces matériaux, en mettant en évidence leurs avantages et leurs limites respectives.

# **Conclusion générale**

En conclusion, notre étude a démontré que l'acier inoxydable 316L et l'alliage de titane Ti6Al4V présentent des propriétés distinctes qui les rendent chacun appropriés pour différentes applications en orthopédie. L'acier inoxydable 316L est particulièrement reconnu pour son excellente résistance à la corrosion, ce qui en fait un choix privilégié pour des environnements hautement corrosifs. En revanche, l'alliage de titane Ti6Al4V se distingue par sa légèreté, sa résistance mécanique élevée et sa biocompatibilité, ce qui le rend idéal pour des implants nécessitant une charge mécanique importante.

Les résultats de notre recherche sont significatifs pour le développement futur de prothèses de hanche. En comprenant mieux les propriétés des matériaux, il est possible d'optimiser les processus de fabrication et de concevoir des implants qui offrent une meilleure durabilité et une biocompatibilité améliorée. Cela peut réduire le risque de complications postopératoires et diminuer la nécessité de révisions chirurgicales, améliorant ainsi la qualité de vie des patients.

La maîtrise des interactions entre les biomatériaux et l'environnement biologique est essentielle pour continuer à innover dans le domaine des implants orthopédiques. Les avancées dans ce domaine ouvriront la voie à des prothèses de hanche plus performantes et plus sûres, contribuant ainsi à des soins de santé de meilleure qualité pour les patients nécessitant des interventions orthopédiques.

# **Références bibliographique**



- [1]N.MANSOURI : Chapitre I. généralités sur les biomatériaux, cours 3<sup>ème</sup> année licence génie des matériaux du module initiation aux biomatériaux ,université de Batna (2020).
- [2]Dj. Amari : Caractérisation de revêtements prothétiques élaborés par pulvérisation magnétron. Etude de leur comportement vis-à-vis de la corrosion dans une solution physiologique, Thèse de doctorat, Université de Béjaia (2020).
- [3]Union européenne (2023) : *Règlement (UE) 2017/745 du Parlement européen et du Conseil du 5 avril 2017 relatif aux dispositifs médicaux, modifiant la directive 2001/83/CE, le règlement (CE) n° 178/2002 et le règlement (CE) n° 1223/2009 et abrogeant les directives 90/385/CEE et 93/42/CEE du Conseil.*
- [4]N.MANSOURI : Chapitre III. Prothèse de hanche, cours 3<sup>ème</sup> année licence génie des matériaux du module initiation aux biomatériaux ,université de Batna (2020).
- [5]N.Blanchemain.(2020/2021) – UEO Sciences du Médicament et des produits de santé Historique des biomatériaux et dispositifs Médicaux, université de lille.
- [6]A.Truffaux: Influence des défauts de forme sur les performances d'assemblages. Application aux prothèses totales de hanche. Mémoire en vue de l'obtention Le DIPLOME D'INGENIEUR CNAM, Centre d'Enseignement d'Orléans (2016).
- [7] Durand Ocularistes. Historique de la prothèse oculaire(2019). Disponible sur : <https://durand-ocularistes.fr/2019/07/17/historique-de-la-prothese-oculaire/> (consulter le 08/03/2024).
- [8]L.FISCHER,W.PLANCHAMP,B.FISCHER,F.CHAUVIN:Les premières prothèses articulaires de la hanche chez l'homme (1890-1960), Histoire des sciences médicales,TomeXXXIV, № 1( 2000).
- [9] M. EL HASSOUNI: Biomatériaux pour la reconstruction osseuse, Mémoire licence, Université de Fès (2012).
- [10]M. ARIOUA : élaboration et caractérisation d'un substitut osseux poreux à base du verre bioactif. Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (2007).
- [11] R. SCHMIDT : comportement des matériaux dans les milieux biologiques, Traité des matériaux, Presses polytechniques et universitaires romandes, application en médecine et biotechnologie, Lausanne (1999).
- [12]Y.AZZOUG,G.CHETTOUH : Etude des couches minces de nitrure de titane dopé à l'oxygène déposées par pulvérisation cathodique, Mémoire de Projet de Fin d'Etude Pour l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'État en Génie des matériaux, École Nationale Polytechnique d'alger (2019).
- [13] C.RICHARD, Livre Blanc: Corrosion et traitements de surface des biomatériaux. Polytech'Tours - Université de Tours François Rabelais.

- [14]N.MARCHNER : Encapsulation d'un Principe actif dans des nanofibres produites par électrofilage coaxial, thèse de doctorat, université de Lyon (2018).
- [15]B.RAHAL, Elaboration d'un biomatériau à base de titane par frittage et sa caractérisation électrochimique en comparaison avec un implant classique, mémoire de magister, université d'Annaba (2009).
- [16]J.P.GUIBAUD, F.FORESTIER, G.JANVIER : Hémocompatibilité et biomatériaux, biocompatibilité et CEC, édition scientifique et médicale elsevier SAS (2002).
- [17]B. LAMY, biomatériaux, structures;comportement mécanique des tissus vivants Matériaux de substitution (2018).
- [18]B.ATEF, Kh.JENDOUBIL, A. ZAGHAL, M. KHADHRAOUI, & P. CHABRAND : Comportement mécanique des prothèses totales de hanche au pic de chargement, Mécanique & Industries 11, 25–36 (2010).
- [19]J. GERINGER : Fretting corrosion de matériaux utilisés comme implants orthopédiques, Thèse de doctorat, université de Saint-Etienne (2005).
- [20]Y.MOUSSAOUI: Influence du milieu environnant sur les biomatériaux pour la tenue des prothèses, Mémoire de magistère, université de batna (2012).
- [21]O.FELLA, KH.BOULZAZENE : caractérisation des paramètres physico-chimiques et mécaniques des biomatériaux métalliques Ti6Al4V et 316L utilisés dans le domaine biomédical. Mémoire du master, université de Bejaia (2013).
- [22]V.Thirion-Merle : Spectrométrie de fluorescence X. Circulation et provenance des matériaux dans les sociétés anciennes. Editions des archives contemporaines, Collection Sciences archéologique (2014).
- [23]A.ATTANASIO, M.GELFI, A.POLA, E.CERETTI, & C.GIARDINI : Influence des microstructures matérielles dans le microfraisage de l'alliage Ti6Al4V. Journal des Procédés de Fabrication Avancés, 12(3), 45-5, (2024).
- [24]A.ZAABAR : Electrodeposition, par voltampérométrie et cémentation, des métaux cuivre et zinc en présence d'extrait de la plante d'ortie (*Urtica dioica* L.). Application de l'extrait à la corrosion. Thèse de doctorat, université de Bejaia (2015).
- [25]ZwickRoell. Essai de dureté. Disponible sur : <https://www.zwickroell.com/fr/secteurs-dactivite/test-de-materiau-essai-de-materiau/> (consulté le 24/05/2024).

## Résumé

Ce mémoire se concentre sur la caractérisation physico-chimique et mécanique des matériaux utilisés pour les prothèses de hanche, en particulier l'acier inoxydable 316L et l'alliage de titane Ti6Al4V. Il commence par une rétrospective sur l'évolution des biomatériaux et leurs applications médicales. La partie expérimentale utilise diverses techniques pour évaluer les performances et l'aptitude de ces matériaux, couvrant la spectroscopie, la microscopie, les tests mécaniques et l'analyse de surface.

Les résultats révèlent la résistance mécanique, la résistance à la corrosion et la biocompatibilité de ces matériaux, soulignant leur importance pour la durabilité et la fonctionnalité des implants de hanche. L'étude aborde aussi la corrosion des implants dans les environnements biologiques avec la solution saline dans un tampon phosphate (PBS), les mécanismes de corrosion, les interactions avec les tissus biologiques et les traitements de surface pour améliorer la longévité et la biocompatibilité.

**Mots clef :** biomatériaux, DRX, FRX, microscope optique, corrosion électrochimique, l'acier inox 316L, alliage de titan Ti6Al4V, prothèse de hanche, solution PBS.

## Abstract

This dissertation focuses on the physicochemical and mechanical characterization of materials used for hip prostheses, in particular 316L stainless steel and the titanium alloy Ti6Al4V. It begins with a retrospective on the evolution of biomaterials and their medical applications. The experimental part uses various techniques to evaluate the performance and suitability of these materials, covering spectroscopy, microscopy, mechanical testing and surface analysis.

The results reveal the mechanical strength, corrosion resistance and biocompatibility of these materials, highlighting their importance for the durability and functionality of hip implants. The study also addresses implant corrosion in biological environments with phosphate-buffered saline (PBS), corrosion mechanisms, interactions with biological tissues, and surface treatments to improve longevity and biocompatibility.

**Key words :** biomaterials, XRD, FRX, optical microscope, electrochemical corrosion, 316L stainless steel, Ti6Al4V titan alloy, hip prosthesis, PBS solution.

## ملخص

تركز هذه الأطروحة على التوصيف الفيزيائي والكيميائي والميكانيكي للمواد المستخدمة في الأطراف الاصطناعية للورك، ولا سيما الفولاذ المقاوم للصدأ L316 وسبائك التيتانيوم Ti6Al4V. ويبدأ بأثر رجعي على تطور المواد الحيوية وتطبيقاتها الطبية. يستخدم الجزء التجريبي تقنيات مختلفة لتقييم أداء وملاءمة هذه المواد، بما في ذلك التحليل الطيفي والمجهري والاختبار الميكانيكي وتحليل السطح.

تكشف النتائج عن القوة الميكانيكية، ومقاومة التآكل، والتوافق الحيوي لهذه المواد، مما يسلط الضوء على أهميتها بالنسبة لمتانة ووظيفة غرسات الورك. تتناول الدراسة أيضا تآكل الغرسات في البيئات البيولوجية باستخدام محلول ملحي بالفوسفات (PBS)، وآليات التآكل، والتفاعلات مع الأنسجة البيولوجية، والمعالجات السطحية لتحسين طول العمر والتوافق الحيوي.

**الكلمات الدالة:** المواد الحيوية، XRD، FRX، المجهز الضوئي، التآكل الكهروكيميائي، الفولاذ المقاوم للصدأ L316،

سبائك التيتانيوم Ti6Al4V، الأطراف الاصطناعية للورك، محلول PBS.

