



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Ecole Nationale Polytechnique
Département de Métallurgie
Laboratoire de science et génie des matériaux

Mémoire de Magistère en Métallurgie

Option : Métallurgie

Présenté Par :

ANCER Mourad

Ingénieur d'Etat en Métallurgie de l'ENP

Intitulé :

Le Comportement Tribologique d'un Biomatériau Co-Cr Elaboré par la Métallurgie des Poudres

Soutenu publiquement Le 19/11/2014 devant le jury composé de :

Président	Mr.CHITROUB Mohammed	Professeur (ENP)
Rapporteur	Mr. YOUSFI Hamid	Professeur (ENP)
Examineur	Mr. KASSER Abdelmadjid	Docteur (ENP)
Examineur	Mr. ABDI Said	Professeur (USTHB)
Examineur	Mr. DEMRI Boualem	Professeur (ENP)

ENP 2014

ملخص :

الهدف من هذا العمل هو تطوير مادة بيولوجية(بيومتريال) استنادا الى خليط من الكروم و الكوبالت ولهدف تحسين خصائصه الميكانيكية والتريبولوجية، أضيفت عناصر مثل التنغستن والنيكل، ولهذا أعدت تركيبات مختلفة من خليط مسحوق المعادن الذي يحتوي على الكروم و الكوبالت والتنغستن والنيكل و بعد وزنها و خلط المسحوق ، أنتجت أقراص رقيقة على شكل اسطواني.و بواسطة الضغط المحوري في مصفوفة جامدة.و بعد القلي، أجريت دراسة تريبولوجية لتحليل تأثير هذه العناصر المختارة على السلوك التريبولوجي والميكانيكي لهذا البيومتريال .خمسة خلائط من الكروم و الكوبالت و.التنغستن والنيكل قد أنتجت وبعد التحليل ألمجهري للعينات الأقل مسامية التي تم تحضيرها نخضعها إلى تجارب التآكل بفعل الاحتكاك بحضور التشحيم(على غرار البيئة الفسيولوجية في الجسم البشري). وعينة من الفولاذ المقاوم للصدأ لتحديد معدل التآكل ومعامل الاحتكاك مع تغير السرعة و الحمولة.

الكلمات المفتاحية: مسحوق المعادن, المسامية , الاحتكاك , التآكل, التشحيم

Résumé :

L'objectif de ce travail est d'élaborer un biomatériau à base d'alliage de Co-Cr et afin d'améliorer ses propriétés mécaniques et en fatigue, des éléments tels que le tungstène et le nickel ont été ajoutés, donc différentes compositions d'alliages Co-Cr- Ni-W ont été élaborées par la métallurgie des poudres. Après pesées et mélange des poudres pures, des comprimés de forme cylindrique minces ont été produits par compactage axial en matrice rigide. Après frittage, une étude microstructurale et tribologique a été menée afin d'analyser l'influence des ces éléments choisis sur le comportement tribologique et mécanique des biomatériaux. Après caractérisation des échantillons par microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse EDX, les échantillons ont subis des tests de frottements et d'usure avec lubrification (milieu physiologique semblable à celui dans le corps humain) sur la série des échantillons les moins poreux et un échantillon d'acier inoxydable 316L afin de déterminer le taux d'usure et le coefficient de frottement pour différentes charges et vitesses de glissement.

Mots clés : métallurgie des poudres (MDP), porosité, frottement, usure, lubrification

Abstract

The aim of this work is to develop a biomaterial based Co-Cr alloy and to improve its mechanical and fatigue properties, elements such as tungsten and nickel were added, so different compositions Co-Cr-Ni-W alloys were prepared by powder metallurgy. After weighing and mixing the pure powder, tablets thin cylindrical shape were produced by axial compaction in rigid matrix. After sintering, microstructural and tribological study was conducted to analyze the influence of these elements selected on the tribological and mechanical behavior of biomaterials. After characterization of samples by scanning electron microscopy (SEM) and the EDX analysis, samples were subjected to tests with friction wear and lubrication (similar to the physiological environment in the human body) on the series of samples less porous and a sample of stainless steel 316L to determine the wear rate and friction coefficient for different loads and sliding speeds.

Key Word : powder metallurgy (CDM), porosity, friction, wear, lubrication

Dédicaces

*Je tiens à dédier ce modeste travail
à tous ceux avec qui je partage même un
grain de joie et d'amitié,*

Particulièrement :

*A mes très chers parents. Que dieu les
garde pour moi.*

A mes frères et mes sœurs.

*A mes amis Hakim, Boualem, Cessi,
Khalifa, Fillali, Badi...Et à tous mes amis
que je ne peux pas citer.*

Remerciements

Je remercie tout d'abord Dieu le tout puissant de m'avoir donné la foi, la patience, la volonté et le courage afin d'arriver à faire ce modeste travail.

Il m'est particulièrement agréable d'exprimer mes sincères remerciements à Monsieur le Professeur Hamid YOUSFI d'avoir dirigé et suivi tous mes travaux de recherche, pour son grande disponibilité, ses conseils, et pour m'avoir aidé à réussir.

J'exprime ma sincère reconnaissance à Monsieur S.ABDI Professeur à l'USTHB pour m'avoir accueilli au sein de son Laboratoire à l'U.S.T.H.B et permis de réaliser mon travail, pour son grande disponibilité, ses conseils, et d'accepter de lire, d'examiner et de juger ce mémoire et d'être membre du jury de soutenance.

L'expression de toute ma gratitude est adressée à Monsieur M.CHETROUBE, Professeur à l'ENP, pour ses encouragements et qui a eu l'amabilité d'examiner, de juger, et aussi de m'avoir fait l'honneur de présider le jury.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur A.KASSER, Docteur à l'ENP, pour son aide, pour les conseils précieux qu'il m'a accordé tout au long de mon parcours, et qui a pris le temps de consulter ce mémoire, et pour avoir consenti à en être membre du jury.

Je tiens également à remercier vivement monsieur B.DEMRI Professeur à l'ENP, pour m'avoir accueilli au sein de son Laboratoire a l'ENP, et pour avoir accepté de m'examiner et d'être membre du jury de soutenance.

Enfin je tiens à remercier l'étudiant REZZOUG. de l'USTHB pour son disponibilité et son aide, ainsi que tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin.

ANCER Mourad

Liste des symboles

***S** : La surface usée.*

***F_n** : La charge normale.*

***F_g** : La force de glissement.*

***μ** : Le coefficient de frottement.*

***V_p** : Le volume de la poudre.*

***V** : Le volume d'usure*

***V_g** : la vitesse de glissement*

***F** : La force de glissement.*

***η** : La viscosité du lubrifiant.*

***P** : La pression/la charge*

***P_c** : La pression de contact.*

***h** : L'épaisseur minimum du lubrifiant.*

***σ** : La rugosité de surface.*

***L** : La distance de glissement.*

***ε** : La porosité fractionnelle.*

***ε_a** : La porosité apparente au début de la compression.*

***R_o** : La résistance du matériau dense*

***d** : La densité du comprimé.*

***D_m** : Le diamètre moyen de la poudre.*

***O_i** : Les ouvertures des tamis.*

***X_i** : Les fractions massiques des refus retenus des tamis.*

***R** : Le rayon de la trace d'usure*

***w** : La largeur de la trace d'usure.*

***r** : Le rayon de la bille.*

***K** : Le taux d'usure.*

***H** : La dureté du matériau*

***S_r** : La surface réelle de contact*

Liste des tableaux

<i>Tableau. I.1.1 : Propriétés mécaniques des biomatériaux.....</i>	<i>5</i>
<i>Tableau I.1.2 : Les principales catégories des biomatériaux métalliques.....</i>	<i>5</i>
<i>Tableau I.1.3 : Compositions chimique des alliages cr-co (ASTM, 2000).....</i>	<i>7</i>
<i>Tableau II.1 : Quelques propriétés de poudres utilisées.....</i>	<i>42</i>
<i>Tableau II.2 : Compositions chimiques des alliages élaborés (% massique).....</i>	<i>44</i>
<i>Tableau III.1.1 : Composition chimique des échantillons élaborés.....</i>	<i>51</i>
<i>Tableau III.1.2 : La taille moyenne des particules des poudres utilisées.....</i>	<i>51</i>
<i>Tableau III.1.3 : Influence de la pression appliquée sur la densité à vert.....</i>	<i>53</i>
<i>Tableau III.1.4: Représente l'influence de la charge sur le taux de la porosité (après frittage).....</i>	<i>59</i>
<i>Tableau III.1.5 : Influence de la pression sur la microdureté (après frittage).....</i>	<i>61</i>
<i>Tableau. III.2.1 : Taux d'usures des alliages pour une charge $N=7N$ et une vitesse $V=10cm/s$.....</i>	<i>69</i>
<i>Tableau. III.2.2 : L'évolution du taux d'usure suivant l'état de surface $V=10 cm/s$. $P=7$.....</i>	<i>77</i>
<i>Tableau. III.2.3 : Représente l'effet de la charge sur la résistance à l'usure des alliages 316L et Co20Cr10Ni10W pour une vitesse de glissement $V=10 cm/s$.....</i>	<i>81</i>
<i>Tableau. III.2.4 : Représente l'évolution du taux d'usure en fonction de la vitesse de glissement $P=7 N$.....</i>	<i>84</i>

Liste des figures

<i>Figure. I.1.1 : Diagramme d'équilibre Cr Co</i>	9
<i>Figure. I.1.2 : mécanisme d'oxydation des implants</i>	11
<i>Figure I.2.1 : le triplet tribologique de Godet et le concept de troisième corps</i>	13
<i>Figure I.2.2 : circuit tribologique de Berthier</i>	15
<i>Figure I.2.3 : Schéma d'une courbe de Stribeck montrant les différentes zones d'évolution du frottement en fonction du paramètre $\eta V/P$ d'après</i>	19
<i>Figure. I.2.4 : Usure par abrasion : les particules peuvent être étrangères ou provenir de l'écaillage des surfaces</i>	20
<i>Figure. I.2.5 : Usure adhésive douce et usure adhésive sévère</i>	23
<i>Figure. I.2.6 : Influence de la charge sur le régime de l'usure adhésive</i>	23
<i>Figure. I.2.6 : L'usure par délamination</i>	24
<i>Figure. I.2.7 : Vue d'une prothèse modulaire d'articulation de hanche</i>	26
<i>Figure. I.2.8 : catégories d'usure d'une prothèse de hanche</i>	27
<i>Figure. I.3.1 : Intérêt des poudres agglomérées</i>	31
<i>Figure I.3.2: Influence de la pression de compactage sur la densité des comprimés</i>	33
<i>Figure. I.3. 3 : Evolution de la porosité au cours du frittage</i>	37
<i>Figure. II.1 : Forme des comprimés avant frittage</i>	43
<i>Figure. II.2 : Matrice et compactage</i>	45
<i>Figure. II. 3. Tribomètre balle on disque</i>	48
<i>Figure. II. 4 : Principe de fonctionnement du tribomètre</i>	49
<i>Figure. III.1.1 : Microphotographie des poudres utilisées obtenues par MEB</i>	52
<i>Figure. III.2 : Histogramme représente l'influence de la pression appliquée sur la densité à vert</i>	53
<i>Figure. III.3: Histogramme représente la différence en densité des alliages avant et après frittage sous une pression de compactage de 90kN</i>	54

Figure. III.4 : Image MEB et identification par EDX des phases de quelques biomatériaux.....	56
Figure. III.5 : Macrographie MEB des alliages élaborés.....	57
Figure. III.6: Micrographies des alliages frittés à 1000 C pendant 7h obtenues sous une pression de compactage de 90KN.....	58
Figure. III.7: Histogramme représente influence de la pression sur le taux de la porosité (après frittage).....	59
Figure. III.8: Courbe représente l'effet du taux de tungstène sur le taux de porosité.....	60
Figure. III.9: Courbe représente influence de la pression sur la microdureté (après frittage).....	61
Figure. III.2.1 : Courbes représentent l'évolution des coefficients de frottement.....	65
Figure. III.2.2 : Courbes représentent l'évolution des coefficients de frottement.....	66
Figure. III.2.3 : micrographies des traces d'usure des alliages élaborés.....	68
Figure. III.2.4 : Histogramme représente la corrélation entre le taux d'usure et la microdureté HV des alliages élaborés.....	70
Figure. III.2.5 : L'évolution du coefficient de frottement des alliages en fonction de la distance de glissement.....	71
Figure. III.2.6 : Micrographie MEB des traces d'usure des alliages élaborés.....	73
Figure. III.2.7 : L'évolution du coefficient de frottement de Co ₂₀ Cr ₁₀ Ni ₁₀ W en fonction de la distance de glissement.....	74
Figure. III.2.8 : Histogramme représente le coefficient de frottement moyen des différents alliages suivant leurs états de surface.....	75
Figure. III.2.9 : l'évolution du coefficient de frottement de Co ₂₀ Cr en fonction de la distance de glissement.....	76
Figure. III.2.10 : l'évolution du taux d'usure suivant l'état de surface V=10 cm/s. P=7 N.....	77
Figure. III.2.11 : courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de Co ₂₀ Cr ₁₀ Ni ₁₀ W en fonction de la distance de glissement V=10 cm/s.....	79
Figure. III.2.12 : courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de 316l en fonction de la distance de glissement V=10 cm/s.....	79
Figure. III.2.13 : courbe représente l'évolution des coefficients de frottement moyen de 316l et Co ₂₀ Cr ₁₀ Ni ₁₀ W en fonction de la charge appliquée V=10 cm/s.....	80

Figure. III.2.14 : Représente l'effet de la charge sur la résistance à l'usure des alliages 316L et Co20Cr10Ni10W pour une vitesse de glissement $V=10$ cm/s.....81

Figure. III.2.15 : Courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de Co20Cr10Ni15W en fonction de la distance de glissement $P=10$ N.....82

Figure. III.2.16 : Courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de Co20Cr10Ni20W en fonction de la distance de glissement $P=10$ N.....83

Figure. III.2.17 : Courbe représente l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la vitesse de glissement $P=7$ N.....83

Figure. III.2.18 : Courbe représente l'évolution du taux d'usure en fonction de la vitesse de glissement $P=7$ N.....85

Table des matières

Introduction générale	1
------------------------------------	----------

Chapitre I : étude bibliographique

I.1. les biomatériaux et la biocompatibilité

I.1.1 : Introduction.....	2
I.1.2 : Les biomatériaux.....	2
I.1.2.1 : Historique	2
I.1.2.2 : Définition.....	2
I.1.2.3 : La notion de biocompatibilité.....	3
I.1.2.4 : Les caractéristiques requises pour les implantations.....	4
I.1.3 : Les matériaux à vocation de biomatériaux.....	4
I.1.3.1 : Les biomatériaux métalliques.....	5
I.1.3.1.1: Les aciers inoxydables.....	6
I.1.3.1.2 : Les alliages à base titane.....	6
I.1.3.1.3 : Les alliages cobalt-chrome.....	7
I.1.3.1.4 : Les métaux nobles	9
I.1.4 : Paramètres morphologiques influençant l'adhésion cellulaire.....	10
I.1.5 : Type de dégradation.....	10
I.1.5.1: La corrosion	10
I.1.5.2 : La fatigue.....	11
I.1.5.3 : L'usure.....	12

I.2. Le comportement tribologiques des biomatériaux

I.2. 1: Introduction.....	13
I.2.2 : Le triplet tribologique et la notion de troisième corps.....	13
I.2.2.1 : Les premiers corps.....	14
I.2.2.2 : Le troisième corps.....	14
I.2.2.3 : Circuit tribologique.....	15
I.2.3 : Contacts lubrifiés et contacts dits secs.....	16
I.2.3.1 : Contacts secs.....	16
I.2.3.2 : Contacts lubrifiés.....	18
I.2.4 : Mécanismes de dégradation de surface.....	20
I.2.4.1 : Usure abrasive.....	20
I.2.4. 2: Usure adhésive.....	21
I.2.4. 3: L'usure par délamination.....	24
I.2.4. 4: L'usure tribochimique.....	25
I.2.5 Comportement Tribologie des prothèses orthopédiques.....	25
I.2.5.1: Introduction	25
I.2.5.2: Frottement et lubrification.....	25
I.2.5.3 : Paramètres, facteurs d'usure.....	28
I.2.5.3.1 : Rôle des renforts.....	28
I.2.5.3.2 : Rôle de la porosité.....	28
I.2.5.3.3 : Rôle de la rugosité de surface.....	29

I.3. La métallurgie des poudres

I.3.1 : Définition.....	31
I.3.2 : Généralité	31
I.3.3 : Compactage des poudres	32
I.3.3.1 : Introduction.....	32
I.3.3.2 : Mécanismes de compactage.....	32
I.3.3.3 : Distribution de la contrainte et de la densité :.....	33
I.3.3.4 : Densité de l'aggloméré en fonction de la pression :.....	34
I.3.3.5 : Résistance de l'aggloméré en fonction de la densité :.....	34
I.3.3.6 : Influence des caractéristiques de la poudre :.....	35
I.3.3.7 : Le compactage axial à simple et à double action.....	35
I.3.4 : Le frittage des poudres.....	36
I.3.4.1 : Introduction.....	36
I.3.4.2 : stades de frittage.....	36
I.3.4.3 : Mécanismes de frittage.....	38
I.3.4.4 : facteurs influençant sur le frittage.....	39
I.3.5 : Effet KIRKENDALL	41

Chapitre II. Procédures expérimentales

II.1 : Introduction :.....	42
II.2 : Objectif du travail :.....	42
II.3 : Caractéristiques des poudres.....	42
II.4 : Elaboration des alliages par le procédé de mécano-synthèse.....	43
II.4.1 Caractérisation de la poudre :.....	43
II.4.2 Compactage des poudres	44
II.4.3 Frittage des poudres.....	45
II.4.4 Préparation métallographique.....	46
II.4.4.1 Traitement de polissage mécanique :.....	46
II.4.4.2 Etude métallographique :.....	46
II.4.4.2 .1 Observation métallographique :.....	46
II.4.4.2 .2 Mesure du taux de porosité :.....	46
II.4.5 Mesure de la microdureté :.....	47
II.4 Tests Tribologiques	47
II.4 .1 Présentation et définitions.....	47
II.4.2 Dispositif expérimental.....	47
II.4.2.1 Principe de fonctionnement et mesure	48

Chapitre III. Résultats et discussions

III.1 réalisation des alliages par la métallurgie des poudres	51
III.1. Introduction	51
III.2. Processus de compactage à froid.....	51
III.1.3. Influence de la pression appliquée sur la densité à vert.....	52
III.1.4. Influence du frittage	53

III.1.4.1 : L'identification des différentes plages par l'EDEX.....	55
III.1.4.2 : Influence du frittage sur le taux de porosité.....	58
III.1.5. Influence des éléments d'addition (W et Ni).....	60
III.1.6. Influence de la pression sur la microdureté (après frittage)	61
III.2. Etude tribologique.....	63
III.2.1 Introduction	63
III.2.2. Frottement à sec.	63
III.2.2.1. Evolution du coefficient de frottement	
III.2.2.2. Evolution du taux d'usure	69
III.2.3. Frottement avec lubrification	70
III.2.3.1. Evolution générale du coefficient de frottement	70
III.2.3.2. Effet de la rugosité initiale	74
III.2.3.2.1. Effet de la rugosité initiale sur le coefficient de frottement	74
III.2.3.2.2. Effet de la rugosité initiale sur le taux d'usure.....	77
III.2.3.3. Effet de la charge	79
III.2.3.3. 1. Effet de la charge sur le coefficient de frottement.....	79
III.2.3.3. 2. Effet de la charge sur le taux d'usure	81
III.2.3.4. Effet de la vitesse de glissement	83
III.2.3.4.1. Effet de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement.....	83
III.2.3.4.2. Effet de la vitesse de glissement sur le taux d'usure.....	85
Conclusion	88
Références bibliographiques.....	90
Annexe A.....	93
Annexe B.....	94

Introduction générale

Le développement de l'arthroplastie a été le sujet de recherches et d'études de différents domaines de l'ingénierie (mécanique, chimique, matériaux...etc.) et, Malgré de nombreuses tentatives pour améliorer les conceptions des matériaux et les implants prothétiques, le problème majeur avec toutes ces conceptions est l'usure.

Un biomatériau doivent répondre à une série de spécifications : absence de toxicité, bonne biocompatibilité, bonne résistance mécanique, bonne endurance à la fatigue, résistance aux chocs, tenue à la corrosion par les fluides corporels et, en raison de leurs excellente biocompatibilité, les alliages Co –Cr sont largement utilisés dans les implants tels que les prothèses d'articulation de hanche et de genoux[1].

Récemment, de nombreuses recherches ont porté sur l'amélioration des comportements tribologiques des matériaux des implants de manière à allonger leurs durées de vie. La fabrication de ces implants par la métallurgie des poudres permet d'obtenir de nouveaux matériaux ayant de meilleures propriétés exploitantes.

L'objectif de la recherche présentée était d'élaborer un biomatériau à base d'alliage de Co-Cr par la métallurgie des poudres et afin d'améliorer ses propriétés mécaniques et en fatigue, des éléments tels que le tungstène et le nickel ont été ajoutés, ainsi qu'une étude microstructurale et tribologique a été menée afin d'analyser l'influence de ces éléments choisis sur le comportement tribologique et mécanique des biomatériaux

La cause principale de la défaillance à long terme des prothèses totales est due à la génération des débris d'usure [2]. Pour cela, à travers les discussions, nous tenterons de savoir quels sont les mécanismes fondamentaux aboutissants à la formation des ces particules, de les identifier et de connaître leurs influence sur la tenue à l'usure. Et de ce fait, dans le présent mémoire, la présentation est scindée en trois chapitres :

1) Une recherche bibliographique ayant conduit à trois parties :

- La première partie fait le point sur l'état actuel des connaissances concernant les biomatériaux et leurs différents alliages types ainsi que leurs différentes caractéristiques en particulier la biocompatibilité.
- La deuxième partie est consacrée à la mise au point des différents modèles et théories concernant le frottement, l'usure et la lubrification des biomatériaux
- La troisième partie présente une brève étude bibliographique sur les différentes techniques d'élaboration et de caractérisation des poudres.

2) Une étude expérimentale concernant l'élaboration des biomatériaux par la métallurgie des poudres ainsi que leurs caractérisations microstructurales et leurs comportement aux frottements et à l'usure sous lubrification.

3) Le dernier chapitre est réservé à la présentation des différents résultats obtenus, suivi par des discussions et des interprétations.

Ce travail sera finalement clôturé par une conclusion générale.

I.1 : Les biomatériaux et la biocompatibilité

I.1.1 : Introduction

Le choix du matériau est une tâche souvent critique dans le processus de développement d'un dispositif biomédical dont les performances sont largement déterminées par celles du matériau utilisé.

Les biomatériaux regroupent des matériaux dits de suppléance d'origine métallique, polymérique et céramique. Chacun a ses avantages et ses inconvénients et leur choix dépend de leur application et l'environnement biologique dans lequel il sera implanté.

I.1.2 : Les biomatériaux

Les biomatériaux représentent des enjeux économiques et sociaux gigantesques si l'on se réfère, d'une part au marché mondial estimé à plus de 25 milliards d'euros par an (avec un taux de croissance annuel estimé à 12%) et d'autre part, à la population concernée [1].

En effet, leurs champs d'applications sont nombreux : ophtalmologie, odontologie, chirurgie orthopédique, chirurgie cardio-vasculaire, ... et sont appelés à se développer du fait, en particulier, de l'allongement de la durée de vie et de l'exigence de plus en plus grande d'une bonne qualité de vie [1].

I.1.2.1 : Historique

Une première génération des biomatériaux comprenait, jusqu'au milieu du XXème siècle, des métaux et alliages résistants à la corrosion utilisés en chirurgie dentaire et ultérieurement en chirurgie orthopédique. Les tissus ou tricots de polyester ont été utilisés après 1950 comme matériaux de prothèse vasculaire. Tous ces matériaux partagent la même caractéristique de n'avoir pas été produits spécifiquement pour des applications biomédicales. C'est secondairement que les propriétés de résistance à la corrosion, aux contraintes mécaniques et à l'usure, ainsi que leur relative inertie vis-à-vis des tissus vivants, ont été exploitées [2].

I.1.2.2 : Définition

Par définition, un *biomatériau* est un matériau non viable, d'origine naturelle ou artificielle, utilisé dans l'élaboration de dispositifs médicaux destinés à être mis en contact avec des *tissus biologiques* [3].

Ils se différencient des médicaments en ce sens qu'ils ne réalisent pas leur objectif thérapeutique principal par un effet chimique à l'intérieur de l'organisme et n'ont pas besoin d'être métabolisés pour être actifs.

Au-delà de toute définition formelle, la notion de biomatériaux est entièrement contenue dans la prise en compte du contact de ces matériaux avec des tissus ou fluides vivants.

L'étude biologique des biomatériaux consiste, en premier lieu, en une étude du site receveur sur les plans physique, chimique et biologique en situation statique et dynamique.

Il s'en suit une étude de la biocompatibilité et la biofonctionnalité des biomatériaux, afin de déduire les interactions qui peuvent exister entre les implants et les tissus et/ou liquides organiques [1].

I.1.2.3 : La notion de biocompatibilité

La biocompatibilité se définit aujourd'hui, non plus seulement comme l'absence de réactions toxiques, mais plutôt comme le contrôle permanent des influences réciproques entre l'organisme et l'implant, de façon que l'un n'ait pas d'effets défavorables sur l'autre [1].

On dit d'un biomatériau qu'il est *biocompatible* lorsqu'il est capable de remplir sa fonction sans effets adverses sur l'environnement biologique dans lequel il est appelé à fonctionner [3]. Par exemple : les matériaux constitutifs de la partie articulaire d'une prothèse totale de la hanche doivent permettre le mouvement de l'articulation sans frottement excessif, tout en produisant une quantité minimale de débris d'usure pendant la durée de vie de la prothèse (≥ 15 années) [4] ; les débris d'usure produits ne doivent pas provoquer de réaction inflammatoire locale ou générale, ni déclencher de réaction immunitaire spécifique (allergie) ; la partie métallique de la prothèse en contact avec l'os ne doit pas relâcher de produits de corrosion toxiques pour les cellules osseuses, et favoriser la recolonisation par le tissu osseux en contact intime avec la prothèse [5].

Les matériaux bioinertes qui 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 du titane et de ses alliages).

Les matériaux bioactifs qui en réagissant avec leur environnement biologique favorisent l'adhésion ou la croissance cellulaire. C'est le cas, par exemple, de l'hydroxyapatite qui facilite la croissance osseuse.

En effet, le terme de biocompatibilité est tout à fait adapté pour décrire le phénomène de tolérance biologique d'un matériau, mais l'adjectif ne devrait pas être employé, car un matériel biocompatible est une chose qui n'existe pas dans l'absolu, l'application qui en est faite étant le facteur déterminant. C'est de toute façon une notion relative : un matériau peut être biocompatible dans une situation donnée et non biocompatible dans une autre [4].

I.1.2.4 : Les caractéristiques requises pour les implantations

Le succès d'un biomatériau dépend essentiellement de l'ensemble des propriétés physiques, chimiques et biologiques de l'implant, l'adéquation biomécanique de sa conception, la qualité technique de sa mise en place chirurgicale, l'état du receveur avant l'intervention, son comportement après celle-ci et, enfin, le suivi postopératoire à court et à long terme [6].

I.1.2.4.1 : La caractérisation chimique

La caractérisation chimique doit comporter la caractérisation du matériau lui-même, des impuretés, monomères, antioxydants, plastifiants, la résistance du produit fini à l'hydrolyse, l'oxydation, aux variations de pH. Les produits plastiques doivent être soumis aux tests d'absorption afin de connaître l'importance de ce phénomène (lipide et silicone par exemple) et ses conséquences physicochimiques [6].

Les tests de corrosion pour les produits métalliques doivent faire partie de cette caractérisation. Ceux-ci doivent être des mesures électrochimiques (mesure du potentiel de corrosion, tracé des courbes de polarisation, détermination de la vitesse de corrosion, étude de la variation du potentiel en fonction du temps) [7].

I.1.2.4.2 : La caractérisation physique et mécanique

La caractérisation physique et mécanique doit comporter toute une série de tests.

- Les tests physiques doivent comporter l'analyse de la structure moléculaire, cristalline du produit, son poids moléculaire, sa conductivité thermique, ses propriétés électriques.
- Les tests mécaniques sont en partie semblables à ceux utilisés pour caractériser le site receveur, c'est-à-dire : résistance à la traction, compression, flexion, torsion, module d'élasticité, limite élastique, dureté et micro dureté, coefficient de friction, initiation et propagation des microfissures, résistance à la fatigue, à l'usure ...etc. [6]

I.1.3 : Les matériaux à vocation de biomatériaux

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

- les métaux et alliages métalliques,
- les céramiques au sens large,
- les polymères et la matière "molle",
- les matériaux d'origine naturelle.

Le tableau suivant (*Tableau. I.1.1*) compare certaines propriétés mécaniques des matériaux par classes:

Matériaux	module d'élasticité	résistance à la traction	contrainte de rupture	résilience	dureté	résistance à l'environnement biologique
Céramiques	+	±	-	±	+	+
Métaux	±	+	±	+	±	-
Polymères	-	-	+	-	-	±

Tableau. I.1.1 : propriétés mécaniques des biomatériaux [6]

Légende : + élevée ; ± moyenne ; - faible

I.1.3. : Les biomatériaux métalliques.

Ce sont en quelque sorte les "ancêtres" des biomatériaux puisque ce sont les premiers à avoir été utilisés pour faire des implants. Ainsi, un implant dentaire en fer forgé fut découvert sur un jeune homme qui vivait à l'époque gallo-romaine.

De nos jours, les biomatériaux métalliques sont principalement utilisés en orthopédie (clous, vis, plaques, articulations), en stomatologie (plombage, prothèses, pièces de dentiers) et en chirurgie (instruments).le *tableau I.1.2* résume les principales catégories des biomatériaux métalliques.

Métaux purs :

- précieux (Au, Ag, Pt)
- non précieux (Ti, Ta, Nb, Zr)

Alliages métalliques :

- aciers inoxydables traditionnels (316L...)
et avancés (350, 22-13-5, double phase...)
- alliages chrome-cobalt (avec ou sans W, Mo, Ni)
- alliages de titane (TiAl6V4, TiAl5Fe2.5...)
- alliages à base de platine

Composés inter-métalliques :

- amalgames dentaires Ag-Sn-Hg
- alliages à mémoire de forme (Nitinol...)

Tableau I.1.2 : Les principales catégories des biomatériaux métalliques [8]

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

- corrosion électrochimique et durabilité,
- mécanismes de dégradation non électrochimiques incluant les interactions protéine/métal,
- réactions immunitaires,
- adaptation des propriétés mécaniques, propriétés de frottements et problèmes de débris.

I.1.3.1.1 : Les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables de type austénitiques ont été les premiers à avoir été utilisés pour faire des implants (fin du 19^{ème} siècle). Leur intérêt réside dans leurs propriétés mécaniques. Le plus important par les volumes, est sans doute l'acier inoxydable AISI 316L (EN X3CrNiMo18-14). Bien que leur emploi soit en baisse pour les prothèses orthopédiques, au profit du Co-Cr et de ses alliages, ils sont assez populaires en raison de leur coût relativement faible, de leur facilité de fabrication ainsi que de leur résistance à la corrosion raisonnable [1.6].

Cependant, les aciers inoxydables austénitiques sont enclins à des attaques localisées dans les applications à long terme. Le milieu plasmatique peut provoquer la corrosion par piqûres. Ce type de corrosion est favorisé par le frottement de contact (fretting corrosion ou frottement avec petits débattements) qui entraîne localement une dépassivation de la surface. Les observations montrent que ce sont surtout aux zones de contact que se produit la corrosion (cas d'une prothèse totale de hanche) [7].

I.1.3.1.2 : Les alliages à base titane

La première implantation du titane et de ses alliages date de 1951. Le titane de type α (Cp Ti) et ses alliages (le plus représentatif est l'alliage Ti6Al4V, $\alpha + \beta$) sont développés pour la fabrication d'implants dentaires et de prothèses articulaires. En effet le titane est l'un des métaux les plus biocompatibles, ce qui le rend inerte vis à vis du tissu osseux même si certains auteurs rapportent qu'au voisinage d'un implant, il apparaît une zone réactive du tissu fibreux d'une épaisseur de 1 à 6 mm [9].

Cependant, cette fibrose est plus faible que dans le cas d'autres métaux. Le titane et ses alliages présentent également de bonnes caractéristiques d'ostéointégration ainsi que des propriétés mécaniques excellentes (masse volumique faible (4,5 g.cm⁻³), module d'Young plus proche de celui de l'os (spongieux) soit la moitié moins que les modules d'Young des aciers inoxydables et des alliages à base cobalt). Par contre, leur résistance au frottement est moins satisfaisante : dans l'exemple de l'arthroplastie totale de la hanche et aussi plus particulièrement dans celle du genou, il existe un problème d'abrasion [9].

I.1.3.1.3 : Les alliages cobalt-chrome

Ils ont été mis au point par Haynes en 1907 et ils sont connus sous le nom de stellites en raison de leur brillant éclat métallique. Ils ont été utilisés pour la première fois en dentisterie vers le milieu des années 1930, et leur bonne résistance à la corrosion, jointe à leur tolérance par les tissus, ont conduit à leur introduction en chirurgie orthopédique quelques années après. [6]

En raison de leurs excellentes propriétés en termes de résistance à la corrosion, à la fatigue, à l'usure, et biocompatibilité, ces alliages sont employés pour la fabrication des dentiers partiels démontables et des implants chirurgicaux choisis, et ils sont largement répandus en remplacements des hanches et des genoux et structures de soutien des valves de cœur. [10]

L'American society for testing and materials (ASTM) recommande quatre types d'alliages à base de cobalt pour la réalisation d'implants chirurgicaux : l'alliage coulé Co-Cr-Mo (F 76), l'alliage forgé Co-Cr-W-Ni (F 90), l'alliage Co-Ni-Cr-Mo forgé (F 562) et l'alliage forgé Co-Ni-Cr-Mo-W-Fe. Leurs compositions chimiques sont résumées dans le *tableau I.1.3*.

Element	Co28Cr6Mo (F75) Castable		Co20Cr15W10Ni (F90) Wrought		Co28Cr6Mo (F1537) Wrought		Co35Ni20Cr10Mo (F562)	
	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.	Max.	Min.	Max.
Cr	27.0	30.00	19.00	21.00	25.0	30.0	19.0	21.0
Mo	5.0	7.00	–	–	5.0	7.0	9.0	10.5
Ni	–	2.5	9.00	11.00	–	1.0	33.0	37.0
Fe	–	0.75	–	3.00	–	0.75	9.0	10.5
C	–	0.35	0.05	0.15	–	0.35	–	0.025
Si	–	1.00	–	1.00	–	1.0	–	0.15
Mn	–	1.00	–	2.00	–	1.0	–	0.15
W	–	0.20	14.00	16.00	–	–	–	–
P	–	0.020	–	0.040	–	–	–	0.015
S	–	0.010	–	0.030	–	–	–	0.010
N	–	0.25	–	–	–	0.25	–	–
Al	–	0.30	–	–	–	–	–	–
Ba	–	0.01	–	–	–	–	–	0.015
Ti	–	–	–	–	–	–	–	1.0
Co	–	–	–	–	–	–	–	Balance

Tableau I.1.3 Compositions chimique des alliages cr co (ASTM, 2000) [11]

À l'heure actuelle seulement deux des quatre alliages sont utilisés intensivement dans des fabrications d'implant ; l'alliage CoCrMo coulé et CoNiCrMo forgé. Comme il est noté dans le *tableau I.1.3* [11].

Les alliages coulés de type Co-Cr sont réputés pour leur résistance à la corrosion, en principe meilleure que celles des aciers inoxydables ainsi que pour leur résistance au frottement avec une production de débris d'usure moins importante. Ceci est dû à la formation d'une couche de passivation Cr_2O_3 , stable et capable de repassivation

spontanée. Ces caractéristiques leur valent d'être utilisés dans les applications où le frottement est important, comme les prothèses de la hanche et de genou. Cependant, leur coût est légèrement supérieur à celui des aciers inoxydables [2].

Les alliages cobalt-chrome font partie des alliages non précieux (alliages NP). Le premier alliage cobalt-chrome, commercialisé dans les années 30 pour l'odontologie, était issu de l'implantologie médicale où il avait déjà fait ses preuves cliniques.

I.1.3.1.3 .1 : Caractéristiques générales

Les deux éléments de base des alliages à base de cobalt forment une solution solide contenant jusqu'à 65 % de cobalt et 35 % de chrome. Le molybdène est ajouté pour produire des grains plus fins (amenant une résistance plus élevée), le tungstène pour augmenter la résistance à l'usure et le nickel est ajouté également pour assurer une bonne ténacité après coulage ou forgeage.

Bien que sa microstructure soit complexe. En effet, elle comprend généralement:

(Fig. I.1.1)

1°. Une solution solide Co-Cr-Mo, de structure hexagonale compacte (ϵ) ou cubique à faces centrées (α) ou bien un mélange de ces deux structures ($\alpha+\epsilon$), et de paramètres voisins de ceux du cobalt hexagonal ($a = 2,501 \text{ \AA}$ $c = 4,06 \text{ \AA}$) et cobalt CFC ($a = 3,537 \text{ \AA}$) [8].

2°. Des composés intermétalliques: par exemple; Co_3W (hexagonal); Co_3Mo (hexagonal). Les phases formées dépendent de la composition et des traitements thermiques subis par l'alliage. Dans l'alliage à 12%Cr et 17,5%Mo il peut se former un composé intermétallique Co_3Mo . Cette précipitation entraîne une instabilité à basse température ($760^\circ - 870^\circ$) et peut conduire à une fragilisation [8].

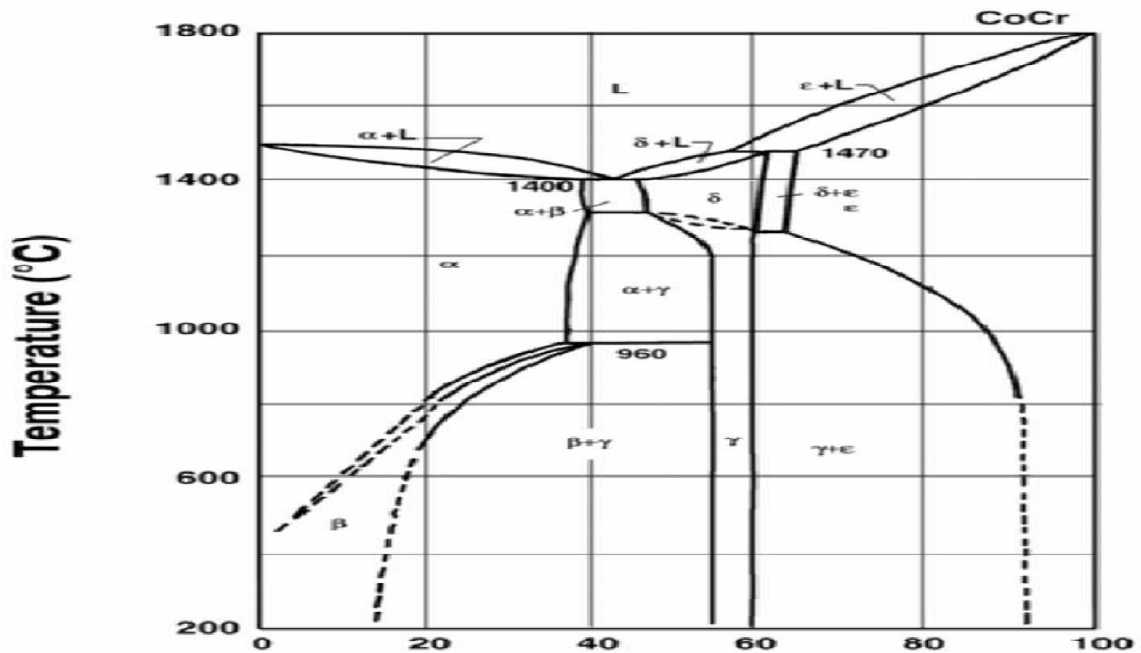


Fig. I.1.1 : Diagramme d'équilibre Co-Cr [11]

Le module d'élasticité pour les alliages à base de cobalt s'étend de 220 à 234 GPa. Ces valeurs sont plus hautes que les modules d'autres matériaux tels que les aciers inoxydables. Le forgeage à froid et les procédures de traitement thermique exercent ont un peu d'effet sur le module élastique mais ils ont des effets susceptible sur la résistance et la dureté. [6]

Pour accroître la résistance à la fatigue de l'alliage coulé Co-Cr-Mo, qui est considérée comme plutôt basse (environ 250 à 300 MPa [mégapascal]) par rapport à sa résistance en traction, certains ont proposé l'addition de nickel (4 à 9,5 %) et l'addition d'éléments traces (0,1 %) sous forme d'aluminium, de titane et de bore. Cependant, l'addition d'azote en solution interstitielle n'améliore pas la résistance à la fatigue pour les alliages à basse teneur en carbone (0,14 %), bien qu'elle accroisse la résistance tout en maintenant une bonne ductilité [5.7].

I.1.3.1.4 : Les métaux nobles

L'utilisation de ces métaux ((Ta, Pd, Pt, Au, Ag, Ir, Nb...)) demeure marginale (alliages d'or en dentisterie, ...) et tend à disparaître car leurs propriétés ne parviennent pas à masquer le coût de ces matériaux [1].

I.1.4 : Paramètres morphologiques influençant l'adhésion cellulaire

La biocompatibilité des biomatériaux est liée au devenir des cellules à leur contact et plus particulièrement à l'adhésion cellulaire sur leur surface. Les caractéristiques de surface des biomatériaux telles que la porosité, la rugosité ou la charge jouent alors un rôle essentiel dans l'adhésion cellulaire

I.1.4.1 : La porosité

Depuis plusieurs années, de nombreuses études ont prouvé l'intérêt d'une microporosité à la surface des matériaux, notamment dans le domaine des implants orthopédiques et dentaires. Les pores sont en effet nécessaires pour la formation osseuse car elles permettent d'une part la migration et la prolifération des ostéoblastes et des cellules mésenchymateuses et d'autre part la vascularisation. De plus, une surface poreuse augmente la cohésion entre l'implant et l'os naturel environnant, procurant ainsi une meilleure stabilité mécanique à cette interface [12].

I.1.4.2 : La rugosité

La rugosité d'un matériau destiné à l'implantation a de l'importance dès lors que sa surface entre en contact avec les tissus environnants, comme par exemple l'os ou les tissus fibreux. En effet, les surfaces présentant des rugosités et des discontinuités vont induire des interactions biologiques spécifiques comparativement à une surface plane [12].

I.1.5 : Types de dégradation

I.1.5.1 : La corrosion

La corrosion des biomatériaux est un phénomène de surface qui peut entraîner progressivement des altérations en profondeur. 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 [6].

En effet, la durée de vie d'un implant chirurgical est souvent limitée par ses propriétés de surface ; dans la plupart des cas, l'endommagement démarre à la surface des pièces. La corrosion des biomatériaux métalliques est donc un problème de première importance, en combinaison avec des contraintes mécaniques (corrosion due à la fatigue et aux frottements). Les conséquences sont multiples comme la métallose qui peut se manifester par des embolies, des allergies, l'atrophie de certains tissus et des réactions tissulaires chroniques. [13]

Afin de prévenir, au plus tôt ces dégradations, les biomatériaux métalliques utilisés correspondent à des matériaux ayant la possibilité de développer un film protecteur de passivation stable dans le milieu agressif plasmatique ou salivaire. La **figure I.2** montre schématiquement les processus d'élaboration d'un tel film dans un bioenvironnement [13.14].

De ce fait, les familles de tels biomatériaux métalliques sont relativement peu nombreuses : ainsi, on trouve les aciers inoxydables, le titane et ses alliages, les alliages à base de cobalt, les alliages à mémoire de forme et aussi certains métaux précieux (palladium, or,...).

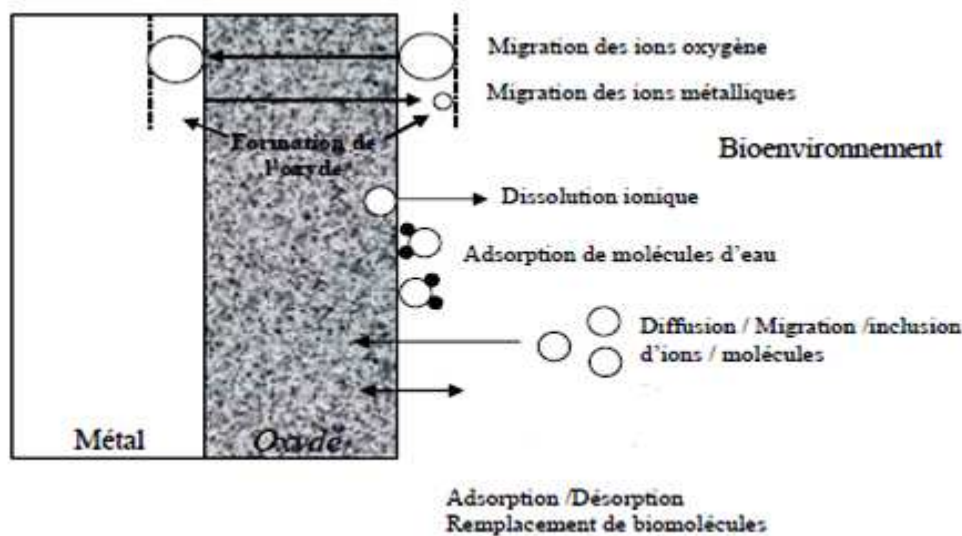


Fig. I.1.2 : mécanisme d'oxydation des implants [13].

I.1.5.2 : La fatigue

La fatigue est la détérioration interne d'un matériau soumis à des efforts répétés supérieurs à la limite d'endurance, inférieurs à la limite d'élasticité.

Par définition, la fatigue est un processus de modification structurale permanente, progressive et localisée, qui se produit dans un matériau soumis à des conditions produisant des contraintes et des déformations fluctuantes, en un ou plusieurs points, et qui peuvent culminer par des fissures ou une fracture complète après un nombre suffisant de cycles [1.6].

Ce phénomène peut se produire dans les métaux et les polymères, mais il est très rare dans les céramiques. Le comportement à la fatigue est généralement représenté à l'aide d'une courbe décrivant la variation de la contrainte maximum que peut supporter le matériau, en fonction du nombre de cycles de mise en charge.

Des contraintes plus faibles permettent en général de supporter un nombre plus élevé de cycles avant la rupture par fatigue [13].

De telles courbes permettent de définir une «limite d'endurance» du matériau, par exemple sous forme de la valeur de la contrainte cyclique qu'un matériau peut supporter pour un nombre donné de cycles.

La résistance à la fatigue est également influencée par les défauts structurels du matériau (superficiels ou internes, macro- ou microscopiques) [14].

La rupture par fatigue dépend des paramètres suivants :

- Nature du métal ou de l'alliage
- Géométrie et dimensionnement de la structure
- Amplitude de la contrainte
- Durée et nombre des contraintes cycliques

I.1.5.3 : L'usure

A coté de l'exigence fondamentale de biocompatibilité et de bonne résistance à la corrosion et à la fatigue dans le choix d'un biomatériau métallique, une autre exigence, tout aussi importante, est la résistance à l'usure, spécialement quand il s'agit d'un implant de longue durée. L'usure peut en effet, conduire au rejet de l'implant. Pour cela, dans le prochain chapitre, nous aborderons en générale tous les types d'usure, ainsi que les frottements et la lubrification des biomatériaux implantés dans un corps humain.

I.2 : Le comportement tribologique des biomatériaux

I.2.1 : Introduction

L'étude du frottement et de l'usure ne peut se faire sans une bonne compréhension des phénomènes tribologiques. En effet, il ne suffit pas de s'intéresser aux propriétés mécaniques des matériaux, car elles ne permettent pas de comprendre entièrement les mécanismes d'usure, d'autres notions comme celle du troisième corps sont indispensables à cette étude.

Dans cette partie nous allons nous intéresser à la tribologie d'une manière générale, par une approche globale des contacts entre plusieurs corps avant d'appliquer celle-ci aux biomatériaux.

L'introduction de la notion de contact à trois corps, qui s'articule autour des concepts de triplet tribologique et de circuit tribologique, a permis une meilleure compréhension des mécanismes de frottement et d'usure [15-16].

Cette approche, très similaire à la lubrification, permet de considérer un ensemble de particules comme un fluide jouant le rôle d'un troisième corps, lequel conduit à corrélérer les changements dans le frottement, à la rhéologie de l'écoulement des particules du troisième corps circulant dans le contact. L'expérimentation a confirmé le fondement des notions de rhéologie et d'écoulement du troisième corps dans, ou en dehors du contact [17].

I.2.2 : Le triplet tribologique et la notion de troisième corps

Le concept du triplet tribologique (mécanisme, premiers corps, troisième corps) introduit par Godet [18] et Berthier [17], implique la superposition de phénomènes à trois échelles différentes (*Figure I.2-1*).

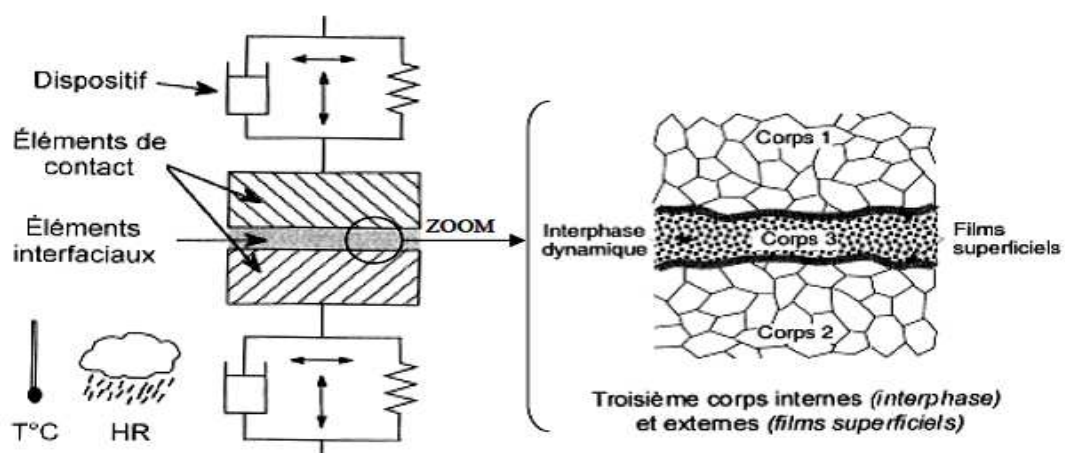


Figure I.2.1 : le triplet tribologique de Godet et le concept de troisième corps [16].

Il se compose tout d'abord d'un mécanisme qui sollicite le contact et impose un chargement (F), une cinématique (v) et un environnement de frottement. Viennent ensuite les deux premiers corps constitués par les matériaux en contact qui supportent les sollicitations imposées par le mécanisme. Le troisième corps est l'élément intercalaire systématiquement présent dans le contact et qui transmet la charge (portance) d'un premier corps à l'autre.

1.2.2.1 : Les premiers corps

Ce sont les matériaux délimitant le contact et à travers lesquels les efforts sont transmis. Ils interviennent par leurs structures et leurs propriétés thermo-mécaniques, en induisant des déformations qui à leur tour définissent la **zone de contact élémentaire**. Les contraintes locales sont générées par le chargement normal et le déplacement tangentiel imposé, et affectent le volume du matériau. La **profondeur** (pénétration) affectée par ces contraintes locales avoisine en général 50 μm [17].

1.2.2.2 : Le troisième corps

C'est le volume de matière séparant les premiers corps. Des '**particules élémentaires**' sont détachées d'un ou des deux premiers corps et s'agglomèrent. Cet agglomérat de particules constitue le troisième corps. Ces particules peuvent être piégées ou refoulées du contact. Berthier a défini le troisième corps selon deux aspects [18]:

- au sens matériaux, comme étant la zone qui marque une nette discontinuité de composition très près de la surface. Cette zone comprend des 'écrans' de faible épaisseur ainsi que des particules solides circulant dans le contact pour former un film continu ou discontinu.
- au sens cinématique, comme étant l'épaisseur au travers de laquelle la différence de vitesse entre les deux premiers corps est accommodée.

Le troisième corps est dit '**naturel**' lorsqu'il est formé par l'un ou les deux premiers corps. On peut injecter un troisième corps dit '**artificiel**' comme le graphite par exemple.

Le troisième corps représente ainsi l'ensemble des éléments s'intercalant entre les deux premiers corps. Il est composé :

- de films superficiels (contaminants, molécules absorbées, films d'oxydes...), induits par la réactivité des surfaces,
- de particules détachées (débris) s'accumulant lors du frottement, induits par les processus de dégradation des surfaces [17].

L'ordre de grandeur caractéristique du troisième corps est le micromètre, alors que les écrans ont une épaisseur de quelques nanomètres. Ces derniers sont composés de

dépôts artificiels ou de couches naturelles oxydées, dépendant de l'historique de préparation des surfaces des premiers corps en contact [17].

I.2.2.3 : Circuit tribologique

L'ensemble des détériorations de la surface et la perte de matériau donnent les caractéristiques de l'usure. Ce processus se traduit par un enchaînement d'événements liés essentiellement à la présence du troisième corps : détachement des particules, piégeage et formation de débris pour aboutir à l'établissement d'un régime stationnaire traduisant l'équilibre entre détachement et élimination des particules. Cet enchaînement demande de ne pas confondre particules détachées et particules d'usure, et est fortement influencé par la géométrie des premiers corps et la rigidité du mécanisme (« signature du tribomètre ») [17].

Le gradient de vitesse auquel sont soumis les débris qui constituent le troisième corps (adhérent ou non après ouverture du contact) peut se traduire en termes de débits, dont les différentes composantes participent au processus d'usure défini comme le circuit tribologique de Berthier [17] (*figure II.1*):

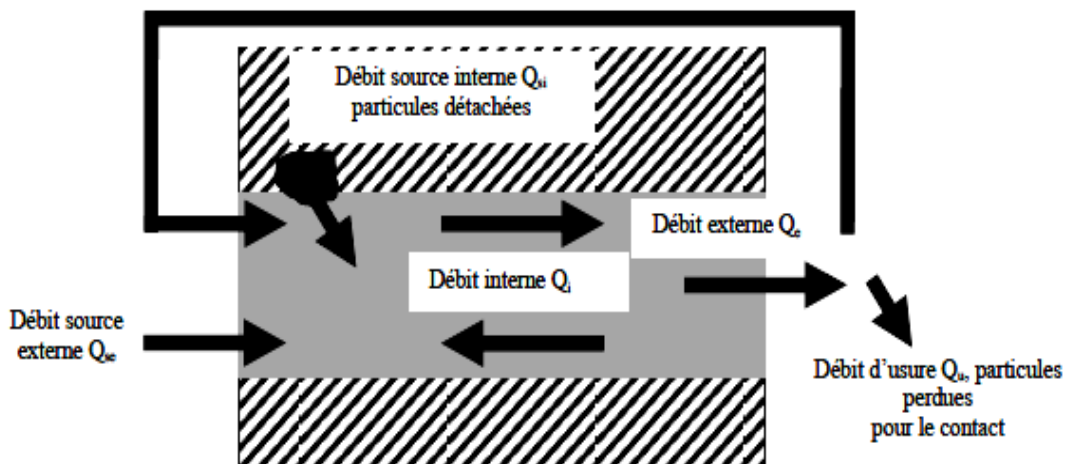


Figure I.2.2 : circuit tribologique de Berthier [17].

Le détachement de particules ou débit source interne (Q_{si}) alimente le contact en troisième corps dont le mouvement se traduit par le débit interne (Q_i). Les particules éjectées du contact constituent le débit externe (Q_e) qui se partage à son tour en un débit de recyclage (Q_r) qui permet la réalimentation du contact et un débit d'usure (Q_u) qui concerne les particules définitivement perdues par le système tribologique.

Dans le cas de la lubrification liquide ou solide, il faut tenir compte de l'élément artificiel apporté au système tribologique que l'on traduit par le débit source externe (Q_e). Il apparaît ainsi, qu'en aucun cas la mesure du volume de dégradation des premiers corps n'est représentative de l'usure du couple tribologique testé [19]. Si aucun lubrifiant n'est apporté au contact ce qui se traduit par $Q_e=0$, le terme de débit source (Q) ne représente que le débit source interne. Les relations d'équilibre des débits pour différents types de circuits tribologiques (conservation de la quantité de matière) :[19]

$$\begin{aligned}
 \bullet \text{ Circuit ouvert : } & \begin{cases} Q_i = Q_s - Q_e \\ Q_u = Q_e \end{cases} \quad \text{soit} \quad \begin{cases} Q_i = Q_s - Q_u \\ Q_u = Q_e \end{cases} \\
 \bullet \text{ Circuit fermé : } & \begin{cases} Q_i = Q_s - Q_e + Q_r \\ Q_u = Q_e - Q_r \end{cases} \quad \text{soit} \quad \begin{cases} Q_i = Q_s - Q_u \\ Q_u = Q_e - Q_r \end{cases}
 \end{aligned}$$

I.2.3 : Contacts lubrifiés et contacts dits secs

Classiquement mais de façon un peu arbitraire, la tribologie a été subdivisée en deux grands domaines : les contacts lubrifiés par des fluides et les contacts dits secs pour lesquels le lubrifiant est soit un lubrifiant solide soit un revêtement ou un traitement de surface parfois même des débris d'usure.

I.2.3.1 : Contacts secs

L'étude du frottement et de l'usure des matériaux solides en contact glissant sec est un domaine d'étude et de recherche interdisciplinaire très complexe concernant de nombreux domaines et en particulier la mécanique, la physique du solide et la science des matériaux, la chimie, plus particulièrement l'oxydoréduction, la thermique et la thermodynamique des phénomènes irréversibles, l'électromagnétisme, etc.

Le modèle proposé par Bowden et Tabor est le premier qui prend en compte l'importance de la plasticité des surfaces en contact, en relation avec des phénomènes d'adhésion (soudages) localisés au niveau des sommets des irrégularités surfaciques.

La rugosité surfacique devient alors la cause de fragmentation de l'aire apparente de contact en un grand nombre de microcontacts représentés par des jonctions adhésives individuelles qui se créent entre les aspérités appartenant aux deux surfaces en contact [20].

Par ailleurs, les paramètres du contact tels que la surface apparente de contact, la surface réelle de contact, la température de contact la rugosité du contact sont liées par des relations mathématiques complexes aux paramètres dynamiques imposés au contact tels que la charge normale appliquée au contact et la vitesse relative de glissement et aux propriétés mécaniques, physico-chimiques et thermiques des matériaux.

Ainsi le choix d'un couple tribologique dépend non seulement des conditions fonctionnelles de charges et de vitesses mais aussi de son environnement et de ses conditions d'utilisation [21].

Le dimensionnement des contacts tribologiques doit nécessairement prendre en compte les paramètres suivants :

- la charge dynamique du contact $N.V$ concernant la charge normale N appliquée au contact multipliée par la vitesse relative de glissement V qui détermine l'énergie mécanique dégradée par le frottement ;
- l'état de surface initial et en fonctionnement ;
- la température maximale de fonctionnement ;
- l'environnement du contact et le choix du couple de matériaux adéquat ;

Considérons deux corps ayant une surface commune plane S , pressés l'un contre l'autre par une force N normale à la surface commune. Si l'on cherche à produire un glissement relatif, à une vitesse V de l'un des deux corps par rapport à l'autre, dans une direction quelconque du plan normal à la force N , le système mécanique s'oppose à ce mouvement par la génération d'une force F de sens opposé à celui de la vitesse V . Cette force, dite *force de frottement*, est due à plusieurs phénomènes interactifs entre les deux matériaux, Son existence est prouvée empiriquement et aucune théorie physique n'a encore pu formuler la relation générale entre la force de frottement et les paramètres thermomécaniques des matériaux en contact. [21]

I.2.3.1.2 : Lois fondamentales de frottement

Ce sont les lois de Léonard de Vinci (1452-1519), de Guillaume Amontons (1663-1705) et de Charles Coulomb (1736-1806) : [21]

1/ **Loi de Vinci** : la force de frottement est proportionnelle à la force normale N qui presse les deux surfaces l'une contre l'autre ;

2/ **Loi d'Amontons** : la force de frottement est indépendante de l'aire apparente de contact ;

3/ **Loi de Coulomb** : la force de frottement dynamique est indépendante de la vitesse relative de glissement des deux surfaces. Cette force $F=f N$ a une valeur constante. La constante de proportionnalité f , sans dimension, est appelée coefficient de frottement dynamique ou tout simplement coefficient de

frottement du couple tribologique. f ne dépend que de la nature des deux matériaux en contact.

I.2.3.2 : Contacts lubrifiés

Il résulte de tout ce qui précède concernant les lois du frottement sec et les inconvénients du frottement entre les corps mobiles d'une machine, qu'il s'avère très nécessaire de substituer au cisaillement de la matière solide superficielle, le cisaillement d'un fluide visqueux que l'on introduit dans l'interface séparant les deux solides, c'est à dire l'interposition d'une couche fluide entre les surfaces frottantes permet de diminuer considérablement la résistance au glissement donc de protéger contre l'usure adhésive les pièces en contact. Donc la lubrification est la troisième solution de protéger les pièces frottantes contre l'usure.[22]

La lubrification peut être divisée en trois domaines différents, explicités à l'aide d'un diagramme appelé « courbe de Stribeck » (voir *Figure I.2.3*). Cette courbe donne la variation du coefficient de frottement (μ), défini comme le rapport F/N de la force tangentielle ou force de frottement F sur la charge normale N en fonction du paramètre de lubrification $\eta V/P$ où η est la viscosité du lubrifiant, V la vitesse de glissement et P la pression.

Deux caractéristiques permettent de distinguer trois zones, qui correspondent à des régimes de lubrification différents.

- Le rapport λ de l'épaisseur minimum du lubrifiant h par rapport à la rugosité des surfaces σ et
- la part de pression à l'interface supportée par les aspérités.

En **régime hydrodynamique** où $h \gg \sigma$, l'épaisseur du film lubrifiant est telle qu'il y a un équilibre entre efforts appliqués et portance hydrodynamique. Les charges appliquées peuvent entraîner une déformation élastique des surfaces dans le cas du régime élastohydrodynamique.

L'épaisseur du film lubrifiant est fonction croissante de la viscosité du lubrifiant, de la vitesse des surfaces et est inversement proportionnelle à la charge appliquée. Dans les régimes de lubrification hydrodynamique et élastohydrodynamique, l'épaisseur du film d'huile à l'interface métallique est suffisante pour empêcher le contact des pièces en mouvement et éviter l'usure. Les coefficients de frottement sont, dans ces régimes, de quelques millièmes (en hydrodynamique) et quelques centièmes (en élastohydrodynamique).

En **régime mixte** où $h \approx \sigma$, les efforts de frottement résultent simultanément d'effets hydrodynamiques dans le film fluide, qui supporte une partie de la charge appliquée, et d'interactions entre les aspérités. Lorsque la sévérité du contact augmente,

la part associée aux interactions entre les aspérités augmente, entraînant une augmentation du coefficient de frottement.

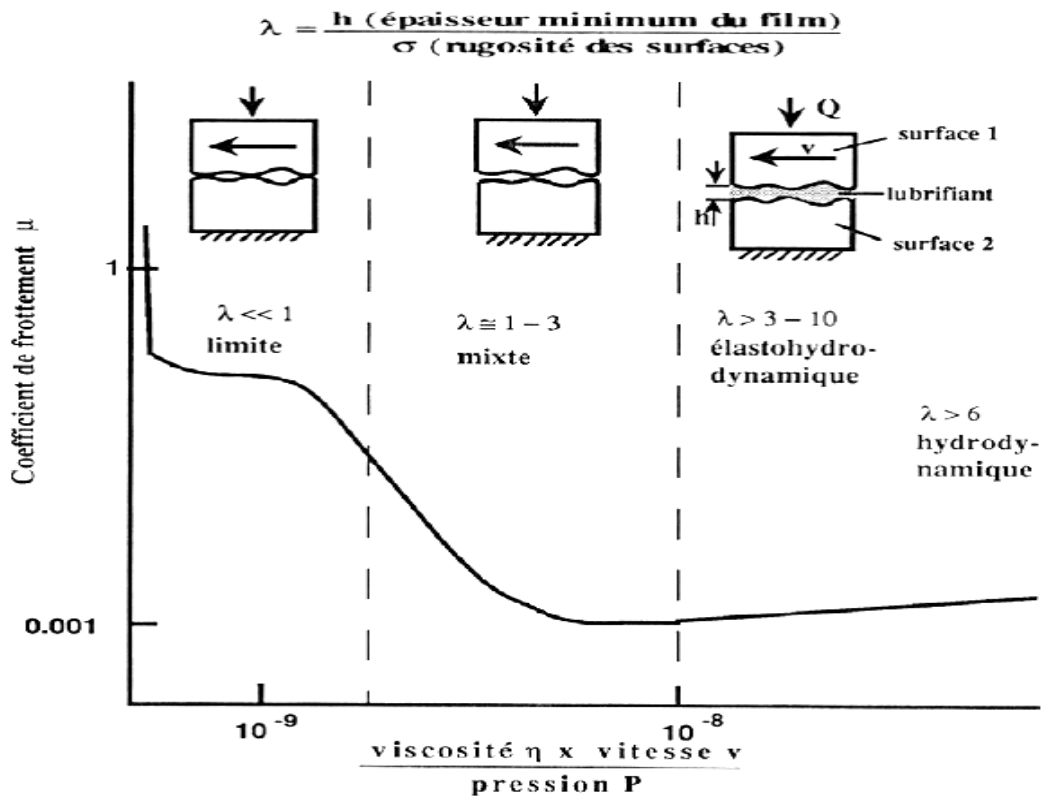


Figure I.2.3 : Schéma d'une courbe de Stribeck montrant les différentes zones d'évolution du frottement en fonction du paramètre $\eta V/P$ d'après [22].

En régime limite où $h \ll \sigma$, la seule viscosité de l'huile ne suffit plus à empêcher l'apparition de contacts métal/métal et à prévenir, par voie de conséquence, l'usure rapide des mécanismes. Les deux surfaces antagonistes se retrouvent en contact ce qui génère un frottement élevé, pouvant conduire au grippage. Le frottement et l'usure sont déterminés par les propriétés des surfaces solides en mouvement et par les propriétés du lubrifiant autre que sa viscosité. Dans ces conditions, le rôle du lubrifiant se limite à évacuer la chaleur dégagée par le frottement et à transporter les additifs dans les zones frottées.

On remarque que pour les très petites vitesses, seuls les traitements de surface et les lubrifiants solides peuvent assurer la protection des surfaces. D'une manière générale, le lubrifiant seul ne peut assurer la totalité de cette protection et la solution résulte de la combinaison lubrification-adaptation des surfaces.[22]

I.2.4 : Mécanismes de dégradation de surface

Les mécanismes de dégradation des matériaux provoquant le détachement des particules des premiers corps (débit source interne) et conduisant à l'usure sont classés selon plusieurs familles dont les principales sont décrites ci-dessous. Ces phénomènes d'usure peuvent, en théorie, se produire simultanément, certains étant prépondérants par rapport à d'autres en fonction du tribosystème étudié.

I.2.4.1 : Usure abrasive

I.2.4.1.1 : Description et modèle

Le phénomène d'abrasion apparaît lorsqu'un corps dur déforme plastiquement, avec ou sans enlèvement de matière, un corps plus mou. Ce mécanisme d'usure qui fait intervenir dans les premiers instants uniquement les corps antagonistes (usure à deux corps), devient rapidement une usure à trois corps (*Figure I.2.4*). En général, des sillons formés parallèlement à la direction de déplacement par les aspérités du corps le plus dur ou des empreintes (déformation plastique) sont bien visibles à l'issue de ce type d'usure [23]

Les particules peuvent être *enchâssées* ou *incrustées* dans la surface la plus tendre (abrasion à deux corps) ou bien *rouler* entre les surfaces (abrasion à trois corps). Les particules peuvent être étrangères ou issues de la dégradation des surfaces elles mêmes (. écailles par exemple).

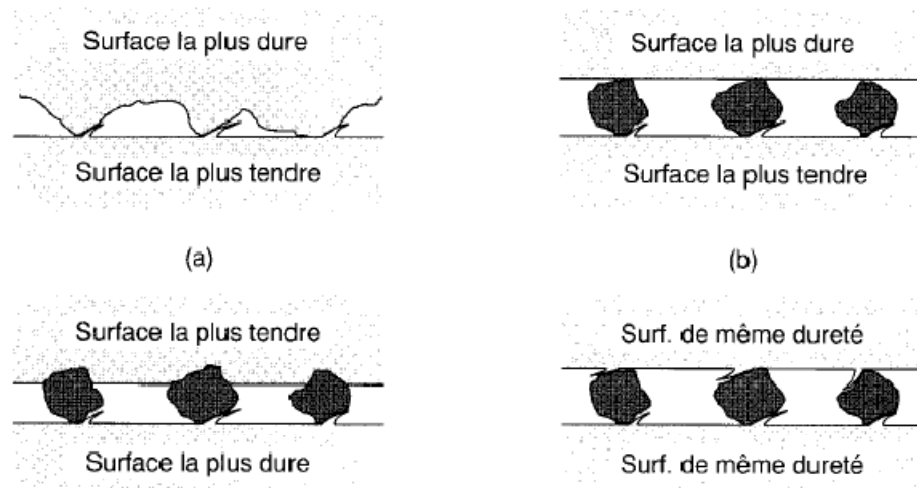


Fig. I.2.4 : Usure par abrasion : les particules peuvent être étrangères ou provenir de l'écaillage des surfaces. Ces particules peuvent être enchâssées dans la surface la plus tendre - abrasion à deux corps : (a), ou rouler entre les surfaces, dégradant soit l'une soit les deux- abrasion à trois corps : (b). [23]

L'usure abrasive à deux corps provoque plus de dégâts que l'usure abrasive à trois corps. L'action des aspérités des grains abrasifs se fait par déformation plastique et par coupe.[24]

Il existe une relation directe entre la charge appliquée et l'importance de l'usure. Certains auteurs distinguent l'usure par *low stress abrasion*, qui correspond approximativement au mécanisme à trois corps et l'usure par *high stress abrasion*, qui correspond approximativement au mécanisme à deux corps avec déformation plastique car il faut une charge suffisante pour enchâsser les particules dures. L'usure abrasive augmente avec la taille (jusqu'à 100 pm) et le nombre des particules [24].

I.2.4. 1.2 : Usure abrasive et ingénierie des surfaces

En ce qui concerne les surfaces il faut augmenter la dureté superficielle sur une profondeur importante. Dans le cas des alliages, l'usure dépend également de la microstructure qui doit contenir des précipités durs au sein d'une matrice suffisamment résistante pour qu'ils ne soient pas arrachés.

L'usure abrasive dépend de l'état de surface initial ; on doit avoir une rugosité aussi faible que possible ; la tenue est liée à la forme des saillies (arêtes vives, angles aigus) et à la hauteur relative de ces saillies par rapport au jeu (risque de traverser le film lubrifiant), le milieu ambiant peut jouer un rôle défavorable en facilitant la formation de particules plus dures par oxydation des microcopeaux.[23,24]

On observe généralement une augmentation de l'usure abrasive avec la température par transformation défavorable des couches superficielles en oxydes durs ; on doit chercher à augmenter la tenue du matériau à cette oxydation.

Il existe des cas où l'usure abrasive est provoquée comme dans le polissage métallographique : on cherche alors à favoriser la coupe en minimisant la déformation (écrouissage superficiel) ; l'abrasif doit être très dur : alumine, diamant, mais la pression doit être limitée sous peine d'émousser les arêtes de coupe.

I.2.4. 2 : Usure adhésive

Cette usure se traduit par une augmentation progressive du jeu nécessaire au fonctionnement des mécanismes et peut s'accompagner de détériorations des surfaces visibles à l'œil nu ; parfois elle s'achève par un blocage catastrophique : c'est le grippage.[23]

I.2.4. 2.1 Modèle de l'usure adhésive

Comme nous l'avons indiqué précédemment les surfaces en contact se déforment plastiquement, particulièrement au niveau des aspérités de rugosité. Sous l'effet de la déformation, la surface formée est une surface *fraîche* donc très réactive et qui peut soit s'oxyder, soit *réagir* avec une autre surface fraîche antagoniste.

Cette réaction n'est possible que s'il existe une affinité chimique entre les atomes qui constituent les deux surfaces, ce qui se traduit par une adhésion correspondant à la formation de soudures locales :[25]

- si l'adhésion résulte de phénomènes d'adsorption à l'état solide, on parle de soudures froides,
- si l'adhésion résulte de phénomènes de solubilité et de diffusion, on parle de soudures chaudes (lors du frottement sur les aspérités on peut atteindre des températures très élevées en raison des surfaces très faibles de contact).

Le glissement relatif va avoir pour effet d'augmenter la taille de ces soudures locales. Afin que le mouvement reste possible, il faut qu'il y ait rupture des soudures au niveau du constituant le moins dur ; par conséquent il y a transfert de matière d'une surface sur l'autre mais il peut aussi y avoir formation de débris d'usure durcis par écrouissage ou par oxydation.

Deux cas se présentent :[23.25]

Les fragments d'usure cisailés sont transférés sur la surface la plus dure, il y a alors frottement du métal le plus tendre sur lui-même. En général il peut y avoir une protection des surfaces par une couche d'oxydes : on est en régime d'usure adhésive douce (oxydative wear) ;

Les fragments sont détachés et expulsés sous forme de particules oxydées et écrouies susceptibles de générer une usure par abrasion : on est en régime d'usure adhésive sévère. Dans une situation extrême il pourra y avoir formation d'un trop grand nombre de soudures locales qui ne pourront plus être cisillées : on a atteint le grippage.

Les travaux de Bowden montrent qu'on peut passer de l'usure adhésive douce à l'usure adhésive sévère par augmentation de la charge : l'usure adhésive est proportionnelle à la charge. L'usure augmente aussi avec la vitesse. Le régime de fonctionnement peut être instable : pour des faibles variations de vitesse et/ou de charge on peut passer brusquement de l'usure adhésive douce à l'usure sévère et parfois revenir à l'usure douce.

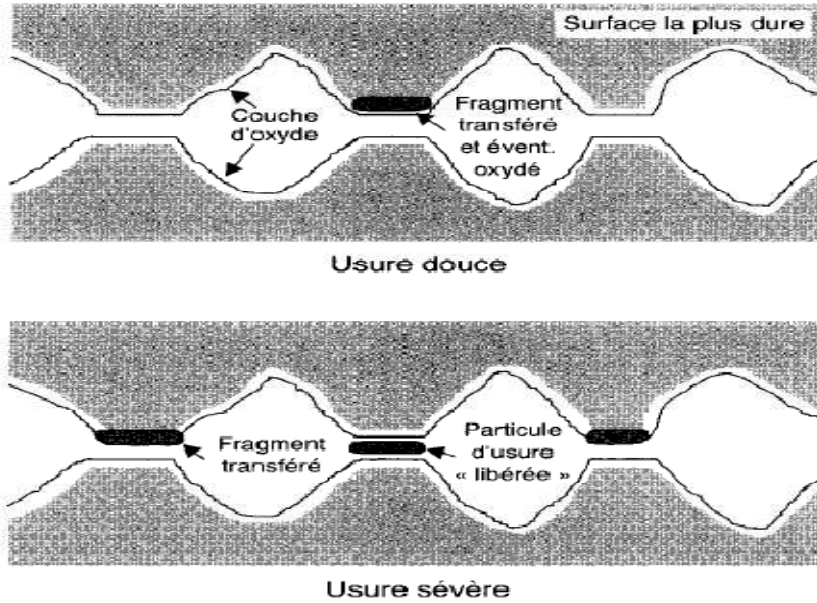


Fig. I.2.5 : Usure adhésive douce et usure adhésive sévère.[23]

L'usure adhésive douce est qualifiée d'usure normale, c'est une usure progressive et prévisible se traduisant par une augmentation du jeu de fonctionnement ; elle est d'autant plus acceptable qu'elle ne se manifeste qu'au démarrage des mécanismes lubrifiés fonctionnant en régime hydrodynamique.

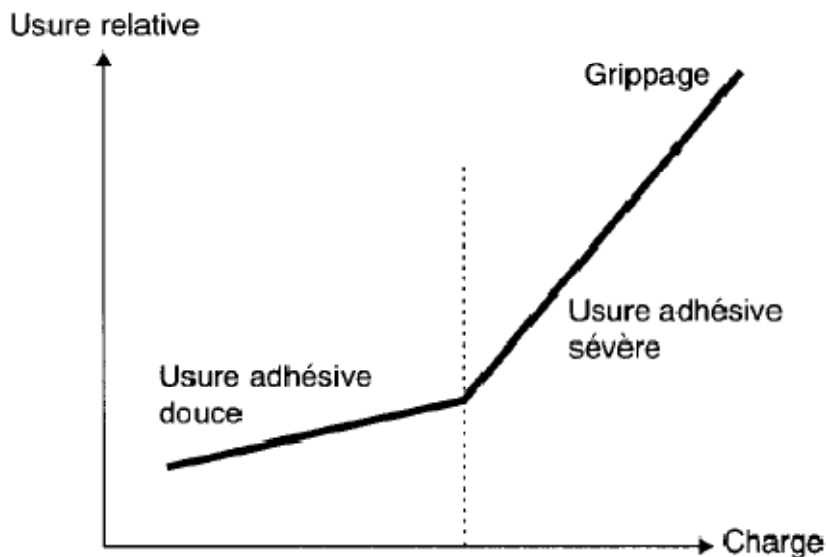


Fig. I.2.6 : Influence de la charge sur le régime de l'usure adhésive [24]

On observe, aussi bien pour l'usure douce que pour l'usure sévère, que le volume usé suit une loi de la forme :

$$V = KPL \dots\dots\dots(1)$$

Avec V = volume de matériau usé, P = charge appliquée et L = longueur de glissement ; K est une constante dépendant des matériaux en présence, sa valeur croit de plusieurs ordres de grandeur lorsqu'on passe de l'usure douce à l'usure sévère.

I.2.4. 3 : L'usure par délamination

Les contraintes mécaniques générées par le frottement peuvent entraîner la création et la propagation de fissures. Dans le cas des matériaux ductiles (tels que les matériaux métalliques), il est question d'usure par fatigue superficielle ou par délamination. La rupture par fissuration a lieu en sous-couche, parallèle à la surface de frottement, dans les zones où les contraintes de cisaillement sont maximales. Par conséquent, des écailles dues à la propagation des fissures apparaissent dans les zones de frottement

Pour les matériaux à comportement fragile (typiquement les céramiques), les fissures se créent dans les zones où les contraintes en tension sont les plus importantes. Elles sont associées à un dépassement local du seuil de rupture du matériau. Elles se situent à l'arrière du contact et se propagent perpendiculairement à la surface (**Figure I.2.6**). Il s'agit d'une usure par fracturation.

Suh considère que l'usure n'est pas la conséquence d'un processus adhésion arrachement mais correspond à un phénomène de fatigue superficielle. Sous l'effet du labourage par les aspérités de la surface antagoniste les contraintes induites en sous couche génèrent des fissures de fatigue après de multiples passages.

Les inclusions présentes dans le matériau facilitent le départ de particules.

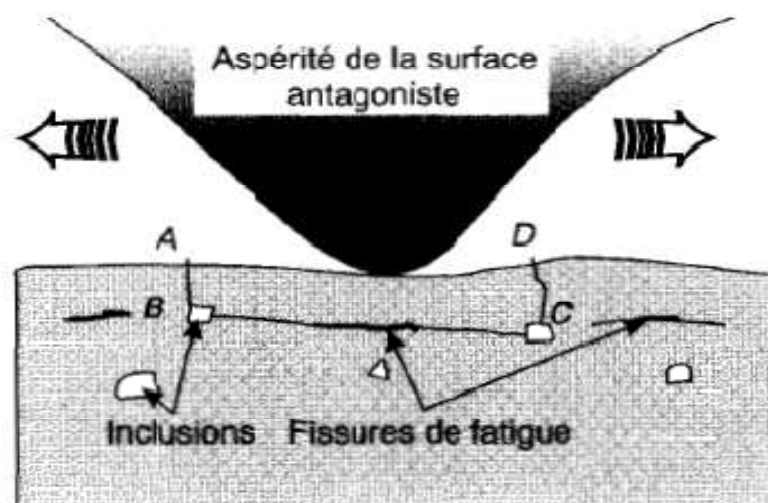


Fig. I.2.6 : L'usure par délamination[24]

I.2.4.4 : L'usure tribochimique

Cette forme d'usure apparaît lorsque le frottement a lieu dans un environnement réactif pour les matériaux en présence (atmosphère, lubrifiant,...). Dans ce cas, l'usure est régie par la réactivité chimique des premiers ou troisième corps avec l'environnement. Cette réactivité peut être également créée ou activée par l'énergie dissipée en frottement dans l'interface. Il y a tout d'abord création de débris d'usure provenant des premiers corps, initiée par un des mécanismes décrits précédemment (adhésion, abrasion, fatigue). Ensuite, l'oxydation de ces débris peut conduire à la formation d'un film d'oxydes, de faible épaisseur, adhérent au substrat, qui joue un rôle protecteur contre l'usure adhésive.

L'usure se manifeste lorsque les sollicitations de frottement au contact entraînent l'élimination des couches formées. La cinétique de ce phénomène est donc gouvernée par la compétition entre la formation du film réactionnel et sa destruction par frottement. La réactivité du milieu peut être primordiale dans la lutte contre l'usure adhésive car elle doit être suffisamment élevée pour former rapidement un film protecteur mais ne doit pas être excessive pour ne pas consommer les corps en contact [26].

I.2.5 : Comportement Tribologie des prothèses orthopédiques**I.2.5.1 : Introduction**

Chaque nouveau biomatériau à destination d'une application orthopédique (environ 80 % des implantations de biomatériaux dans le corps humain) avant sa mise sur le marché doit être caractérisé pour évaluer ses propriétés d'usure.

La connaissance des taux d'usure évalués en laboratoire est donc un aspect important pour la validation préclinique des prothèses. En effet, l'émission des particules d'usure produit généralement des réactions tissulaires inflammatoires pouvant conduire à une nécrose osseuse, et au rejet d'une prothèse articulaire par descellement souvent aseptique. À l'heure actuelle, la durée limite d'utilisation d'une prothèse de hanche, par exemple, est de l'ordre de 15 à 20 ans.[27]

I.2.5.2 : Frottement et lubrification

L'articulation synoviale présente un comportement tribologique remarquable caractérisé par une grande mobilité, un faible frottement et une durabilité se prolongeant sur un arc de temps dépassant le demi-siècle. En particulier, le frottement est extrêmement faible par rapport aux contacts tribologiques usuels.

La raison de ce comportement tribologique exceptionnel est à rechercher dans la nature des différents éléments de l'articulation synoviale et de leur interaction qui assure une lubrification optimale.

Les mécanismes de lubrification de l'articulation synoviale sont complexes et encore sujets à débat [28]. Cependant trois phénomènes semblent jouer un rôle majeur.

D'abord, certaines molécules organiques comme la lubricine, une glycoprotéine du cartilage articulaire, et les phospholipides forment des structures en couches à la surface du cartilage séparant ainsi les éléments en contact. Ces couches non seulement réduisent l'usure du cartilage, mais diminuent également le frottement grâce à leur faible résistance au cisaillement. Ces molécules assurent ainsi une lubrification limite.[27]

En cas de compression, le liquide interstitiel, situé dans les pores du cartilage, est évacué par la pression (*Figure II.7*). Il forme ainsi un film fluide qui, en s'écoulant à la surface du cartilage, crée un effet de portance hydrodynamique et réduit le frottement et l'usure.

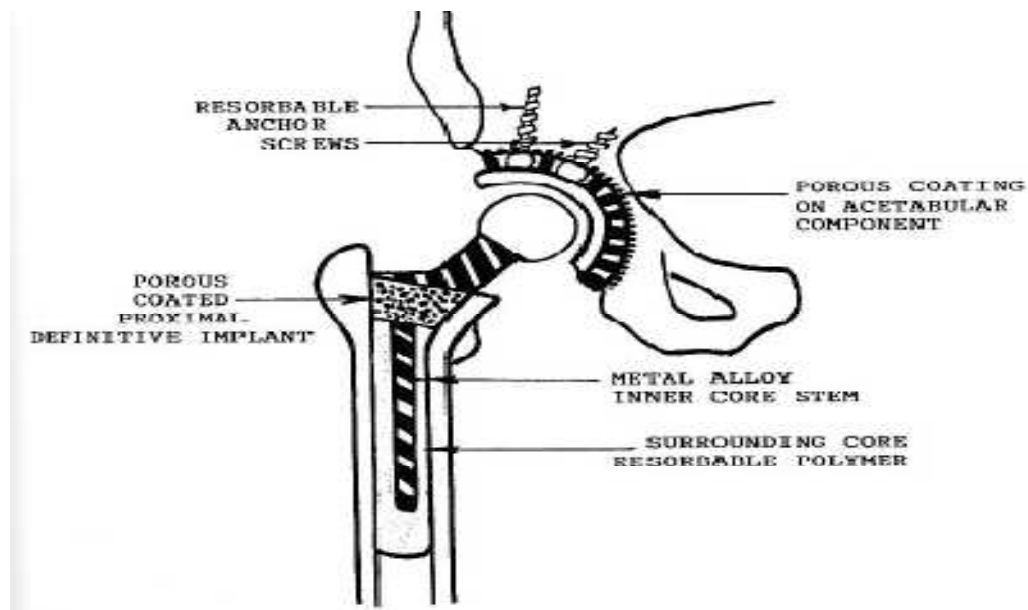


Figure I.2.7 : Vue d'une prothèse modulaire d'articulation de hanche [28]

On parle dans ce cas d'une lubrification hydrostatique. La lubrification hydrodynamique intervient dès que la vitesse relative entre les deux corps en contact devient suffisamment élevée pour permettre l'entraînement de liquide au point de contact et la création d'un film fluide à l'interface. Grâce à sa faible résistance au cisaillement, ce film permet de réduire le frottement tout en assurant une portance mécanique, réduisant ainsi l'usure.

La combinaison de ces mécanismes permet d'assurer une lubrification optimale à chaque instant du mouvement. Les molécules organiques assurent une lubrification minimale en régime limite lors de la phase d'appui (entre 0 et 0,5 s, voir figure 3). De plus, pendant cette phase, la compression générée par l'augmentation de la force normale active la lubrification hydrostatique.[29]

Un film fluide se forme alors même si la vitesse est insuffisante pour enclencher la lubrification hydrodynamique. Cette dernière intervient majoritairement dans la phase, de levée (après 0,5 s) quand la vitesse augmente et la force diminue.

Lors de la lubrification hydrodynamique le frottement et l'épaisseur du film fluide sont proportionnels au nombre de Sommerfeld [21], c'est-à-dire au produit de la viscosité du fluide, de la vitesse et de la réciproque de la force normale. Le comportement non newtonien du liquide synovial favorise la lubrification : à basse vitesse la haute viscosité facilite la formation du film tandis qu'à haute vitesse la diminution de viscosité permet de réduire le frottement. L'affirmation selon laquelle l'articulation synoviale constitue un système tribologique parfait [17] trouve ainsi une justification.

Cependant, les débris d'usure (surfaces en frottement dans les prothèses articulaires) ou de dégradation posent un problème particulier. Lorsqu'ils sont de petite taille (inférieurs à quelques dizaines de microns) ces débris ne sont pas encapsulés, ils sont intégrés par les macrophages qui essaient de les dégrader à l'intérieur même de la cellule ; Lorsque ces débris ne sont pas facilement dégradables par le système enzymatique ou lorsque les produits sont toxiques pour la cellule, il en résulte une inflammation chronique difficile à traiter. Dans le cas d'une usure importante (**Fig I.2.8,D**), une réaction inflammatoire intense peut se manifester et aboutir à une ostéolyse et au descellement de la prothèse. La nature des débris (métaux, polymères, céramiques ...), et leurs divers paramètres tels leurs tailles, surface, volume et concentration, peuvent influencer la réponse des macrophages [24,28]

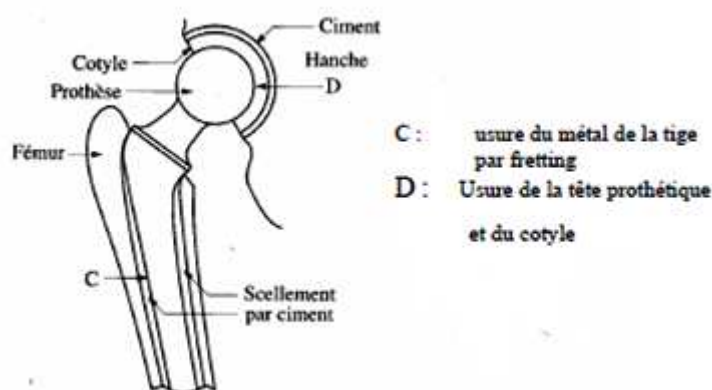


Fig I.2.8 : catégories d'usure d'une prothèse de hanche.[28]

I.2.5.3 : Paramètres et facteurs d'usure

Il a été vu que les biomatériaux pouvaient être élaborés de deux manières, soit par coulé, soit par la métallurgie des poudres. Par rapport à cette dernière, le mode d'élaboration peut conduire à la présence de porosité au sein de la matrice et ainsi, à la rugosité de surface. Ces deux paramètres microstructuraux, la porosité et la rugosité sont également susceptibles d'avoir une influence sur le comportement tribologique des biomatériaux.

I.2.5.3.1 : Rôle des renforts

Il est clairement établi que le comportement tribologique n'est pas une propriété intrinsèque du matériau mais dépend de l'ensemble des conditions du tribosystème. Lors d'un glissement sec, le comportement tribologique d'un matériau à renfort particulière est fonction de l'environnement et de la sollicitation (charge appliquée et vitesse de glissement). Le type, la forme, la granulométrie, l'orientation et la proportion des renforts ainsi que la nature de la matrice et celle du matériau antagoniste influent également sur le frottement et sur l'usure [30].

En règle générale, l'incorporation de particules dures au sein d'une matrice d'un matériau ductile augmente sa résistance à l'usure. Néanmoins, des résultats contradictoires ont été publiés dans la bibliographie concernant l'influence de la proportion de renforts sur la résistance à l'usure. Certains auteurs parlent d'une augmentation de la résistance à l'usure avec l'augmentation de la fraction volumique de renforts [31], quand d'autres observent une diminution de la résistance à l'usure [30]. Dans ce dernier cas, la mauvaise cohésion des renforts avec la matrice a été incriminée.

I.2.5.3.2 : Rôle de la porosité

La bibliographie souligne le rôle complexe de la porosité sur la résistance à l'usure. Cependant, ce rôle n'a pas été clairement identifié, du fait de sa forte dépendance avec les conditions d'essais tribométriques. Quelques travaux, qui ne portent pas exclusivement sur les biomatériaux élaborés par MDP, traitent de l'influence de la porosité sur la résistance à l'usure.

En régime lubrifié, l'utilisation de matériaux poreux est courante. En effet, dans ce cas, la rétention de lubrifiant au sein des pores fournit continuellement une lubrification au cours du frottement [26].

En régime non lubrifié (glissement sec), différentes études sont consacrées à l'influence de la porosité sur la résistance à l'usure mais peu d'entre elles relie son rôle aux mécanismes d'usure. A.A. HAMID et al. [31] rapportent que la présence de pores au sein de matériaux composites surtaux diminue l'aire de contact réelle entre les deux

matériaux en contact, augmentant ainsi la pression de contact. En conséquence, des fissures apparaissent entre les pores, entraînant la formation de débris d'usure. La résistance à l'usure et le coefficient de frottement s'en trouvent ainsi diminués.

I.2.5.3.3 : Rôle de la rugosité de surface

La rugosité est un paramètre essentiel lors de contact en frottement. Elle influe sur des facteurs qui régissent le comportement au frottement et à l'usure et, plus précisément, le mode de contact et le comportement du milieu interfaciale (troisième corps) [26]. En effet, la rugosité détermine l'aire réelle de contact (le contact s'effectue par les aspérités de surface) et donc la répartition des pressions superficielles. Par exemple, une augmentation de la rugosité de surface permet de diminuer l'aire de contact réelle. De plus, suivant la forme et l'orientation des rugosités, une rétention ou au contraire une circulation plus aisée du troisième corps (débris d'usure et lubrifiant) pourra avoir lieu [26]. De façon générale, les exigences de rugosité dépendent de la nature des matériaux en présence et du niveau de sollicitation.

I.2.5.3.4 : Rôle de la dureté

La notion de la dureté en rayage est née, grâce à Réaumur en 1822, avec la définition suivante : la dureté d'un corps est la propriété qu'il possède d'en rayer un autre et ne pas être rayé par lui.

Depuis les années 50, la dureté est considérée comme étant la propriété mécanique majeure qui gouverne la résistance à l'usure. Archard [25] a montré que le matériau le plus dur résiste mieux à l'usure. D'autres travaux plus récents ont montré que la résistance à l'usure dépend des mécanismes d'usure et des conditions de sollicitation. Subramanian et Liu [16,17] ont développé des cartes d'usure qui montrent une évolution des mécanismes d'usure en fonction des conditions de sollicitation.

Le développement de méthodes de choix de matériaux, associé à la diversité des problèmes d'endommagement en abrasion des cas réels, montre que la corrélation entre dureté et usure abrasive n'est pas simple.

L'effet de l'augmentation de la dureté peut dépendre de la compétitivité de deux influences, en effet :

- augmenter la dureté conduit à une diminution de la profondeur de pénétration et par suite une diminution du volume usé et du taux d'usure,
- augmenter la dureté (par la présence de carbures durs par exemple) peut favoriser la transition du micro-labourage à la micro-coupe, puis à la micro-fracturation et par suite donner naissance à une augmentation du taux d'usure.

Les différentes possibilités d'interaction des particules abrasives avec la surface dépendent à la fois de la dureté des deux corps en contact, de la géométrie des particules et de la pression de contact. Donc une augmentation de la dureté ne mène pas automatiquement à une amélioration de la résistance à l'usure abrasive. C'est surtout les interactions entre les particules abrasives et les surfaces (mécanismes d'usure mis en jeu) qui gouvernent la résistance à l'usure abrasive.

I.3 : La métallurgie des poudres

I.3.1 : Définition

La métallurgie des poudres (MDP) est définie comme étant le domaine de la métallurgie traitant de la production des poudres de métaux ou d'alliages ainsi que la fabrication des pièces métalliques à partir de ces poudres.

Généralement les matières de base utilisées en métallurgie des poudres sont les poudres métalliques produites par différentes techniques mécaniques, chimiques et physique. Ces poudres peuvent être utilisées pour la production des alliages à partir des poudres pures préalablement pesées aux proportions voulues puis mélangées. Comme dans notre étude, nous avons élaboré un biomatériau à partir des poudres pures de cobalt, chrome, Nickel et de tungstène.

I.3.2 : Généralité

Un des critères majeurs d'utilisation de la compaction en matrice est la bonne qualité d'écoulement des poudres, propriété incompatible avec les poudres fins et imposant par exemple leur granulation. Le frittage est par contre facilité par l'emploi des poudres fines homogènes ne comportant pas d'agrégats, ce qui est la condition principale d'obtention de pièces denses et à grains fins (*Fig. I.3.1*). Il est par conséquent nécessaire de trouver un comprimé pour disposer à la fois de bonnes qualités de compactage et de frittage.

La seule possibilité permettant de répondre aux conditions nécessaires à une bonne mise en forme et à un bon frittage est d'utiliser une poudre agglomérée (la figure montre schématiquement les caractéristiques des poudres fines, des poudres grossières et des poudres agglomérés). [33]

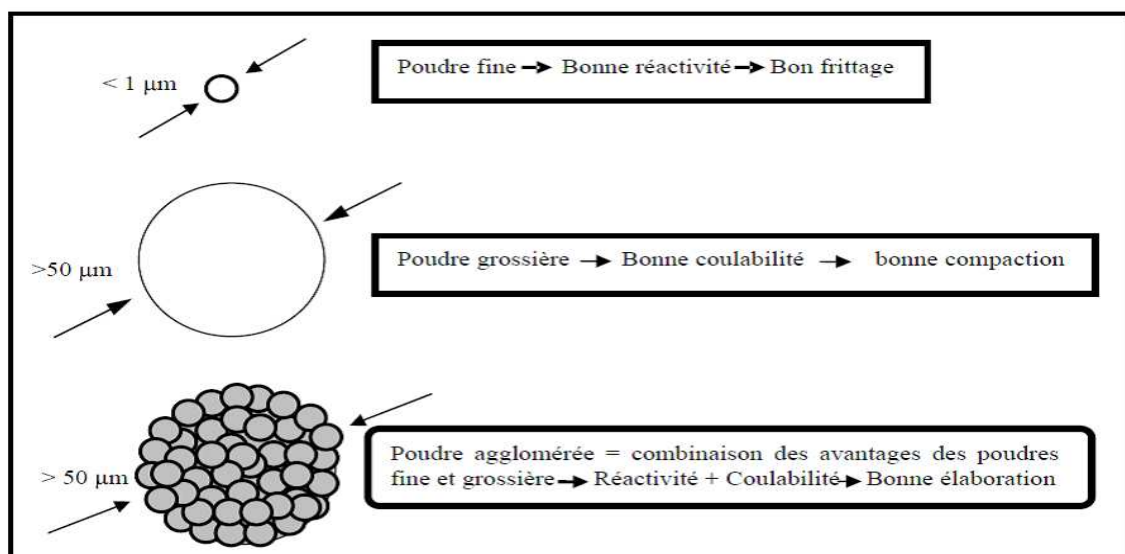


Fig. I.3.1 : Intérêt des poudres agglomérées [33]

I.3.3 : Compactage des poudres**I.3.3.1 : Introduction**

Le compactage permet de mettre en contact les particules pour favoriser leur frittage ultérieur et d'obtenir un comprimé dont la forme et les dimensions sont proches de celles de la pièce finie.

Dans la plupart des applications de la MDP, des densités élevées doivent être obtenues durant l'opération de compactage pour atteindre les propriétés désirées. La compression a pour but l'obtention d'un objet de forme et de dimensions déterminées appelées généralement comprimé. [34].

On sait qu'il est possible d'améliorer la compressibilité des poudres qui se comportent mal à la compression, en leurs ajoutant des liants organiques comme la résine artificielle ; l'acétone ; solutions de camphre ou de paraffine dans l'éther. Ces additions se vaporisent la plupart du temps pendant le frittage. [35]

Le mélange et la lubrification sont les opérations les plus importantes avant le compactage des poudres. Le mélange est nécessaire pour assurer une répartition uniforme et une meilleure lubrification des particules de poudre, il s'effectue en général dans des mélangeurs à double cône. Le frottement est diminué par la lubrification, qui facilite l'éjection du comprimé et améliore la densification. Les lubrifiants sont solides ou liquides, les plus utilisés sont l'acide stérique, les stéarates métalliques ou les résines synthétiques. [34.35]

Le compactage est l'étape durant laquelle la majeure partie de densification a lieu. Le comprimé doit avoir une résistance telle qu'il puisse être éjecté et manipulé sans risque de cassure. Cette résistance dépend de la pression appliquée et du type de poudre.

I.3.3.2 : Mécanismes de compactage

Durant le compactage, on observe plusieurs phénomènes [35] :

- Un stade initial caractérisé par le réarrangement des particules de poudres dans la colonne de la matrice, obtenu par de faibles pressions. Les ponts inter particules sont partiellement éliminés.
- Dans le stade secondaire, les particules de poudres sont déformées élastiquement puis plastiquement sous l'effet d'une grande pression, les zones de contact deviennent aplaties et donc le soudage à froid des particules sous l'effort de cisaillement contribue à la cohésion de l'aggloméré. Pendant la déformation

plastique, la poudre durcit par écouissage ce qui diminue la poursuite de la déformation sous la contrainte et rendant difficile la compression ultérieure.

- Le troisième stade s'annonce par la fragmentation des particules sous l'effet de l'écouissage ce qui conduit souvent à la fissuration des comprimés durant l'éjection. Ce stade est atteint aux hautes pressions.

La pression de compactage à une grande influence sur le processus de densification, particulièrement elle influe sur la densité relative des comprimés obtenus après compactage à froid comme il est montré sur la *figure I.3.2*.

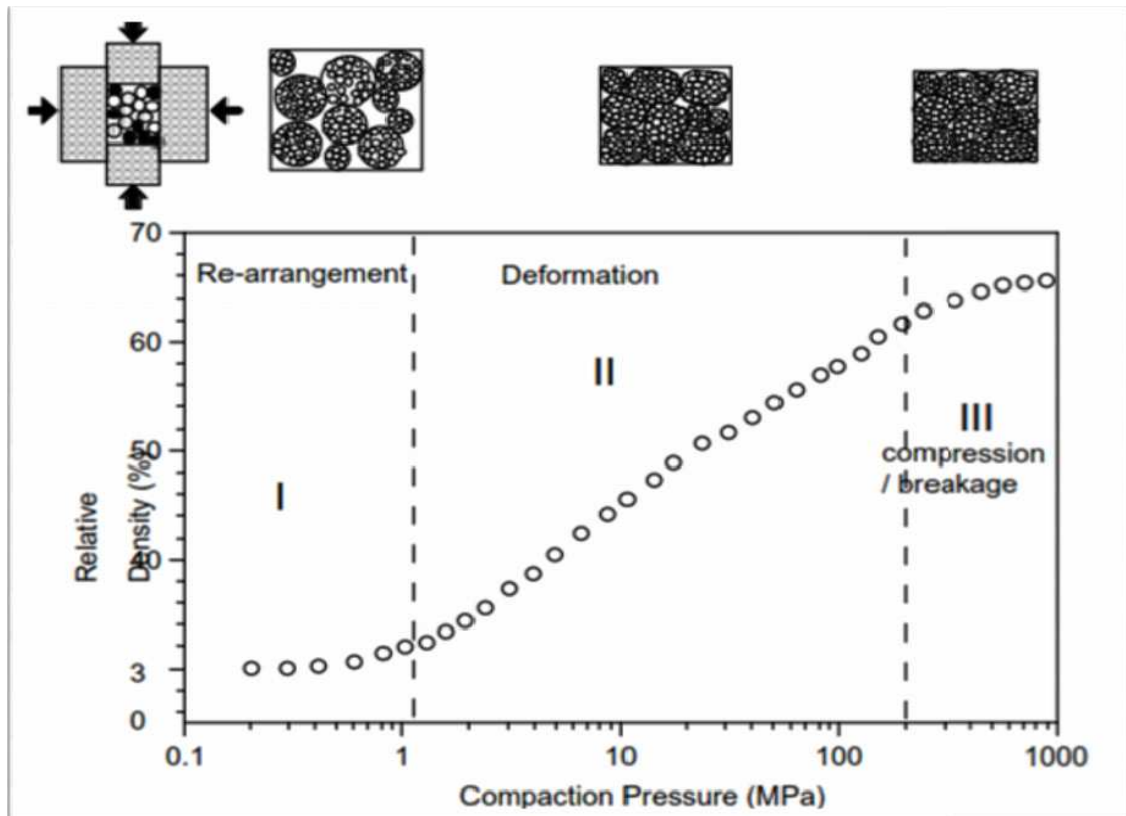


Figure I.3.2: Influence de la pression de compactage sur la densité des comprimés [36]

I.3.3.3 : Distribution de la contrainte et de la densité

Il faut remarquer qu'il existe une grande différence entre la transmission de la pression dans un liquide et dans une colonne de particules de poudres. Si le liquide est soumis à une pression hydrostatique dans une enceinte fermée, la pression est transmise relativement à toutes les surfaces quelque soit la forme du récipient. Par contre, lorsqu'on applique une pression sur une colonne de poudre emprisonnée dans une enceinte, celle-ci évolue principalement dans la direction de la compression.

Plusieurs approches théoriques ont été faites pour trouver la relation mathématique entre la pression appliquée et la densité à vert. Pour de basses pressions, M. Yu. Balshin [37] propose la relation suivante :

$$\ln P = A \cdot V_p + B \dots \dots \dots (2)$$

Où : P : la pression appliquée ; V : le volume relatif de la poudre ; A et B : des constantes.

Une deuxième relation pour les hautes pressions, est proposée par R.W Heckel [38], elle s'exprime comme suit :

$$P = \frac{1}{K} [\ln(\frac{1}{1-d}) + B] \dots \dots \dots (3)$$

Où d : la densité du comprimé ; P : la pression appliquée ; K et B : des constantes déterminés graphiquement à partir de la courbe:

I.3.3.4 : Densité de l'aggloméré en fonction de la pression :

La compression a un effet direct sur le compactage. Selon Heckel, la densité du comprimé augmente avec la pression appliquée, d'après l'équation suivante :

$$\ln \frac{\epsilon}{\epsilon_a} = - KP \dots \dots \dots (4)$$

Où ε: est la porosité fractionnelle. ε_a: est la porosité apparente au début de la compression. P : est la pression appliquée. K : est une constante de proportionnalité.

Mais cette équation ne tient pas compte des mécanismes de compression tels que le réarrangement des particules. C est ainsi qu'elle a été modifiée comme suit [39] :

$$\ln \epsilon = B - K_1 P - K_2 P \dots \dots \dots (5)$$

Où K₁ et K₂ sont des constantes caractéristiques des mécanismes de densification. B est le facteur relatif aux réarrangements.

I.3.3.5 : Résistance de l'aggloméré en fonction de la densité

Le manque d'uniformité structurale du comprimé favorise la création des pores qui favorisent la formation de fissures et de larges gradients de densité et réduisent des lors, la résistance du comprimé.

La résistance de l'aggloméré varie avec la densité selon [39] :

$$R = C \cdot R_0 \cdot f(D) \dots \dots \dots (6)$$

Où C : est une constante ; R_0 : est la résistance du matériau dense ; $f(D)$: est une fonction de la densité.

Dans la plupart des cas, nous avons :

$$R = C \cdot R_0 \cdot D^m, \text{ avec } m > 1 \dots \dots \dots (7)$$

I.3.3.6 : Influence des caractéristiques de la poudre

La taille des grains a un effet important sur le frottement interparticules, la taille des pores et l'empilement. Les poudres grossières et lisses présentent en général, une meilleure densification durant le compactage. Par contre, les poudres fines qui sont caractérisées par un frottement élevé rendent la compression difficile à de hautes densités.

I.3.3.7 : Le compactage axial à simple et à double action

Cette opération consiste à appliquer une pression verticale ou horizontale à la poudre à travers un ensemble de poinçons qui à leurs tours mobilisent une pression latérale perpendiculaire à l'axe de la matrice. Si l'un des poinçons est fixe, l'autre est mobile, ce compactage est appelé : compactage à simple action. Si tous les poinçons sont mobiles, ce compactage est appelé : compactage à double ou multi-action.

Généralement les comprimés produits ont une densité entre 85% à 90%. Le plus grand avantage du compactage en matrice rigide est que des pièces de géométrie assez compliquée peuvent être produites à des tolérances assez précises avec des vitesses de production assez grandes.

Cependant, des problèmes existent pendant l'utilisation de cette technique, ils sont causés par le frottement entre la poudre et la surface latérale des matrices, ce qui engendre dans les comprimés des régions de haute et de basse densité d'après les mouvements relatifs des poinçons les uns par rapport aux autres.

Avant le compactage des poudres dans des matrices rigides, la plupart des poudres métalliques sont mélangées avec des lubrifiants [33]. Cependant le rôle de lubrifiant aux poudres est d'abord de limiter les frottements entre la poudre et l'outillage et entre les particules eux même. La lubrification peut être assurée à l'aide de systèmes intégrés directement à l'outillage, mais le plus souvent on préfère l'utilisation d'une poudre prélubrifiée qui assure ce rôle. Lors de la compression, l'emploi de tels mélanges facilite la transmission des efforts, et l'éjection des pièces.

Le lubrifiant n'a cependant pas qu'un rôle positif dans l'ensemble du procédé. Il présente l'inconvénient de limiter la densification sous forte charge, de laisser des vides lors de son élimination au frittage, de produire, au moment du frittage, les résidus qui polluent les fours et leurs atmosphères alors un lubrifiant sera toujours employé en

faible pourcentage afin d'augmenter la durée de vie des équipements et d'obtenir des pièces de bonnes caractéristiques mécaniques [35].

I.3.4 : LE FRITTAGE DES POUDRES

I.3.4.1 : Introduction

Le frittage est l'opération de traitement thermique effectué sous atmosphère de protection qui permet une liaison intime physico-chimique entre les grains de poudre agglomérés au préalable ou libres dans un moule. Sous l'influence combinée de la température et du temps le produit seulement aggloméré devient un matériau cohérent plus ou moins compact. La température de frittage est inférieure au point de fusion de la phase la moins fusible de telle sorte que le produit au cours du frittage ou bien reste totalement solide, ou bien reste partiellement solide. Cette évolution entraîne une diminution importante de la porosité initiale de système, et une modification de certaines de ces propriétés dans le sens d'une réduction de l'énergie libre globale de ce système

Il existe deux types de frittage:[40]

- Le premier est décrit comme le frittage à l'état solide et s'effectue à une température telle qu'il n'y ait fusion d'aucun des constituants du système pendant l'opération de frittage ;
- Le second type, connu sous le vocable de frittage en phase liquide, où l'un des constituants, au moins, est en phase liquide et un autre au moins reste en phase solide. Il se produit lorsqu'on est en présence d'un mélange de poudres de métaux, dont l'un est à bas point de fusion. La température de frittage est supérieure à la température de fusion du composant le plus facilement fusible, de telle sorte que ce dernier baigne la phase solide résiduelle pendant tout ou partie de la durée de l'opération

I.3.4.2 : stades de frittage

Durant le frittage, on distingue trois stades pour l'évolution microstructurale, comme schématisé sur la *Figure I.3.3*.

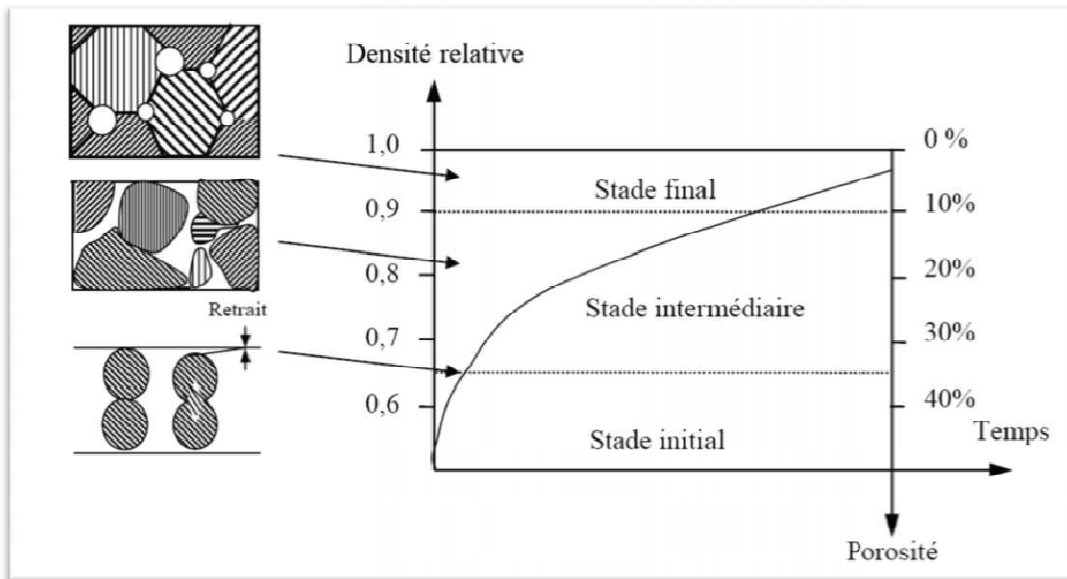


Figure I.3. 3 : Evolution de la porosité au cours du frittage [41].

1 : Le premier Stade

Le premier stade correspond à la formation et à la croissance des ponts. Au fur à mesure que les ponts grossissent, les gradients de courbure à la surface diminuent. La structure des pores est ouverte et ils sont totalement interconnectés. La force motrice durant ce stade est le gradient de concentration en lacune au niveau du cou qui guide le transport de matière.

2 : Le deuxième stade

Ce stade est caractérisé simultanément par l'arrondissement des pores, la densification et la croissance des grains. La structure des pores devient plus régulière mais reste interconnectée. Initialement les pores sont localisés à l'intersection des joints de grains, avec une géométrie très irrégulière, qui avec le temps se rapproche de la forme cylindrique.

Durant le frittage l'intersection entre les pores et joints de grains peut prendre deux formes:

- Les pores peuvent être entraînés par les joints de grains durant le grossissement du grain ;
- Les joints de grains peuvent se séparer des pores, les laissant isolés à l'intérieure du grain.

3. Le troisième stade

Ce dernier est un processus lent où les pores auparavant de forme cylindrique, s'effondrent pour former des pores complètement sphériques, rétrécissent au fur à mesure par transfert de matière depuis les joints de grains et depuis le cœur des grains.

La migration des joints de grains peut alors entraîner une croissance de grains et éventuellement une séparation des pores et des joints de grains. La cinétique de densification à ce moment peut être considérée comme étant négligeable, car les derniers pores s'éliminent doucement avec le temps à cause de l'énergie motrice restante très faible

I.3.4.3 : Mécanismes de frittage

Les différents mécanismes de frittage permettant du transport de matière mise en jeu pour obtenir un matériau dense sont : [40]

- ✓ L'écoulement visqueux ou plastique ;
- ✓ Le transport de matière en phase vapeur (évaporation - condensation) ;
- ✓ La diffusion en surface, en volume, inter granulaire et aux joints de grains.

Parmi ces différents mécanismes, quelques uns peuvent amener à une densification du matériau et d'autres non, selon la nature du matériau, granulométrie et les conditions choisies (température, atmosphère.....), l'un au l'autre de ces mécanismes peut être privilégié et d'autres peuvent être couplés.

I.3.4.3.1 : Evaporation-condensation (ou sublimation)

Tout métal a une tension d'évaporation qui existe déjà à la température ambiante, et qui croît rapidement avec la température. Les éléments et les impuretés en phase gazeuse se transportent d'un grain à l'autre, et des parties convexes vers les parties concaves.

I.3.4.3.2 : Diffusion superficielle

La matière peut également passer de la couche superficielle du matériau vers la surface latérale du cou. Ce processus correspond au mécanisme de diffusion superficielle. L'énergie motrice provient du fait qu'il y ait un excès de lacunes au niveau du pont, alors qu'il y a un défaut au niveau de la surface des particules. Afin de diminuer l'énergie libre du système, un transfert de lacunes excédentaires s'établira depuis le pont de raccordement vers la surface voisine des particules, suivie d'un mouvement inverse d'atomes depuis ces surfaces vers le cou. [40.41]

I.3.4.3.3 : Diffusion en volume

Contrairement à la diffusion en surface, la diffusion s'effectue dans le volume. Le chemin de diffusion est situé à l'intérieur des grains. Le flux de matière ne pénètre plus par la surface du disque mais par la surface totale du pont de raccordement.

La matière peut encore passer, depuis la surface des particules loin des cous, par l'intérieur des grains. Ce processus correspond au mécanisme de diffusion en volume. L'énergie motrice provient du fait qu'il y ait un excès de lacunes au voisinage de la surface des ponts de raccordement et un défaut au voisinage de la surface des particules, loin de ces ponts. [41]

I.3.4.3.4 : Ecoulement plastique

Il se développe à haute température, car la tension critique de déformation du métal est d'autant plus faible que la température est plus élevée, et cette tension est si faible que des glissements se produisent pour des efforts du même ordre de grandeur que la tension superficielle des grains. On a donc un phénomène de fluage local, fonction du temps [42].

I.3.4.3.5 : Mécanisme de diffusion aux joints de grains

A partir du centre de joint inter-particules (l'interface établie entre les particules), la matière peut passer à travers ce joint vers la surface externe du pont de raccordement. On parle donc de mécanisme de diffusion inter-granulaire. L'énergie motrice est due à l'écart dans la concentration en lacunes des surfaces voisines au pont de raccordement par rapport au joint inter-particules. Par conséquent un flux de lacunes s'établira entre les joints inter-particules et les surfaces externes des ponts, suivit toujours d'un mouvement opposé d'atomes vers les ponts.

I.3.4.4 : facteurs influençant sur le frittage

Un certain nombre de facteurs influent sur le frittage, tels que :

I.3.4.4.1 : Le temps

Il peut s'étendre de quelques minutes à une heure et plus rarement jusqu'à plusieurs heures. C'est le facteur important pour le développement de la diffusion en volume, de la recristallisation et du grossissement des grains avec réduction de la porosité. Du point de vue des propriétés mécaniques, le temps de frittage a pour effet de modifier, à divers degrés, la limite élastique en traction, la résistance mécanique, ainsi que le pourcentage d'élongation des pièces frittées. Un temps de frittage plus long aura

pour effet d'augmenter ces propriétés. De plus, plus le temps de frittage est long, plus les changements dimensionnels risquent d'être importants, jusqu'à une certaine limite, au-delà de laquelle les changements se produisent moins rapidement.

Il est généralement recommandé d'augmenter la température de frittage, plutôt que le temps de frittage, pour obtenir des frittages plus complets [42].

I.3.4.4.2 : La température

Elle joue un rôle important lors du frittage. En général, plus cette température est élevée, plus le frittage se produit rapidement. Elle est difficile à définir théoriquement, car elle dépend de nombreux facteurs. On admet que la température minimale de frittage à partir de laquelle le maintien durant un temps limité permet l'obtention des caractéristiques essentielles, exprimée en (°K), est voisine des deux tiers ou des trois quarts de la température de fusion en (°K).

I.3.4.4.3 : L'atmosphère

L'atmosphère de frittage a comme rôle principal de brûler le lubrifiant présent dans la poudre, de réduire les oxydes et d'aider la diffusion complète et uniforme d'éléments tels que le cuivre et le carbone [42].

I.3.4.4.5 : la densité à vert

Plus la densité à vert est faible, plus il y a de frittage et plus les changements dimensionnels sont importants. De plus, la distribution de densité dans une pièce est un facteur tout aussi important que la valeur de la densité à vert en ce qui concerne les dimensions finales des pièces soumises au frittage, une densité non-uniforme étant la cause de gauchissements des pièces et de retraits dimensionnels non uniformes [33].

I.3.4.4.6 : Les paramètres microstructuraux

a)- La taille des grains

C'est un paramètre qui influe sur la densification et la diffusion. Plus la taille des grains est petite, plus le retrait est rapide.

b)- La forme des grains

Selon le procédé d'obtention de la poudre, les grains de poudre peuvent être de plusieurs formes (sphérique, arrondie, dendritique...). L'utilisation d'une poudre de forme sphérique conduit à l'élimination considérable des pores et l'augmentation de la densité du compact en réduisant le volume de celui-ci.

I.3.5 : Effet Kirkendall

Dans un système polyphasé, on peut s'attendre à avoir la mobilité ou des solubilités différentes entre les espèces différentes. Il en résultera des vitesses de diffusion inégales. Ceci est typique des poudres formées de constituants ayant des températures de fusion très différentes. Cette inégalité dans les vitesses de diffusion entraînera l'apparition de l'effet Kirkendall [43] qui se manifeste par :

- ❖ le gonflement des granulés de l'espèce diffusant le plus lentement provoqué par l'intrusion des atomes de l'espèce diffusant plus rapidement.
- ❖ formation de porosité dans les granules de l'espèce diffusant le plus rapidement.

Ces deux phénomènes apparaissant simultanément, donnent lieu à une porosité secondaire qu'il est très difficile d'éliminer ce qui donnera des frittés de qualité médiocre, par exemple : Ni-W, Ni-Al, Cu-Al, Cu-Zn, ... etc. [44].

L'effet Kirkendall entraîne des anomalies dans les courbes de retrait se traduisant par :

- ❖ l'élévation de la température du début de retrait
- ❖ une décroissance de la vitesse de frittage si cet effet est notable
- ❖ une diminution du retrait global.

Pour éviter cet effet et obtenir des frittés de bonne qualité, il est préférable d'utiliser soit:

- des poudres préallées ou des poudres formées de particules de très petites tailles ayant une grande homogénéité et qui seront frittées à haute température pendant des temps suffisamment longs
- un frittage sous charge.

Remarques.

On peut observer un gonflement (swelling) d'un matériau fritté sans la présence d'un effet Kirkendall. C'est le cas des systèmes qui sont le siège d'une réaction chimique ou des systèmes où l'un des constituants fond. Une autre cause entraînant souvent un gonflement de l'échantillon est la présence de gaz occlus dans les pores fermés et qui voient leur volume augmenter sous l'effet de la température, ce qui provoque le gonflement de ces pores et donc l'accroissement de la porosité durant l'étape finale.

II : Procédure expérimentale

II.1 : Introduction :

Dans la plupart des applications de la MDP, des densités élevées doivent être obtenues durant l'opération de compactage pour atteindre les propriétés désirées.

La compression a pour but l'obtention d'un objet de forme et de dimensions déterminées. Il y a deux méthodes distinctes pour produire une pièce métallique en poudre. La première consiste à Une mise en forme à froid suivie d'un frittage pour déclencher la diffusion entre les particules et la seconde à la densification de la poudre à l'état libre suivie d'une mise en forme par estampage. Dans les deux cas une déformation plastique de la pièce est souhaitable pour éliminer les films d'oxyde inter particules et améliorer ainsi la cohésion.

II.2 : Objectif du travail :

La première partie du travail consiste à élaborer par la méthode de la métallurgie des poudres des pastilles de biomatériaux à base de cobalt-chrome (5 pastilles).

Les pastilles ainsi élaborées vont ensuite subir des tests de frottements pour déterminer leurs coefficients de frottement et leurs taux d'usure dans un milieu physiologique approprié.

II.3 : Caractéristiques des poudres

Le tableau ci-dessous (*Tableau II.1*) résume quelques propriétés de poudres utilisées

	Cr	W	Ni	Co
Densité (g/cm³)	7.15	19.3	8,9	8,9
Point de fusion (C)	1900	3410	1453	1493
Structure cristalline à 20 C	CC	CC	CFC	HC
Dureté	180-250HV	360-500HV	100-190 HB	170-320 HV

Tableau II.1. Quelques propriétés de poudres utilisées

II.4 : Elaboration des alliages par le procédé de mécano-synthèse

La mécano-synthèse (mechanical alloying) a été développée au début des années 1960 aux États-Unis pour combiner les avantages du durcissement par précipitation et du renforcement par dispersion d'oxydes pour les superalliages [42]. Après avoir effectué des pesés pour avoir des alliages de différentes nuances, on a procédé à mélanger ces poudres métalliques pour des durées très lentes (30 minutes) dans le but de produire une poudre alliée ou composite de plusieurs phases. Ensuite on a procédé à la mise en forme par compactage et par frittage.

II.4.1 : Caractérisation de la poudre :

Nous avons procédé à la caractérisation des poudres de tungstène, de chrome et de Nickel par tamisage. La taille moyenne des particules d'une masse de poudre, dans le cas de l'analyse par tamisage, est calculée par l'équation suivante:

$$D_m = O_1 X_1 + (O_1+O_2)/2 \cdot X_2 + \dots + (O_n+O_{n+1})/2 \cdot X_{n+1} \dots\dots\dots(8)$$

Où :

D_m : diamètre moyen de la poudre ;

O_1, O_2, \dots, O_n : les ouvertures des tamis ;

X_1, X_2, \dots, X_n : fractions massiques des refus retenus des tamis ;

Nous avons effectué des pesés pour avoir des alliages de différentes nuances. Après compactage, ces pesés nous donneront des échantillons d'environ 5 mm d'épaisseur (**fig. II.1**). Cinq types d'alliages ont été élaborés comme le montre le tableau (**Tableau II.2**):



Fig II.1 : Forme des comprimés avant frittage.

	Cobalt Co	Chrome Cr	Tungstène W	Nickel Ni	C	Si	Mn	Fe
1	solde	20	-	-	Traces			
2	solde	20	15	-	Traces			
3	solde	20	10	10	Traces			
4	solde	20	15	10	Traces			
5	solde	20	20	10	Traces			

Tableau II.2. Compositions chimiques des alliages élaborés (% massique).

L'élaboration des matériaux par la métallurgie des poudres peut être décomposée en trois étapes :

- Préparation et traitement des poudres
- Mise en forme
- Densification par frittage à haute température

II.4.2 : Compactage des poudres :

La poudre est placée dans une matrice cylindrique entre deux poinçons. Un poinçon inférieur fixe et un poinçon supérieur mobile comme le montre la **Figure II.2**

Les comprimés sont obtenus en appliquant des charges axiales (30, 60,90) KN par le poinçon mobile supérieur à l'aide d'une presse hydraulique.

Pour étudier l'influence de la charge appliquée sur la porosité nous avons effectué trois séries d'échantillons dont les compositions chimiques sont données dans le tableau pendant un temps de frittage de 7heures.

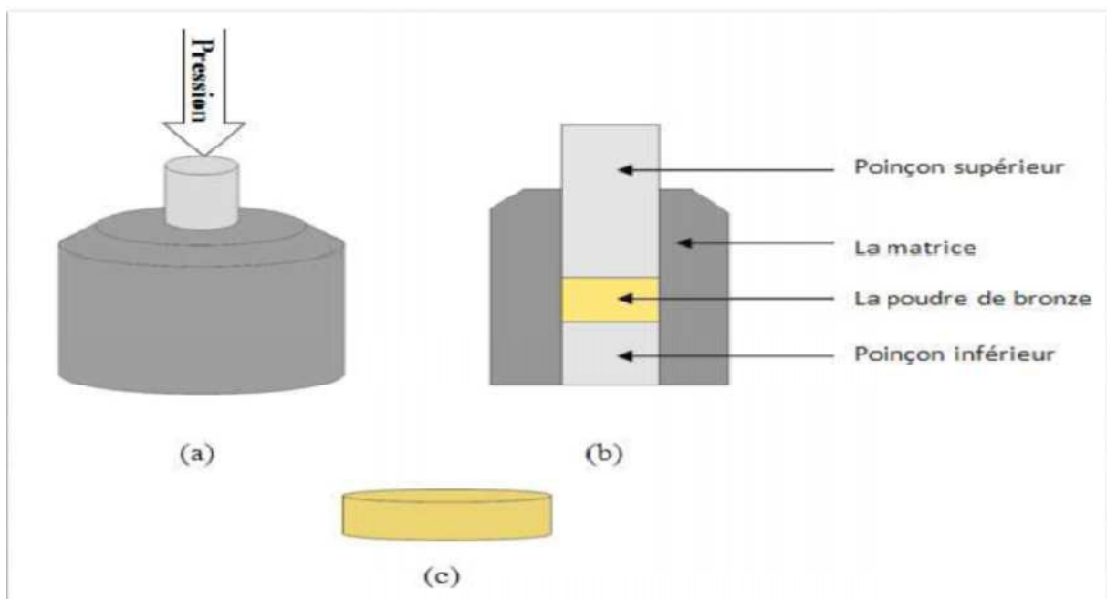


Figure II.2 : Matrice et compactage. (a) Vue en 3 dimensions de la matrice ; (b) Vue schématique de la matrice et des poinçons ; (c) Forme des échantillons après Compactage.[39]

II.4.3 : Frittage des poudres :

La soudure entre les grains résulte de la diffusion et du transport de matière, qui est provoquée par l'augmentation de la température. La force motrice du frittage est liée à la courbure des interfaces qui est elle même liée à la surface spécifique : c'est à dire à la taille des particules en présence. Elle provoque des contraintes mécaniques et fait naturellement évoluer le système vers une diminution de son énergie libre.

Le frittage a été réalisé dans un four électrique (un récipient en céramique bobiné par une résistance de 3000 watts). Ce four peut atteindre une température de 1000°C pour un courant électrique d'environ 12 ampères. La température de frittage utilisée est de 1000 °C. Le frittage est effectué sous un vide primaire de $2.5 \cdot 10^{-2}$ bars, obtenu par un pompage continu à l'aide d'une pompe à vide, pour éviter l'oxydation.

Pour mesurer la température du frittage, un thermocouple (platine-rhodium) est placé au centre du creuset sur l'échantillon. L'expérience nous a montré qu'il fallait sept minutes de chauffage pour que la température atteigne 1000 °C.

II.4.4 : Préparation métallographique :**II.4.4.1 : Traitement de polissage mécanique :**

Afin de rendre la surface plane, brillante et sans aucune rayure, un polissage mécanique a été effectué par abrasion qui s'effectue en deux étapes principales dans les conditions métallographiques standards.

- La première étape consiste à polir grossièrement la surface sur des papiers émeris en rotation, à pouvoirs abrasifs décroissants et en présence d'eau. La densité granulométrique des papiers utilisés est de 400, 600, 800, 1000, 1200.
- La seconde étape consiste à finir le polissage en appliquant la pièce sur des feutres en rotation imbibés d'une suspension d'alumine de 3 μm .

II.4.4.2 : Etude métallographique :**II.4.4.2 .1 : Observation métallographique :**

Les observations ont été faites à la microscopie optique (MO) et au microscope électronique à balayage (M.E.B) sans attaque chimique. Ce dernier sa technique consiste à bombarder l'échantillon par un faisceau d'électrons très fin qui balaie point par point sa surface. La synchronisation du balayage du faisceau avec le signal reçu par le détecteur permet de décrire une image sur un écran.

Plusieurs photographies ont été prises pour chaque type d'échantillons pour montrer les phases en présence (MEB) et la porosité résiduelle (MO).

Cette étape (prise des micrographies MEB) a été effectuée au Centre de Recherche Et de Développement de l'Electricité et de Gaz d'Alger (CREDEG).

II.4.4.2 .2 : Mesure du taux de porosité :

Pour mesurer le taux de porosité, on place sur l'image une grille qui contient 100 nœuds. Le principe de mesure consiste à compter le nombre de points (de la phase considérée ou des pores) qui coïncident avec les nœuds de la grille. Cette méthode permet de savoir le pourcentage de la porosité pour calculer la densité des échantillons fritté.

II.4.5 : Mesure de la microdureté :

La mesure de microdureté Vickers se fait avec une charge de 100 grammes ; une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre face égal à 136°. L'empreinte a donc la forme d'un carré.

On mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique. On obtient les valeurs d (diamètre de l'empreinte) en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . La force et la durée de l'appui sont également normalisées.

$$HV = 0.189 F/d^2$$

Avec :

Hv : micro dureté ;

d : moyenne des diagonales d_1 et d_2 ;

F : force appliquée en Kilo Newton.

Les valeurs fournies sont, dans tous les cas, une moyenne de 10 mesures.

II.5 : Tests Tribologiques**II.5.1 : Présentation et définitions**

La tribologie est la science qui a trait aux contacts des surfaces en interactions statiques ou dynamiques, à la friction, à l'usure et à la lubrification. Bien que connue depuis longtemps, en particulier dans les travaux de Leonard de Vinci, cette science a été officiellement créée en 1967 par le comité de « l'Organisation pour la Coopération et le Développement Economique ». La motivation pour la création de cette nouvelle discipline a été principalement guidée par l'aspect économique de la tribologie.

Dans le cadre de ce travail, nous nous intéresserons à l'étude du coefficient de friction et le taux d'usure à la série d'échantillons dont le taux de porosité est le plus faible avec un biomatériau témoin d'acier inoxydable 316l coulé de fonderie

II.5.2 : Dispositif expérimental

Les essais de frottement ont été effectués sur les biomatériaux élaborés en utilisant un tribomètre « bille-disque » C.S.E.M. (« Centre Suisse d'Electronique et de Microtechnique », Suisse) *Figure II. 3*.

Nous avons également effectué nos mesures et tests au laboratoire de génie des matériaux au département de génie mécanique à l'université USTHB.



Figure II. 3. Tribomètre balle on disque

II.5.2.1 Principe de fonctionnement et mesure du tribomètre

Le principe de la mesure est schématisé sur la *Figure II.4* : on applique une charge sur une bille fixée sur un bras. L'échantillon est fixé sur un support rotatif. La bille est excentrée du centre de la rotation d'un rayon R et tourne à une vitesse V .

La force tangentielle F est mesurée au niveau du bras. En connaissant la charge P , un logiciel en déduit par calcul le coefficient de friction en fonction du temps.

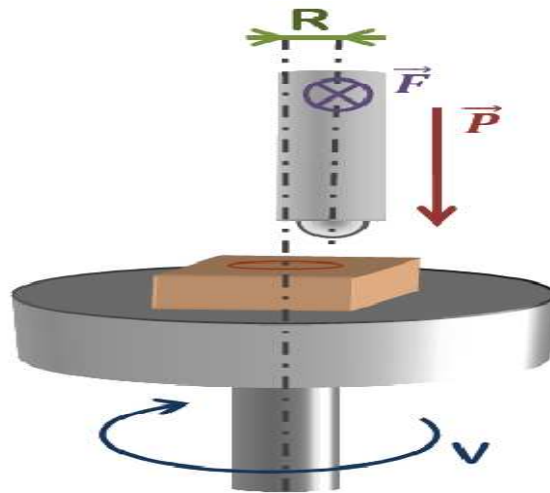


Figure II. 4 : Principe de fonctionnement du tribomètre

II.5.2.2 : Paramètres du test

Tester de manière tribologique les biomatériaux est particulièrement vital. Pour obtenir des résultats réalistes, un test doit être réalisé dans des conditions proches des conditions physiologiques.

Il est considéré, dans des normes, qu'un être humain effectue environ 1 million de pas par an à une fréquence de 1 Hz et qu'il court à une fréquence de 2 Hz ; la charge sur l'articulation représente 4 à 5 fois le poids d'un corps humain, Une articulation possède plusieurs degrés de liberté. Celle de la hanche fait partie des articulations les plus sophistiquées du corps humain avec 3 degrés de liberté : flexion /extension, abduction/adduction et circumduction.

Les paramètres à déterminer pour une mesure de coefficient de friction et le taux d'usure sont donc : la charge appliquée, le temps de mesure, le matériau de la bille, la vitesse et le diamètre de rotation. Il est aussi possible de changer l'environnement en utilisant une cuve de lubrifiant.

Suivant les normes les paramètres sont les suivants:

La charge appliquée : 7 N.

Le matériau de la bille : une bille en acier 100Cr6 de dureté 1000 Hv.

La vitesse : 10cm/s.

La température : 37 C°

L'environnement : les tests sont effectués à l'aide d'un lubrifiant (mélange de sérum salé et glucosé de viscosité environ 1,6 centipoise. Le sérum contient 9g de NaCl et 1g de glucose par litre d'eau distillé, la quantité du l'lubrifiant introduite dans la cuve est 15 millilitres).

Le taux d'humidité : 40%

II.5.2.3 : Mesure du frottement

Lorsque deux corps en contact sont en mouvement relatif, il existe une force de frottement qui s'oppose au glissement. Le coefficient de frottement μ est défini comme étant le rapport de la force tangentielle notée F_t sur la force normale supportée par le contact F_n :

$$\mu = \frac{F_t}{F_n} \dots\dots\dots(9)$$

Lors de l'essai de frottement, la force tangentielle de frottement, F_t , entraîne un déplacement latéral du bras élastique supportant la tige porte-bille. Un capteur inductif enregistre la déformation élastique du bras, de laquelle est déduite la valeur de F_t . La charge normale, F_n , étant connue, la valeur du coefficient de frottement, μ , est calculée par le logiciel d'acquisition et de traitement des données, Cette valeur est ensuite enregistrée en fonction du nombre de tours.

II.5.2.4 : Mesure de l'usure

Le tribomètre peut parfois être muni d'un profil-mètre afin de mesurer l'usure de l'échantillon, malheureusement dans notre cas, le tribomètre ne dispose pas de cette option. Donc nous réalisons des tests aux différentes vitesses et charges. Ces tests vont dégrader la surfaces des échantillons et en mesurant la largeur de la trace au microscope optique. .

Le volume d'usure V est mesuré selon le procédé donné dans ASTM standardG99 :

$$V = 2\pi R \left[r^2 \sin^{-1} \left(\frac{w}{2r} \right) - \left(\frac{w}{4} \right) \sqrt{4r^2 - w^2} \right] \dots\dots\dots(10)$$

Où : R et w sont le rayon et la largeur de la trace d'usure, et r est le rayon de la bille fixée sur le bras du tribomètre. Le taux d'usure k est calculé comme suit :

$$k = \frac{V}{F_n.l} \dots\dots\dots(11)$$

Avec :

- K : le taux d'usure (en mm³/N/m)
- V : le volume de matière perdue (en mm³)
- F_n la charge appliquée (en N)
- l : la longueur de glissement (en m)

III : Résultats et discussions

III.1 : réalisation des alliages par la métallurgie des poudres

III.1.1 : Introduction :

Dans la première partie de cette étude, nous avons réalisé par compactage et frittage cinq types d'alliages dont les compositions sont montrées dans le tableau ci dessous :

	Cobalt Co	Chrome Cr	Tungstène W	Nickel Ni	C	Si	Mn	Fe
1	solde	20	-	-	Traces			
2	solde	20	15	-	Traces			
3	solde	20	15	10	Traces			
4	solde	20	10	10	Traces			
5	solde	20	20	10	Traces			
316L coulé	-	18	-	12	Traces			

Tableau III.1.1 : composition chimique des échantillons élaborés.

Nous avons comme variable, la charge appliquée lors du compactage que nous avons varié de 30 KN à 90 KN sous une température constante de 1000°C, pendant 7 h de frittage.

La deuxième partie consiste à faire des tests d'usure avec et sans lubrification (milieu physiologique semblable à celui dans le corps humain (sérum salé et glucosé)) sur la série des échantillons les moins poreux et un échantillon d'acier inoxydable 316l dont la composition chimique est donnée dans le *tableau. III.1.* afin de déterminer le taux d'usure et le coefficient de frottement pour différentes charges et vitesses de glissement.

III.1.2 : Processus de compactage à froid :

Nous avons utilisé une poudre agglomérée (combinaison des avantages des poudres fines et grossières) [14] comme la montre la *Figure III.1.1*, qui a permis de répondre aux conditions nécessaires à une bonne mise en forme et à un bon frittage.

Les tailles moyennes des particules de chaque poudre sont illustrées dans le tableau suivant (*Tableau III.1.2*) :

	Cobalt	Chrome	Nickel	Tungstène
Taille moyenne des particules (µm)	2.3	68.01	55.12	106,15

Tableau III.1.2 la taille moyenne des particules des poudres utilisées

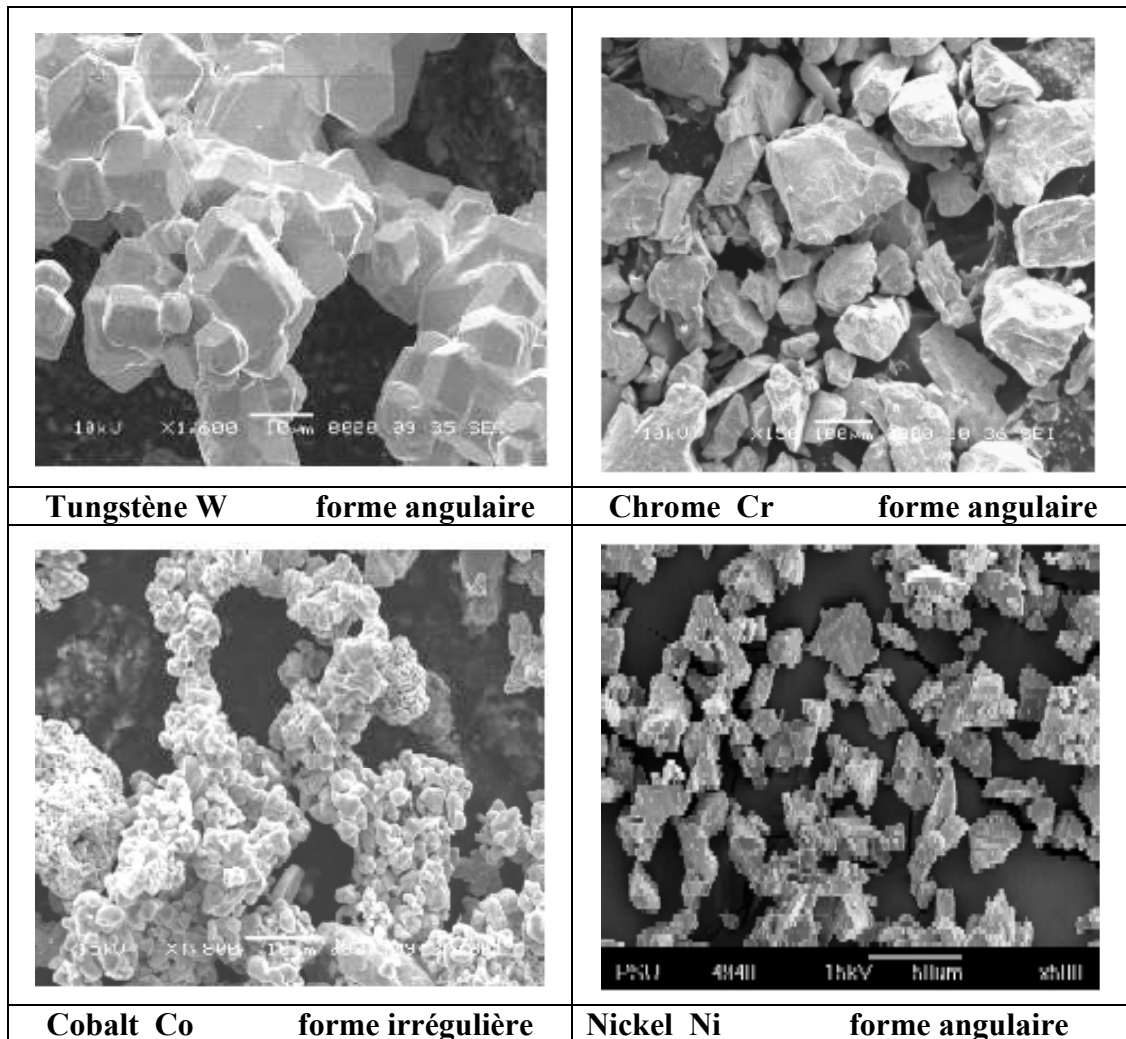


Figure III.1.1 : Microphotographie des poudres utilisées obtenues par MEB [21]

III.1.3 : Influence de la pression appliquée sur la densité à vert.

D'après le *tableau III.1.3* et l'*Histogramme* de la *Fig. III.2*, on constate que la densité à vert augmente avec la pression de compactage, Le compactage de ces alliages à haute pression (90 KN) a donné des comprimés dont la densité à vert est d'environ (84%). cette augmentation est un peu faible pour des pressions inférieures à 60 KN. par exemple, l'alliage Co20Cr, pour une pression de 90KN, on constate que la densité subit une densification d'environ 5% davantage pour une augmentation de la pression de 30 à 60KN tandis que cette densification est de l'ordre de 8% en plus pour une augmentation de la pression de 60 à 90KN.

Charge (KN) nuance	30	60	90	La densité théorique (g/cm ³)
Co20Cr	5,962	6,254	6,761	8,478
Co20Cr15W	7,38	7,726	8,377	10,05
Co20Cr15W10Ni	7,43	7,81	8,533	10,06
Co20Cr10W10Ni	6,49	6,855	7,509	9,012
Co20Cr20W10Ni	7,906	8,254	9,226	10,59

Tableau III.1.3 : Influence de la pression appliquée sur la densité à vert.

En effet, la faiblesse de la densification pour des pressions inférieures à 60 KN correspond peut être au stade initial caractérisé par le réarrangement des particules de poudres dans la colonne de la matrice et l'élimination des grands pores par effondrement des ponts interparticulaires.

Cependant, à partir de 60 KN, on remarque que la densité subit une augmentation plus grande, où les particules de poudres sont déformées élastiquement puis plastiquement par verrouillages interparticulaires. Les zones de contact deviennent aplaties, donc l'augmentation rapide de la densité.

La qualité des comprimés et leur densité à vert dépendent de la pression appliquée et de la ductilité des particules (cas des alliages contenant du Ni où la densification est très prononcée. Plus les particules de poudre sont ductiles et la pression de compactage assez haute plus la densité à vert est grande.

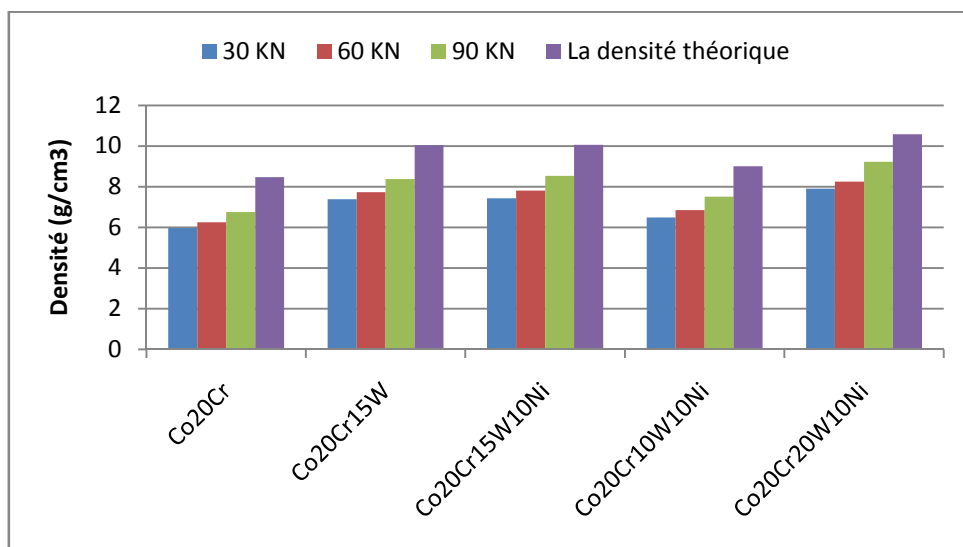


Fig. III.2 : Histogramme représente l'influence de la pression appliquée sur la densité à vert

III.1.4 : Influence du frittage

Le frittage est un processus selon lequel une poudre compactée soumise à un traitement thermique forme un solide cohérent unique, donc c'est un processus thermiquement activé. En effet, la température influe sur la mobilité des atomes et active ainsi le mouvement des lacunes, des dislocations et des joints de grains, aussi, le temps de maintien permet le déclenchement des processus de densification et laisse la possibilité à tous les mécanismes de transport de matière de se produire jusqu'à l'élimination totale de la porosité. Mais, un temps de chauffage prolongé au delà de la densité totale peut avoir un effet néfaste sur les propriétés mécaniques à cause notamment du grossissement des grains.

Plusieurs travaux ont été faits surtout sur le frittage des alliages Cr-Co-W et les alliages Cr-Co-Ni, et la température de 1000C° a été choisie comme température de frittage, pour cela on a choisis cette température pour mener bien notre travail.

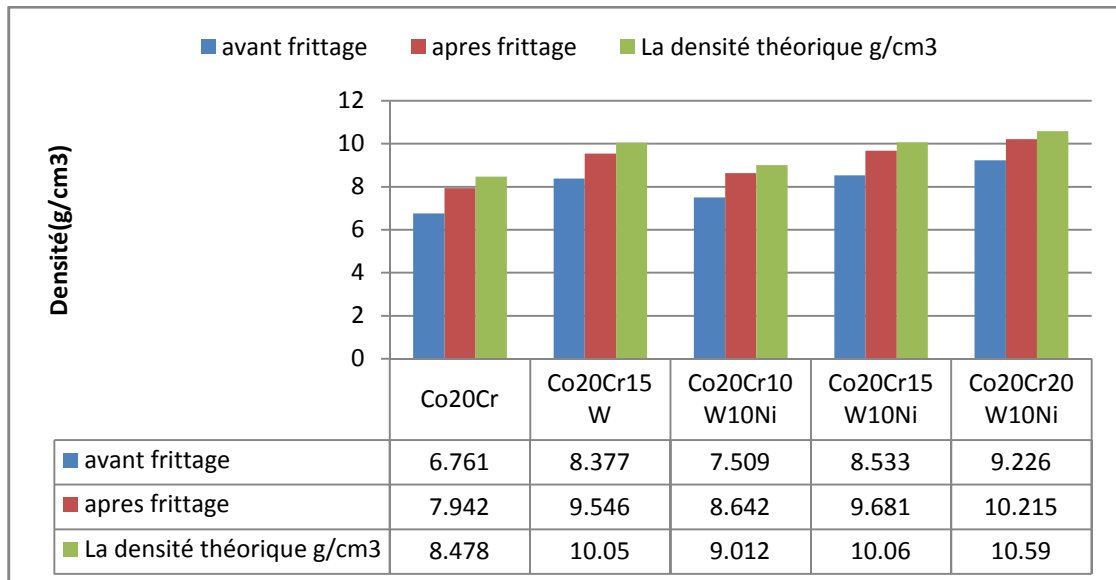


Fig. III.3: Histogramme représente la différence en densité des alliages avant et après frittage sous une pression de compactage de 90kN.

Ainsi, La densité obtenue varie entre (84%) de la densité théorique avant frittage à 95% de la densité théorique après frittage. Ce comportement est tout à fait normal, car la diffusion est strictement dépendante du temps à une température donnée, mais aussi de la pression de compactage.

III.1.4.1 : L'identification des différentes plages par l'EDEX :

Les micrographies obtenues par le M.E.B ont révélé l'existence des phases sombres et d'autres claires *Fig. III.5*.

III.1.4.1.1 : Identification des échantillons à 0%W :

Pour l'alliage (80%Co, 20%Cr, 0%W) on distingue deux zones : une zone grise sombre et une autre grise. Les résultats donnés par l'EDX pour la matrice (zone grise) ont révélé des pics de cobalt, tandis que la phase grise sombre, l'analyse EDX révèle des pics de chrome comme le montre la figure *Fig. III.4*.

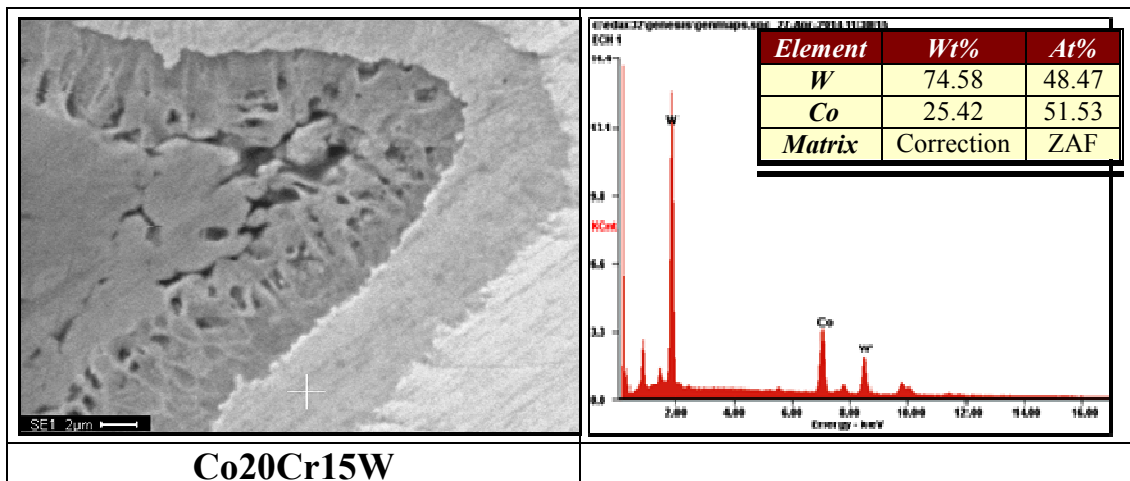
III.1.4.1.2 : Identification des autres échantillons :

Pour ces alliages, on distingue plusieurs phases, une phase grise sombre, une phase blanche, une phase grise claire, et une matrice grise.

Les résultats donnés par l'EDX pour la matrice ont révélé des pics de cobalt et pour la phase blanche des pics de tungstène. En revanche l'analyse de la phase grise claire, montre la présence simultanée de tungstène et de cobalt, symbolisée par les pics respectifs de ces deux éléments. Pour la phase grise sombre, les résultats d'analyse montrent des pics de cobalt et de Nickel comme la montre la figure et pour la phase grise sombre l'analyse EDX a révélé des pics de chrome *Fig. III.4*.

Notant que dans certaines plages de l'alliage *Co20Cr10Ni20W*, l'effet de kerkindall a été constaté qui s'est résulté des vitesses de diffusion inégales du couple W-Ni. [43]

Les diagrammes d'équilibre des phases des systèmes Co-Cr (Annexe A), Co-W (Annexe B), Co- Ni (Annexe C) indique les domaines d'existence des phases en fonction de la concentration et de la température.



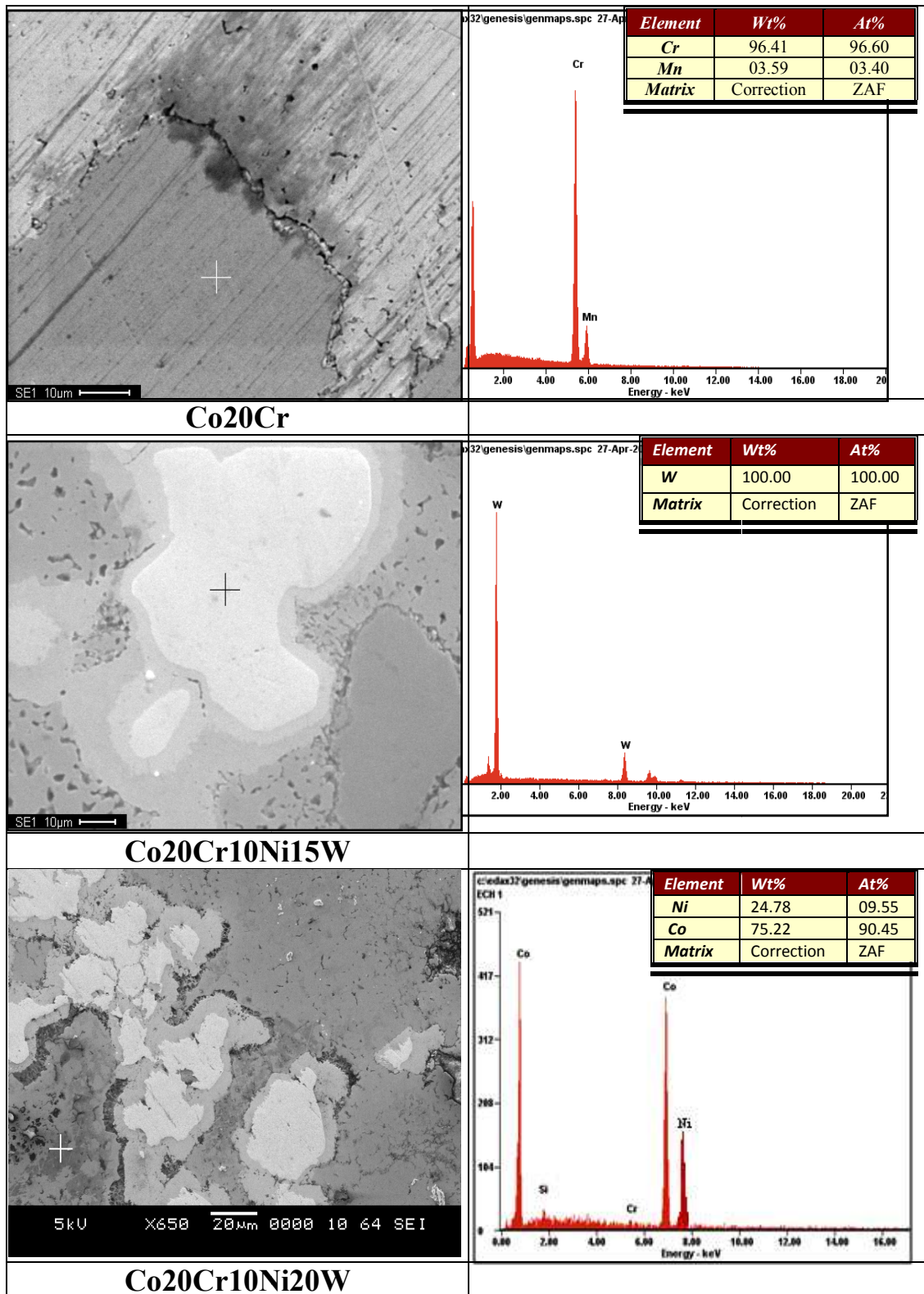


Fig. III.4 : Image MEB et identification par EDX des phases de quelques biomatériaux.

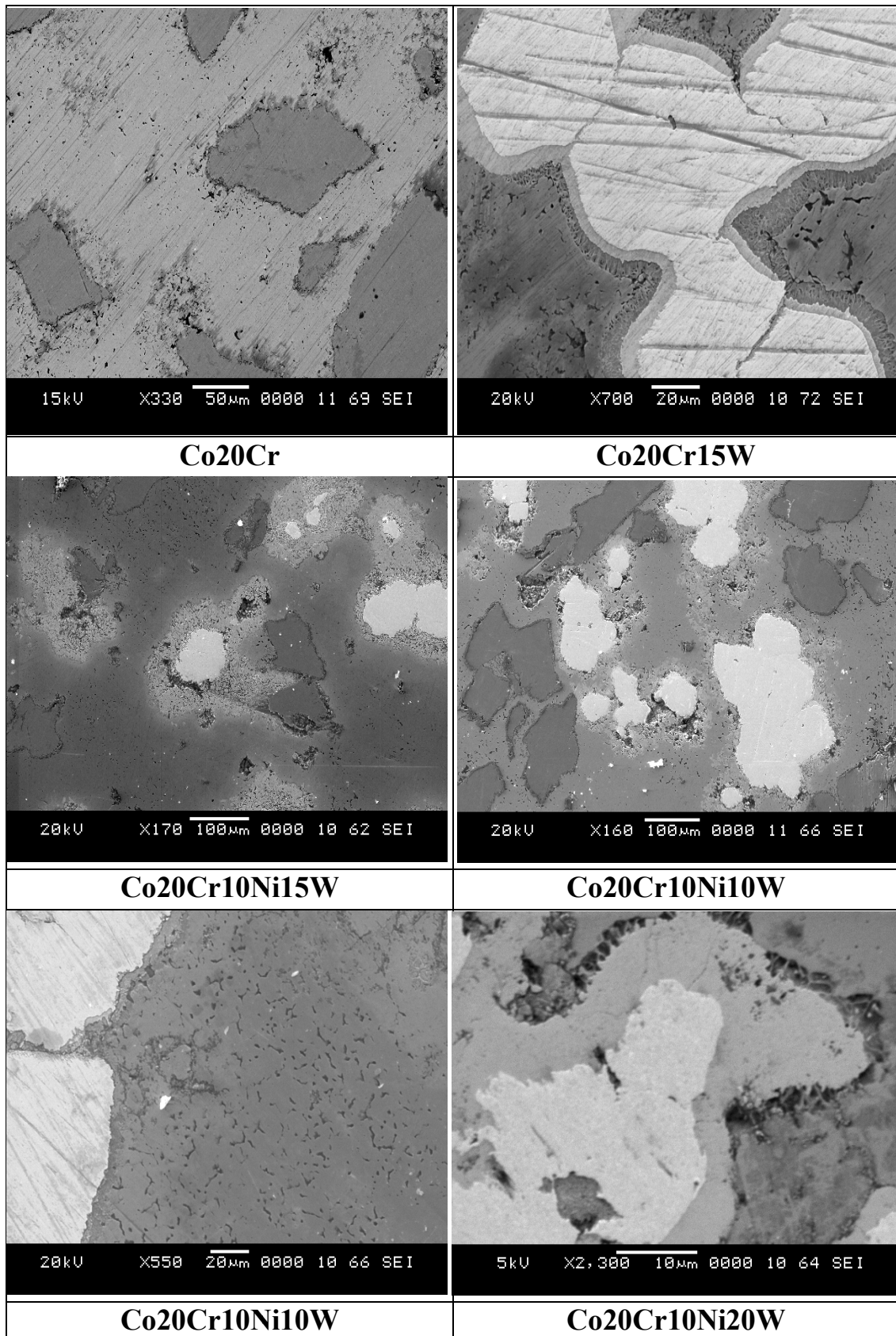


Fig. III.5 : macrographies MEB des alliages élaborés

III.1.4.2 : Influence du frittage sur le taux de porosité.

Les micrographies de la *figure ci dessous (Fig. III.6)* montrent que le frittage des cinq types d'alliages pendant 7h à 1000 C° et une pression de 90 KN a donné des comprimés dont la densité est d'environ 95%.

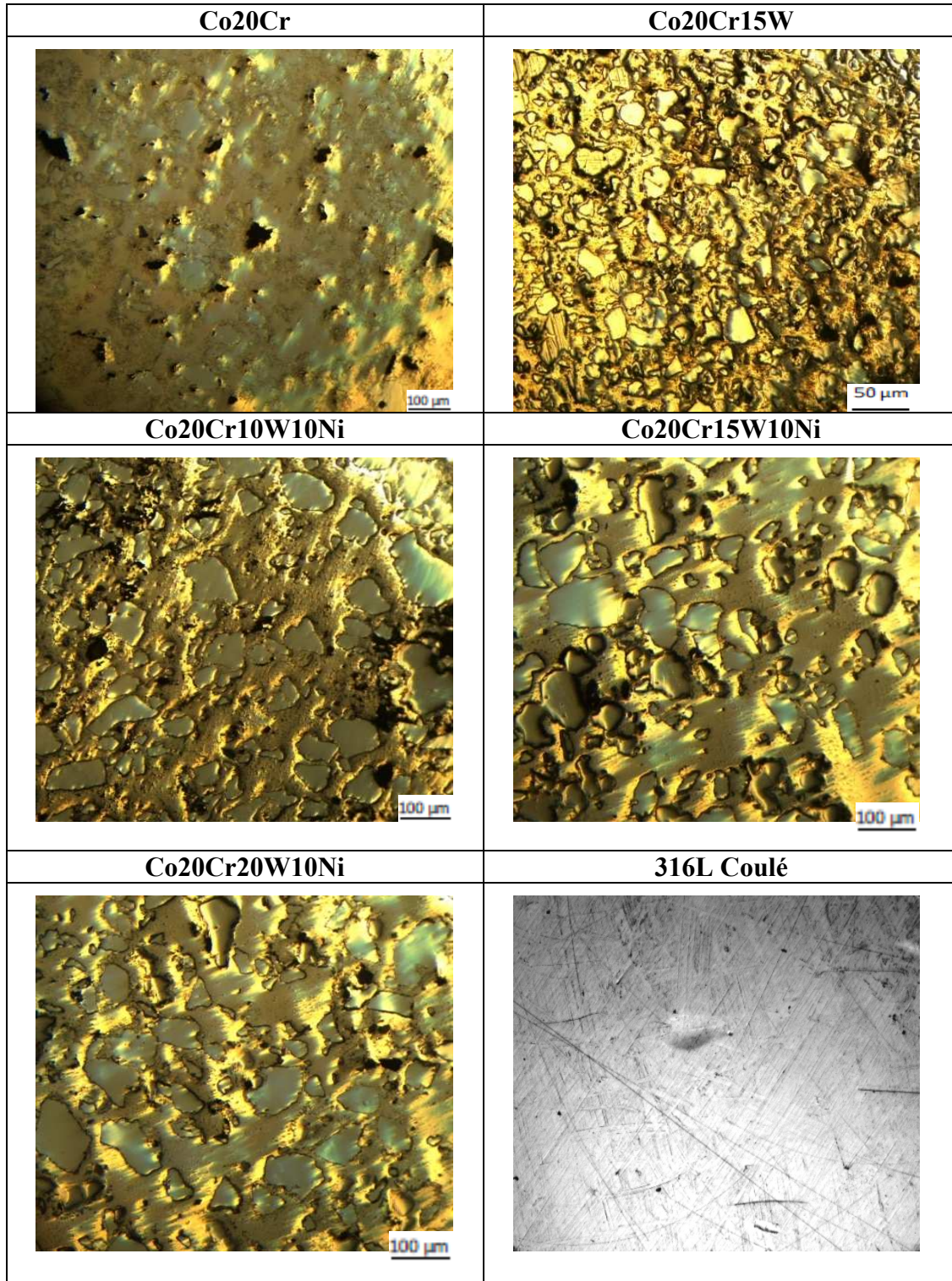


Fig. III.6: micrographies des alliages frittés à 1000 C pendant 7h obtenues sous une pression de compactage de 90KN

Le *tableau III.1.4* regroupe les valeurs des taux de porosité en fonction de la pression appliquée obtenues par analyse d'image pour les cinq types d'échantillons.

Pression	30 KN	60 KN	90 KN
Co20Cr	9,38	7,25	6,32
Co20Cr15W	8,24	6,11	5,01
Co20Cr10W10Ni	6,89	5,19	4,11
Co20Cr15W10Ni	6,37	4,67	3,77
Co20Cr20W10Ni	5,93	4,32	3,54

Tableau III.1.4: Représente l'influence de la charge sur le taux de la porosité (après frittage) %

L'histogramme de la *figure. III.7* montre que le taux de porosité après frittage diminue au fur et à mesure que l'on augmente la pression de compactage.

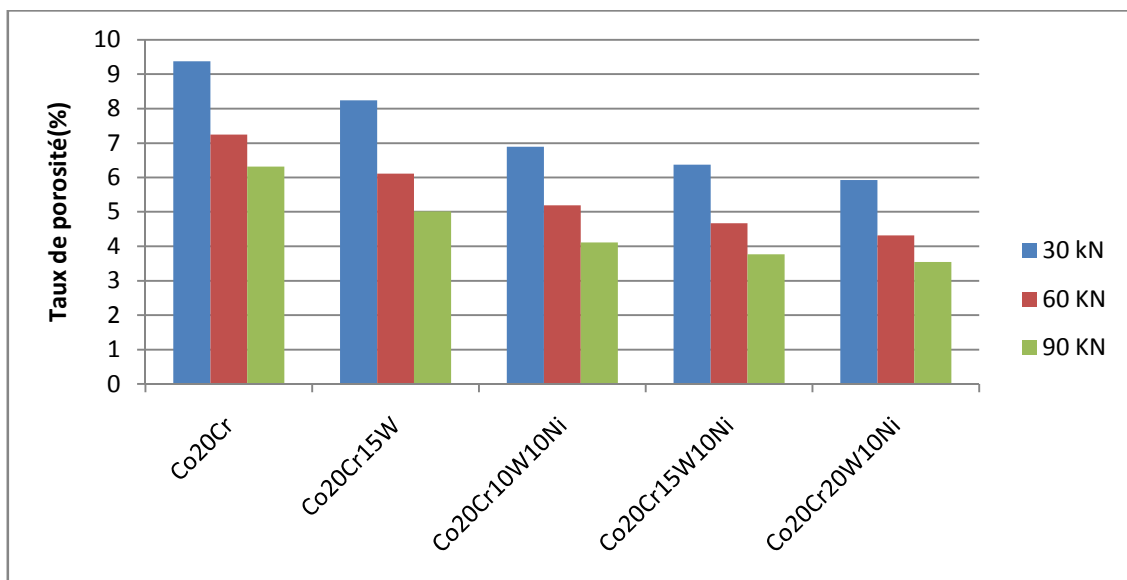


Fig. III.7: Histogramme représente influence de la pression sur le taux de la porosité (après frittage)

En effet, au cours de frittage il y a deux principales énergies qui jouent le rôle le plus important durant le déroulement du processus de frittage :

- L'énergie potentielle liée à l'hétérogénéité du matériau.
- L'énergie de déformation plastique sous forme de densité de dislocation.

L'augmentation de la pression de compactage provoque un écrouissage supplémentaire de la poudre. Cet écrouissage permet d'augmenter la densité des dislocations d'où l'énergie emmagasinée dans le matériau. Ainsi, La libération de cette

énergie pendant le frittage provoque la densification de la poudre, « on parle maintenant de l'énergie de déformation plastique ». En plus, la libération de l'énergie du potentiel chimique liée à l'hétérogénéité des matériaux pendant le frittage provoque le phénomène d'homogénéisation donc l'augmentation de processus de diffusion

III.1.5 : Influence des éléments d'addition (W et Ni)

D'après les courbes de la *figure* ci-dessous (*Fig. III.8*), on constate que :

- 1- En absence du Nickel, le taux de porosité diminue au fur et à mesure que l'on augmente la teneur en Tungstène mais il reste un peu élevé ;
- 2- En présence du Nickel, le taux de porosité est amélioré qu'en absence du Ni et diminue aussi au fur et à mesure que l'on augmente la teneur en Tungstène.

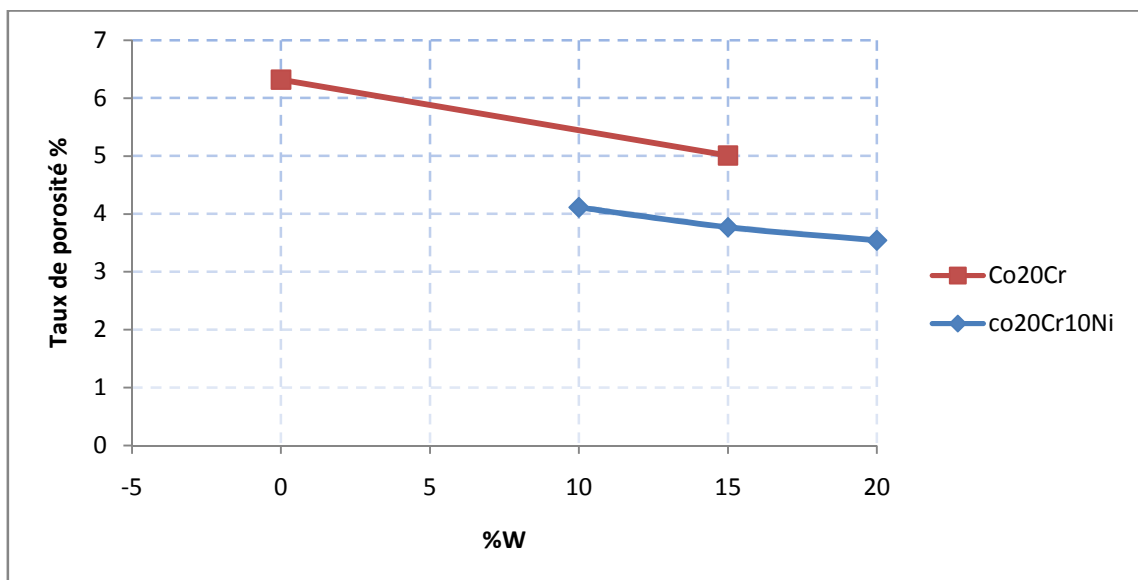


Fig. III.8: courbe représente l'effet du taux de tungstène sur le taux de porosité

En effet, plus le degré d'hétérogénéité est grand, plus le gradient chimique est grand et par conséquent, plus la vitesse de diffusion est grande comme le stipule clairement les théories modernes de la diffusion.

III.1.6 : Influence de la pression sur la microdureté (après frittage)

Le *tableau III.1.5* regroupe les valeurs de la microdureté Vickers en fonction de la pression appliquée obtenues après frittage pour les cinq types d'échantillons.

Charge (KN) nuance	30KN	60KN	90KN
Co20Cr	146,3	256,9	317
Co20Cr15W	309,5	489,5	586,5
Co20Cr10W10Ni	180	306,1	380,6
Co20Cr15W10Ni	242,9	362,8	445,3
Co20Cr20W10Ni	293,2	413	501,2
316L	300		

Tableau III.1.5 : Influence de la pression sur la microdureté (après frittage)

D'après l'histogramme ci-dessous (*Fig. III.9*) la dureté des échantillons augmente au fur et à mesure que l'on augmente la pression de compactage et la teneur en tungstène.

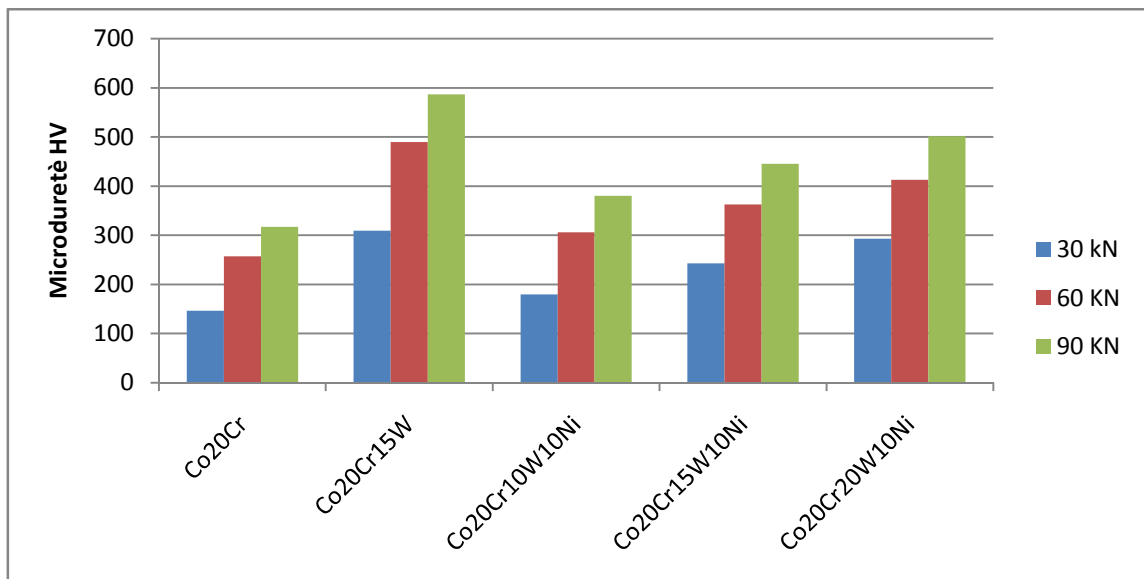


Fig. III.9: Courbe représente influence de la pression sur la microdureté (après frittage)

D'après les résultats précédents concernant l'effet de la pression de compactage sur la densité à vert et sur la densité après frittage, on constate que :

- plus la pression de compactage est grande plus l'échantillon obtenu est plus dense donc plus dur.
- Plus la teneur en tungstène est grande plus la quantité de tungstène diffusée dans la matrice est grande aussi, et comme la dureté du tungstène est grande alors la diffusion de ce dernier dans la matrice de cobalt donne des phases dures.
- La présence de nickel conduit à une diminution importante de la microdureté qui due à la présence des phases tendres formées par le Nickel avec les différents éléments existants en dépit de la diminution du taux de porosité.

III.2 : Etude tribologique

III.2.1 : Introduction

Dans ce paragraphe, nous traitons quelques évolutions typiques du coefficient de frottement. Ce coefficient traduit le rapport de la force tangentielle qui s'oppose au mouvement de glissement à la charge normale appliquée au couple caractérisé ici, par le frottant (bille de nuance 100Cr6) et l'antagoniste : la série d'alliage déjà citée dans les paragraphes précédents.

Avant l'essai, nous avons procédé à faire un traitement de polissage mécanique qui consiste à rendre les surfaces de nos échantillons moins rugueuses que possible qui s'effectue en deux étapes principales. La première étape consiste à polir grossièrement la surface sur des papiers émeris en rotation, à pouvoirs abrasifs décroissants et en présence d'eau. La densité granulométrique des papiers utilisés est de 400, 600, 800, 1000, 1200. La seconde étape consiste à finir le polissage en appliquant la pièce sur des feutres en rotation imbibés d'une suspension d'alumine de 3 μm .

L'enregistrement de l'évolution du coefficient de frottement ainsi que du taux d'usure au cours de l'essai permettent d'avoir une première idée du comportement global du système tribologique testé.

Dans le but d'étudier l'évolution du coefficient de frottement et le comportement générale de nos alliages au frottement et à l'usure, nous avons entrepris des essais à *sec* et sous *lubrification*.

III.2. 2 : Frottement à sec.

III.2.2.1 : Evolution du coefficient de frottement

Les essais ont été réalisés pour une distance de glissement de **250 m**, à une vitesse de **10 cm/s** et une charge normale de **7 N**, ce qui est équivalent à une durée de **45 min** approximativement et ceci pour tous les échantillons.

L'étude du coefficient de frottement μ nous renseigne sur le processus d'usure, principalement en termes de stockage d'énergie ainsi que de formation du troisième corps. L'évolution du coefficient μ permet également d'expliquer la sévérité de l'usure. Deux comportements en frottement différents ont été rencontrés pour la série d'alliage élaborée. Les profils du coefficient de frottement des alliages : *316L*, *Co20Cr* et *Co20Cr10Ni10W* (*figure III.2.1*), évoluent de manière erratique sur des périodes plus ou moins longues.

La phase d'accommodation des surfaces entraîne une augmentation du coefficient de frottement d'une valeur de $0,18$ à une valeur de $0,9$ pour les alliages *316L* et *Co20Cr* successivement au cours des 25 premiers mètres. (**fig. III.2.1.A, B**), et de $0,17$ à $0,4$ pour l'alliage *Co20Cr10Ni10W*, au cours des 20 premiers mètres. Après cette phase d'adaptation des surfaces, le coefficient de frottement de ces alliages peut subir une brusque variation. Une diminution suivie d'une augmentation du coefficient de frottement jusqu'à $0,85$ est observée pour l'alliage *Co20Cr*. A partir de 75 mètres, le coefficient de frottement se fluctue de manière stable à cette valeur. Il peut également légèrement diminuer et se stabiliser à $0,75$. Tandis que, le coefficient de frottement de l'alliage *Co20Cr10Ni10W* continue d'augmenter jusqu'à $0,8$ pour ensuite se stabiliser à environ $0,76$ à partir de 210 mètres, par contre le coefficient de frottement de l'alliage *316L* continue à se fluctuer (augmentation/diminution) jusqu'à la fin de l'essai, son coefficient de frottement moyenne est d'environ 0.6 .

Cependant, Les profils de coefficients de frottement relatifs aux alliages *Co20Cr10Ni15W*, *Co20Cr15W* et *Co20Cr10Ni20W* sont nettement plus stables que ceux du *316L*, *Co20Cr* et *Co20Cr10Ni10W* (**figure III.2.2**)

Le profil de coefficient de frottement relatif au *Co20Cr10Ni15W* présente une période de rodage très longue jusqu'à environ 120 m, ensuite il se stabilise autour de $0,53$ en fin d'essai. En revanche l'alliage *Co20Cr15W* dans ses premiers instants du frottement, son coefficient de frottement augmentent de $0,15$ à $0,7$ au cours des 25 premiers mètres ensuite il évolue de manière régulière pour se stabilise à $0,75$ à la fin d'essai. de même pour l'alliage *Co20Cr10Ni20W*, dans ses premiers instants du frottement, son coefficients de frottement augmente de $0,16$ à $0,8$ au cours des 40 premiers mètres ensuite il évolue de manière régulière pour se stabilise a $0,8$ à la fin d'essai

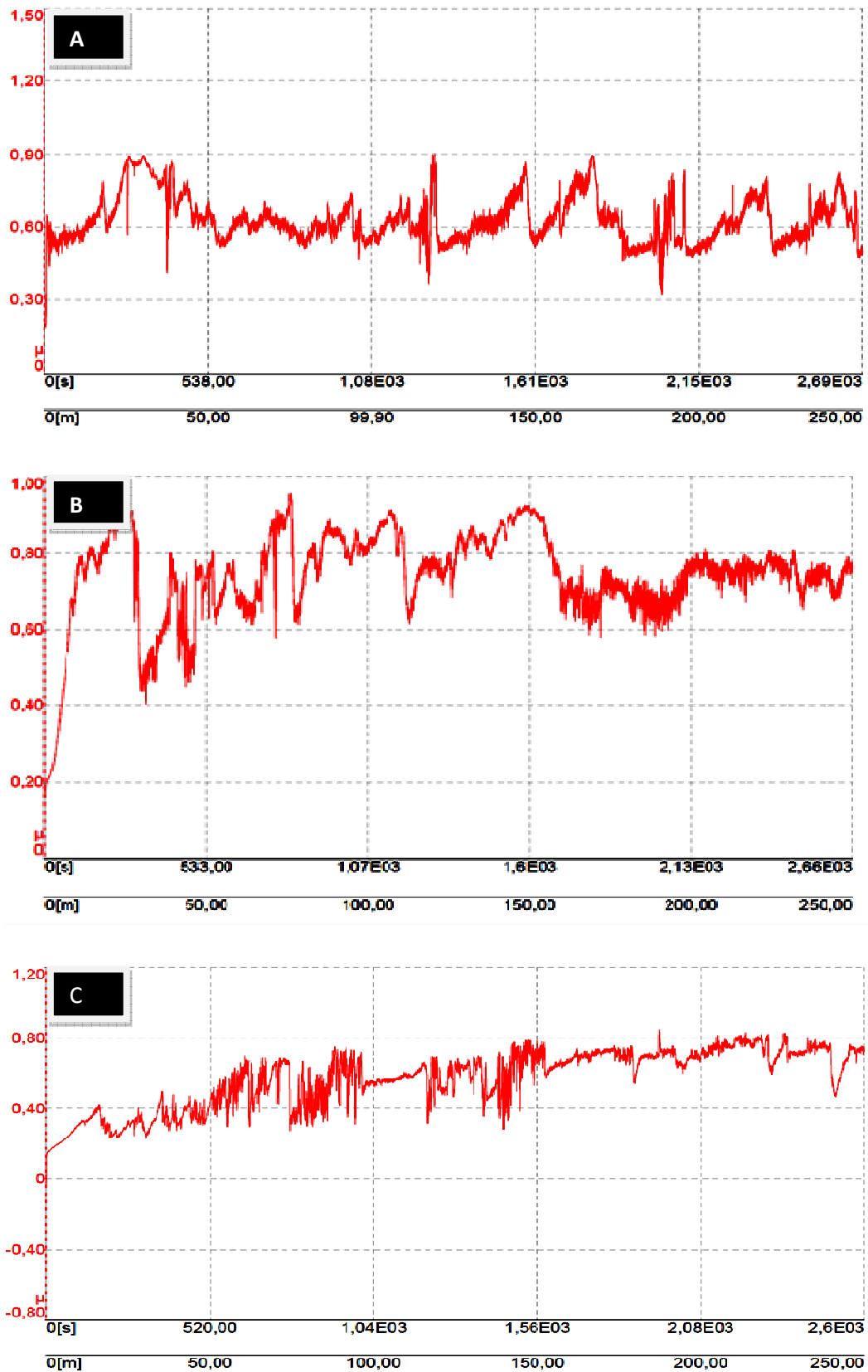


Fig. III.2.1 : Courbes représentent l'évolution des coefficients de frottement :
 A) 316L, B) Co20Cr, C) Co20Cr10Ni10W

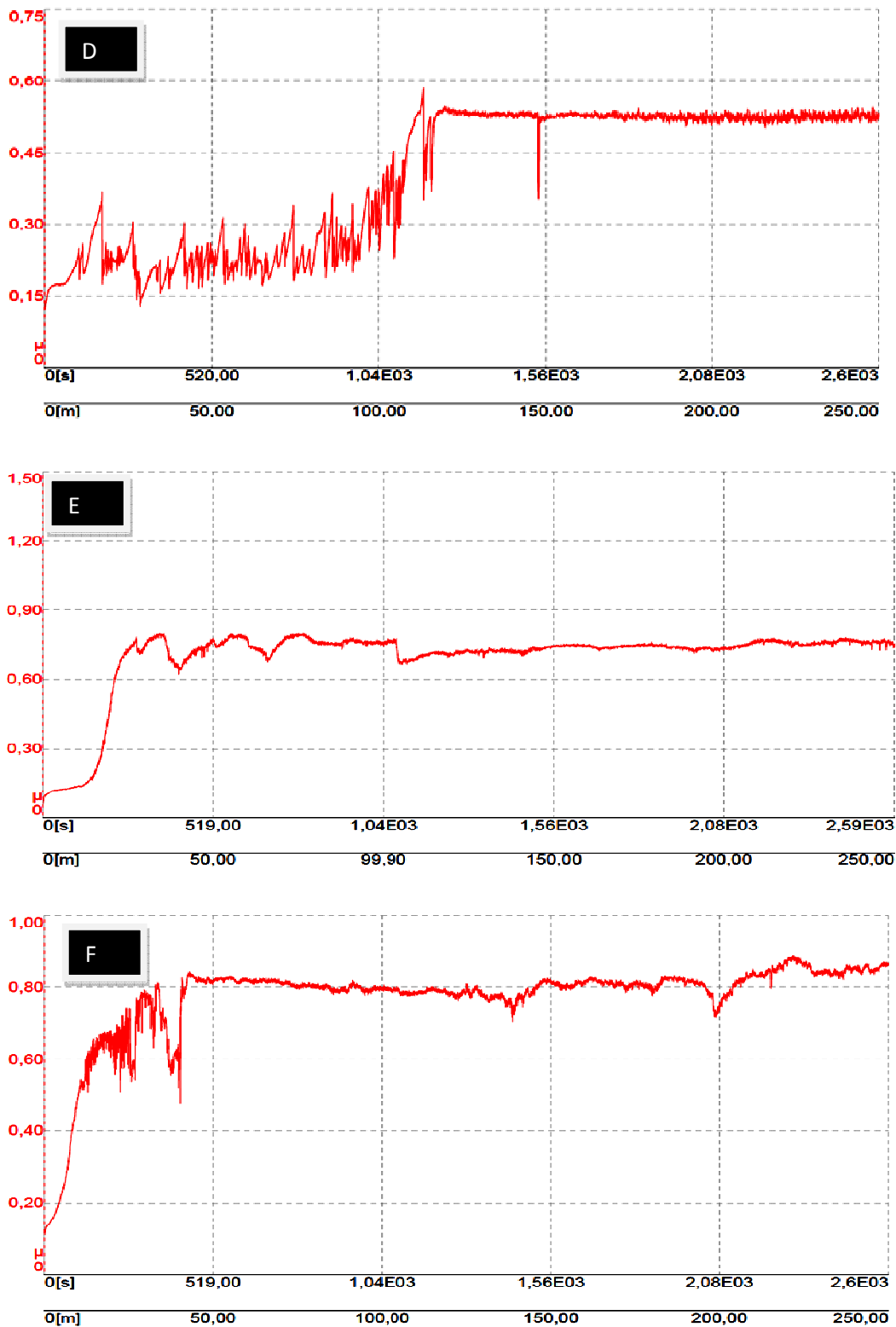


Fig. III.2.2 : Courbes représentent l'évolution des coefficients de frottement : D) Co20Cr10Ni15W, E) Co20Cr15W, F) Co20Cr10Ni20W.

Les observations micrographiques des sentiers d'usure des pastilles confirment les premières analyses tirées des courbes de frottement. En effet, sur la **figure. III.2.3** les pistes d'usures des alliages les moins durs dans lesquelles la densité des phases tendres et ductiles sont importantes: A) 316L, B) Co20Cr, C). Co20Cr10Ni5W sont caractérisées par un arrachement important de la matière (usure sévère) qui se traduit par une chaîne de cavités et des fissurations. Cependant, les pistes d'usures des alliages les plus durs, Co20Cr10Ni15W, Co20Cr15W et Co20Cr10Ni20W sont caractérisées par la présence du troisième corps piégé dans des petites cavités et sur les surfaces (usure douce).

C'est en fait, l'état plus ou moins avancé de l'usure qui va déterminer l'aspect général de la trace. Lorsque les surfaces frottantes des alliages entrent en contact il en résulte une forte adhérence au niveau de leur aspérités, il y a alors création d'un certain nombre de microsoudures ou jonctions superficielles, impliquant l'apparition d'un contact adhésif, le glissement relatif va avoir pour effet de rompre ces soudures au niveau du constituant le moins dur ; et donc il y a transfert de matière d'une surface sur l'autre mais il peut aussi y avoir formation de débris d'usure durcis par écrouissage ou par oxydation.

Les fragments d'usure cisailés sont transférés sur la surface la plus dure, il y a alors frottement du métal le plus tendre sur lui-même. Ainsi, il peut y avoir une protection des surfaces par une couche d'oxydes : [12]

En effet, les fluctuations vues dans les profils des coefficients de frottement des alliages 316L, Co20Cr et Co20Cr10Ni10W **figure.III.2.3.A.BC** correspondent au grippage qui est stimulé par la présence des phases tendres (visqueuelastiques)[19] sous l'action d'une charge suffisamment grande. Ainsi, l'augmentation et la diminution spontanée du coefficient de frottement à un moment donné correspond à la formation d'un trop grand nombre de soudures locales lors du glissement des surfaces frottantes qui ne pourront plus être cisailées et afin que le mouvement reste possible il faut qu'il y ait rupture de ces soudures, et cela est assurée par l'augmentation de la force tangentielle d'où une augmentation spontanée du coefficient de frottement, cependant, la rupture des liaisons a pour conséquence la chute spontanée du coefficient de frottement. Ainsi, dans certains cas la rupture des liaisons est accompagnée par un arrachement massif de la matière sous forme de particules oxydées et écrouies susceptibles de générer une usure par abrasion.

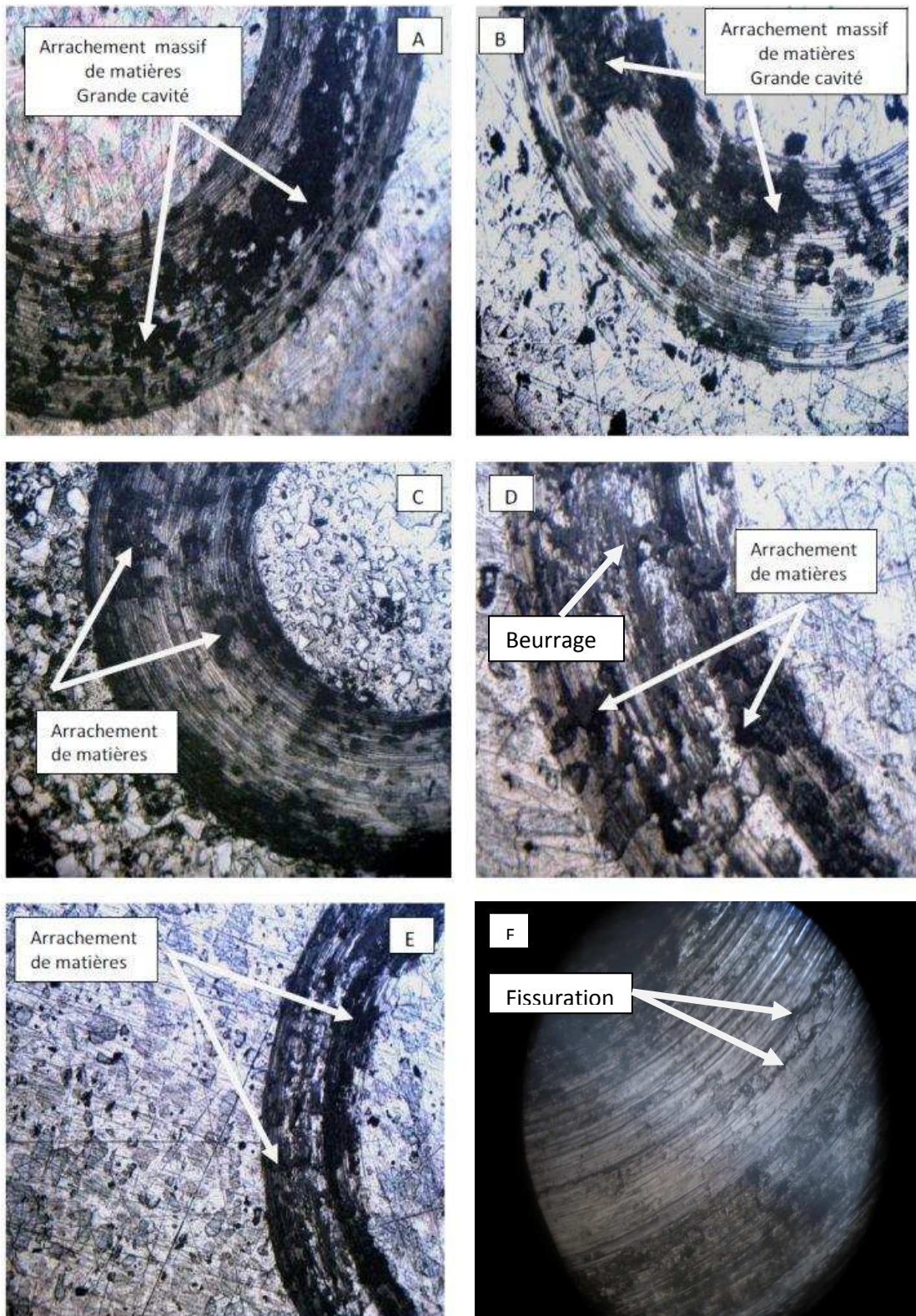


Fig.III.2.3 : micrographies des traces d'usure des alliages élaborés
A: Co20Cr, B: Co20Cr10Ni10W, C: Co20Cr10Ni15W, D: Co20Cr10Ni20W, E:
Co20Cr15W, F: 316L

III.2.2.2 : Evolution du taux d'usure

Le tableau ci-dessous (*Tableau. III.2.1*) met en évidence les résultats obtenus des taux d'usure des alliages entrepris pour une distance de glissement de 250 m, une charge appliquée de 7N et une vitesse de glissement de 10 cm/s .

Alliage	Taux d'usure*10 ⁻⁵ (mm ³ /N/m)
Co20Cr	12,07
Co20Cr15W	2,997
Co20Cr10Ni10W	9,122
Co20Cr10Ni15W	7,295
Co20Cr10Ni20W	2,415
316L	36,74

Tableau. III.2.1 : taux d'usures des alliages pour une charge N=7N et une vitesse V=10 cm/s

L'histogramme ci-dessous met en évidence la corrélation entre le taux d'usure et la microdureté Vickers. D'après cet histogramme, on constate que la relation d'Archard (12) est presque vérifiée; plus la dureté augmente plus le taux d'usure diminue, excepte l'alliage Co20Cr10Ni20W comparé avec celui du Co20Cr15W. [17]

$$V = k \cdot \frac{P \cdot L}{H} \dots\dots\dots(12)$$

Où

V : est le volume d'usure, k : facteur d'usure, P : la charge appliquée. L : distance parcourue. H : la dureté de matériau mou.

Si on réfère à la figure précédente *figure.III.2.3.D*. Un beurrage mécanique a été constaté, et une forte quantité des particules tendres et visqueux-élastiques (constitue des phases de Nickel principalement) est adhéree à la surface, remplis ainsi les pores et les surface entre les piques ce qui provoque la protection de la surface de l'usure et facilite les frottements. Cette remarque n'a pas été constatée dans l'alliage Co20Cr15W.

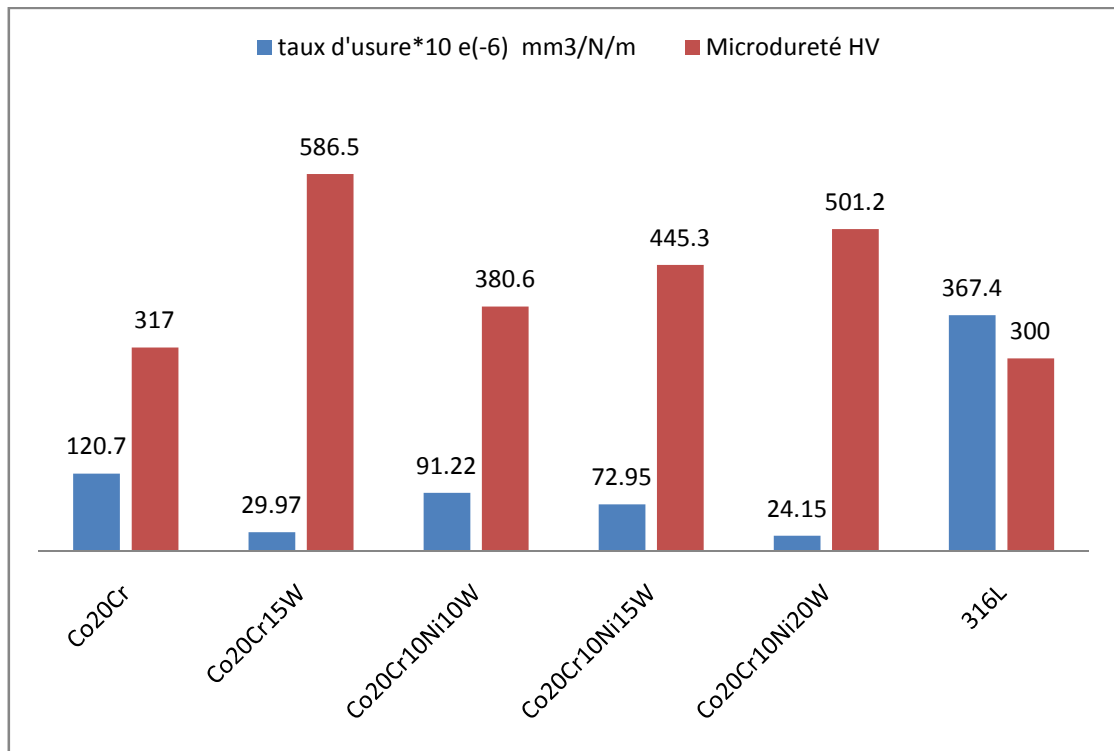


Fig. III.2.4 : Histogramme représente la corrélation entre le taux d'usure et la microdureté HV des alliages élaborés

III.2.3 : Frottement avec lubrification

III.2.3.1 : Evolution générale du coefficient de frottement

Les essais ont été réalisés pour une distance de glissement de **250 m**, à une vitesse de **10 cm/s** et une charge normale de **7 N**, ce qui est équivalent à une durée de **45 min** approximativement et ceci pour tous les échantillons. Cependant, l'évolution du coefficient de frottement enregistrée en cours des essais présente une stabilité durant toute les expériences (*Fig. III.2.5*) et elle est pratiquement la même pour tous les échantillons.

En se basant sur la *figure. III.2.5.A* qui représente l'évolution générale du coefficient de frottement dans le cas du frottement avec lubrification (sérum salé et sérum glucosé), Nous remarquons aux premiers cycles une augmentation rapide du coefficient de frottement pour une distance de glissement environ 15 m, ceci est correspond à un frottement entre les pics (aspérités) des deux antagonistes. Suivie ensuite d'une courte étape jusqu'à 40 m, où la valeur maximale du coefficient de frottement (μ max de 0,53) est atteinte, avec la déformation maximale des aspérités et le piégeage plus important des particules d'usure; puis une diminution du coefficient de frottement peut apparaître (jusqu'à environ 140 m) suite à la formation potentielle d'une couche tribochimique protectrice ainsi qu'un endommagement moindre des aspérités de

contact; et enfin un stade caractérisé par un état quasi stationnaire conduisant éventuellement à des valeurs de coefficients de frottement constantes.

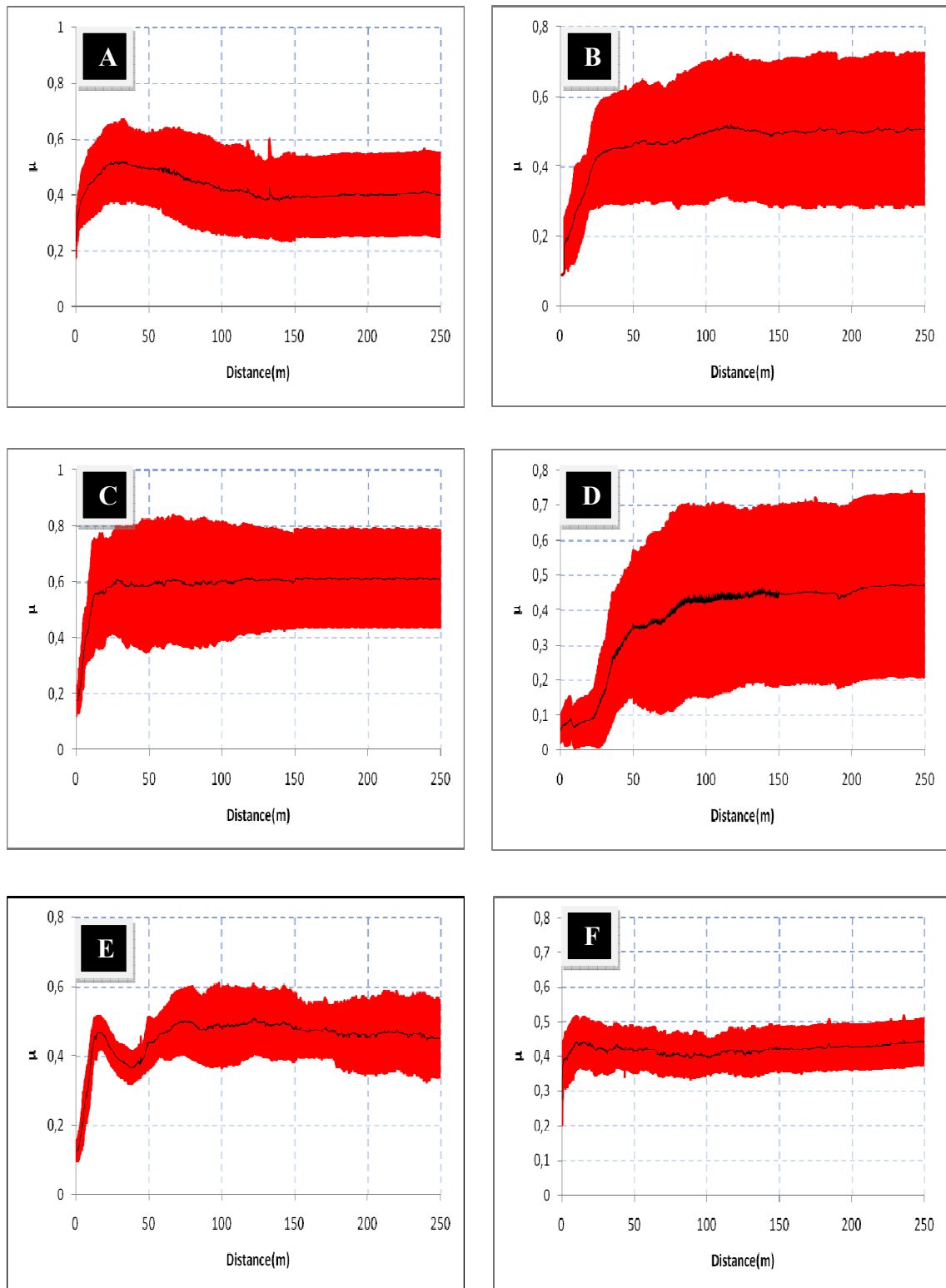


Fig. III.2.5 : l'évolution du coefficient de frottement des alliages en fonction de la distance de glissement **A** : Co20Cr10Ni15W, **B** : Co20Cr15W, **C** : Co20Cr, **D** : Co20Cr10Ni10W, **E** : Co20Cr10Ni20W, **F** : 316L

En effet, la rugosité moyenne Ra est la moyenne arithmétique de tous les écarts du profil de rugosité R par rapport à la ligne moyenne et d'après ces figures, on constate normalement une période de rodage durant laquelle les aspérités des surfaces frottantes se mettent en jeu (**Fig. III.2.5.A** jusqu'à environ 40 m de frottement), donc il y a un contact entre ces aspérités. Par conséquent, l'épaisseur du film lubrifiant (sérum salé et glucosé) est inférieure à la hauteur moyenne des aspérités et ce qui laisse penser en premier instant qu'on est en régime limite.

Dans les dispositifs de remplacement de la hanche, l'une des principales défaillances est due au descellement aseptique de l'implant et cela est lié aux débris d'usure [27,29]. Les débris d'usure lorsqu'ils circulent à proximité de la zone d'usure peuvent être piégés entre les surfaces d'appui, et au cours de ce mouvement, ils accélèrent l'usure par abrasion.

L'observation métallographique des sentiers d'usure (**Fig. III.2.6**) confirme les premières analyses tirées des courbes de frottement, en effet, pour tous les alliages, l'usure est purement abrasive car on a rompu la liaison adhésive métal-métal par l'introduction d'un film lubrifiant (sérum).

D'après les micrographies des traces d'usure de la figure (**Fig. III.2.6**), on constate des sillons formés parallèlement à la direction de déplacement par les aspérités du corps le plus dur (antagoniste ou 3^{ème} corps) où les empreintes (déformation plastique/bourrelets) sont bien visibles à l'issue de ce type de frottement.

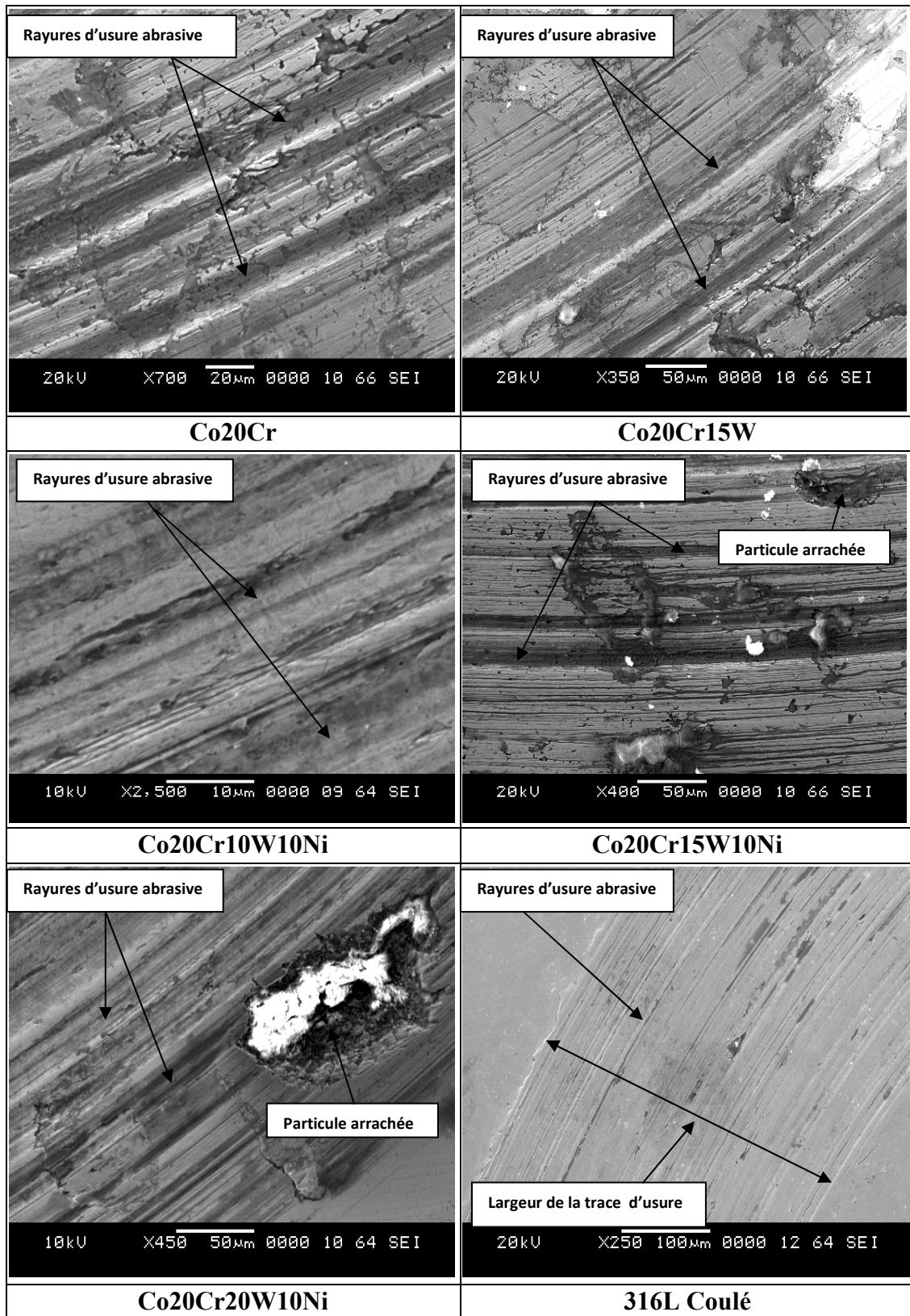


Fig. III.2.6 : Micrographie MEB des traces d'usure des alliages élaborés

III.2.3.2 : Effet de la rugosité initiale

Afin de faire illustrer l'effet de la rugosité initiale sur le comportement tribologique, nous avons procédé à effectuer un autre polissage mécanique par abrasion qui consiste à polir grossièrement les surfaces d'échantillons sur des papiers émeris en rotation, et en présence d'eau. La densité granulométrique de papier utilisé est de **80**.

III.2.3.2.1 : Effet de la rugosité initiale sur le coefficient de frottement

Les essais sur les échantillons rugueux ont été réalisés pour une distance de glissement de **250 m**, à une vitesse de **10 cm/s** et une charge normale de **7 N**, ce qui est équivalent à une durée de **45 min** approximativement et ceci pour tous les échantillons.

L'évolution du coefficient de frottement enregistrée en cours des essais présente une stabilité durant toute les expériences (**Fig. III.2.7**) et elle est pratiquement la même pour tous les échantillons (les autres types voir l'annexe).

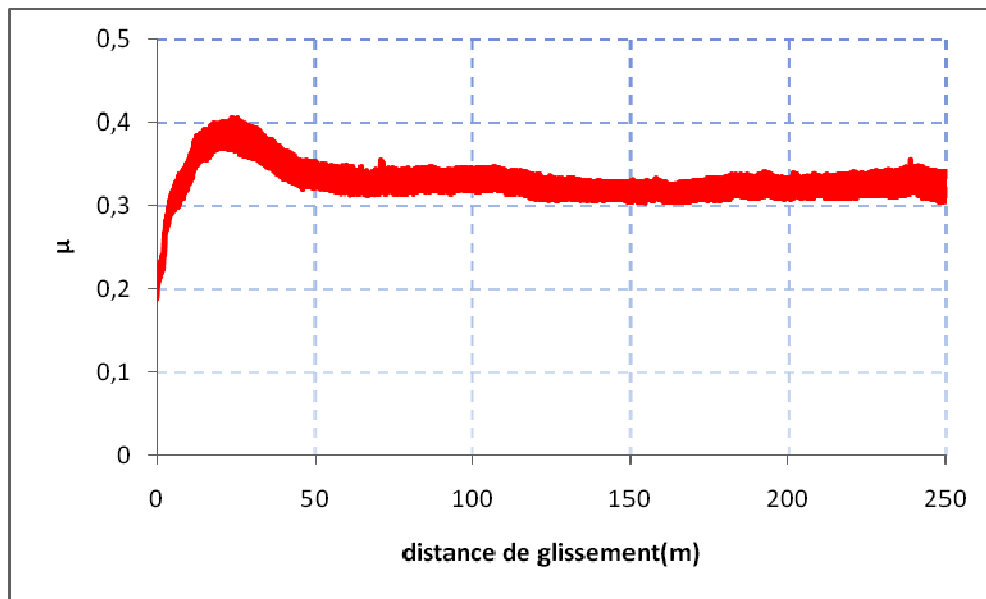


Fig. III.2.7 : l'évolution du coefficient de frottement de $Co_{20}Cr_{10}Ni_{10}W$ en fonction de la distance de glissement

La **figure III.2.8** met en évidence la différence entre les coefficients de frottement moyens de nos échantillons suivant leurs états de surface, on peut constater que pour tous les alliages, le coefficient de frottement pour un état de surface rugueuse est plus inférieur à celui ayant un état de surface fini (faible rugosité) et que plus le taux du renfort (W) augmente plus le coefficient de frottement augmente aussi .

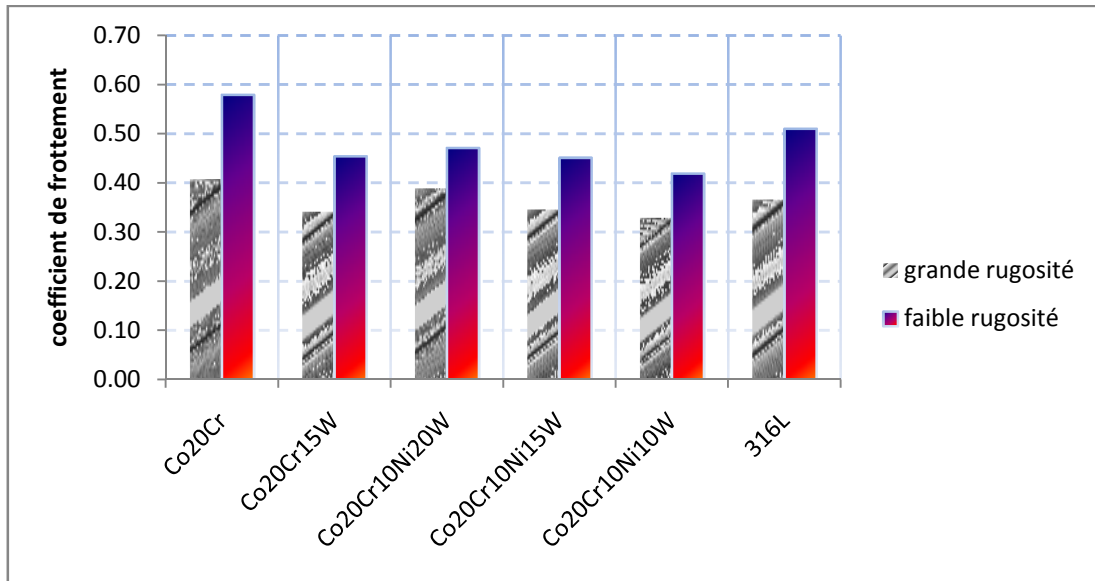


Fig. III.2.8 : Histogramme représente le coefficient de frottement moyen des différents alliages suivant leurs états de surface.

En effet, le fait de polir les surfaces par un papier abrasive grossière 80, cela veut dire qu'on a diminué le nombre des aspérités, par conséquent, une surface réelle de contact faible. Cependant, étant connu que le coefficient de frottement dans un régime sec ou limite, la relation(9) :

$$\mu = F_g / F_n \text{ peut être appliquée [23]}$$

Où :

F_g : est la force de glissement, et F_n : est la charge normale en cours du frottement.

Ainsi, pour une charge normale constante F_n , la diminution de la surface réelle de contact S_r se traduit par une augmentation de la pression de contact P_c sur les aspérités [23]:

$$F_n = P_c \cdot S_r \dots \dots \dots (13)$$

Cela engendre des déformations accrues sur les aspérités d'un côté, de l'autre côté, la force de glissement F_g se relie à la surface réelle de contact par la relation suivante :

$$F_g = \sigma_s \cdot S_r \dots \dots \dots (14)$$

Où

σ_s : est la contrainte de cisaillement des aspérités.

Ou aussi :

$$\mu = \frac{\sigma_s}{P_c} \dots \dots \dots (15)$$

D'où, un coefficient de frottement petit par rapport à des surfaces polies (finies) où la surface réelle de contact est importante.

En revanche, lors du processus de frottement sur les échantillons rugueux, une quantité importante des débris d'usure mouillés (troisième corps) est générée par déformation plastique ou par l'élimination des aspérités par cisaillement avec émission de débris qui se véhiculent au sein de la matrice. Ces débris jouent un rôle des roulements, et aident l'antagoniste à se déplacer. Un exemple typique du rôle de troisième corps a été entrepris *fig. III.2.9*. Lors d'un essai de frottement avec lubrification de l'alliage Co20Cr, l'augmentation du coefficient de frottement pour une distance de glissement de 175 m environ correspond à l'injection directe du liquide lubrifiant sur la trace d'usure dont le but est l'éjection des débris de la trace d'usure.

D.M.Tolstoi [28], à l'issue des essais réalisés sur des éléments métalliques, a proposé de considérer la présence d'un troisième corps interposé entre les deux surfaces en contact sous la forme d'une interface de faible épaisseur, qui influence le frottement suite à son écrasement. Ses résultats montrent que la force de frottement est inversement proportionnelle à l'épaisseur de l'interface, expliquant ainsi en générale la diminution du coefficient de frottement.

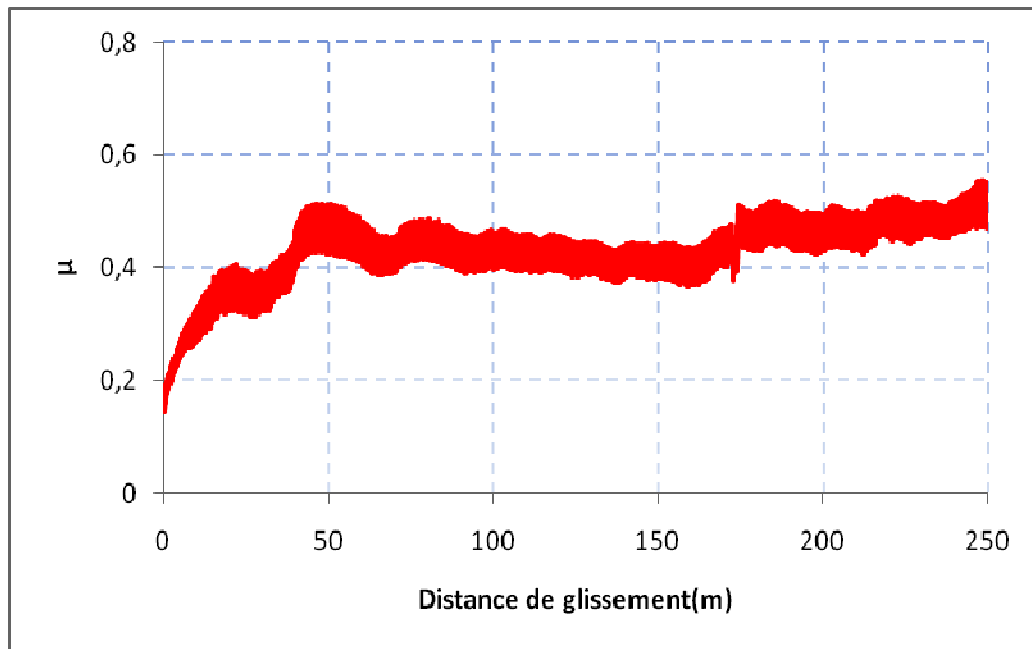


Fig. III.2.9 : l'évolution du coefficient de frottement de Co20Cr en fonction de la distance de glissement

En réalité, le coefficient de frottement dépend de la dureté (plus la dureté d'un matériau donné augmente plus le coefficient de frottement diminue) mais aussi de la topographie des surfaces. Selon rabinowicz, l'influence de la rugosité n'intervient que dans les cas extrêmes, l'état très poli (fortement fin) tend à augmenter le coefficient de

frottement à cause de la croissance de l'aire réelle de contact, de même, l'état fortement rugueux conduit à des coefficients de frottements élevés, cette fois à cause des aspérités de très grandes amplitude qu'il faut surmonter pour que le déplacement continue à se produire. Dans les cas intermédiaires, le frottement est indépendant de la rugosité.

En effet, même après l'opération de la finition, les surfaces des échantillons élaborés par la MDP sont très rugueuses, ces dernières sont constatées très accentuées dans les alliages CoCrNiW, cela est due certainement à la présence de la porosité mais aussi, lors du frottement, la matrice autour des particules de Tungstène s'use plus rapidement, les laissant en relief [13]. L'absence de matière autour de ces particules finit par entraîner leur usure sous forme de débris qui se retrouvent piégés sur la piste d'usure, et de ce fait, plus le taux du tungstène augmente plus le déplacement devient plus difficile, plus le coefficient de frottement devient important.

III.2.3.2.2 : Effet de la rugosité initiale sur le taux d'usure

Le *tableau. III.2.2* ainsi que la *figure III.2.10* mettent en évidence la différence entre les taux d'usure de nos échantillons suivant leurs états de surface, on peut constater que pour tous les alliages, le taux d'usure pour un état de surface rugueuse est plus supérieur à celui ayant un état de surface fini (faible rugosité), ainsi, pour les surfaces les plus rugueuses, plus le renfort (ajout de tungstène) augmente plus le taux d'usure devient important, tandis que pour les surfaces finies (rugosité faible), plus le taux du renfort augmente plus le taux d'usure devient faible (constats pour les alliages contenant le Ni surtout).

	Taux d'usure $\text{mm}^3/\text{N}/\text{m} \cdot 10^{-5}$	
	échantillon rugueux	échantillon poli (fini)
Co20Cr	5,001	2,663
Co20Cr15W	5,786	0,389
Co20Cr10Ni10W	4,549	1,797
Co20Cr10Ni15W	7,160	1,486
Co20Cr10Ni20W	12,743	0,971
316L	16,181	7,794

Tableau. III.2.2 : l'évolution du taux d'usure suivant l'état de surface $V=10 \text{ cm/s}$. $P=7 \text{ N}$

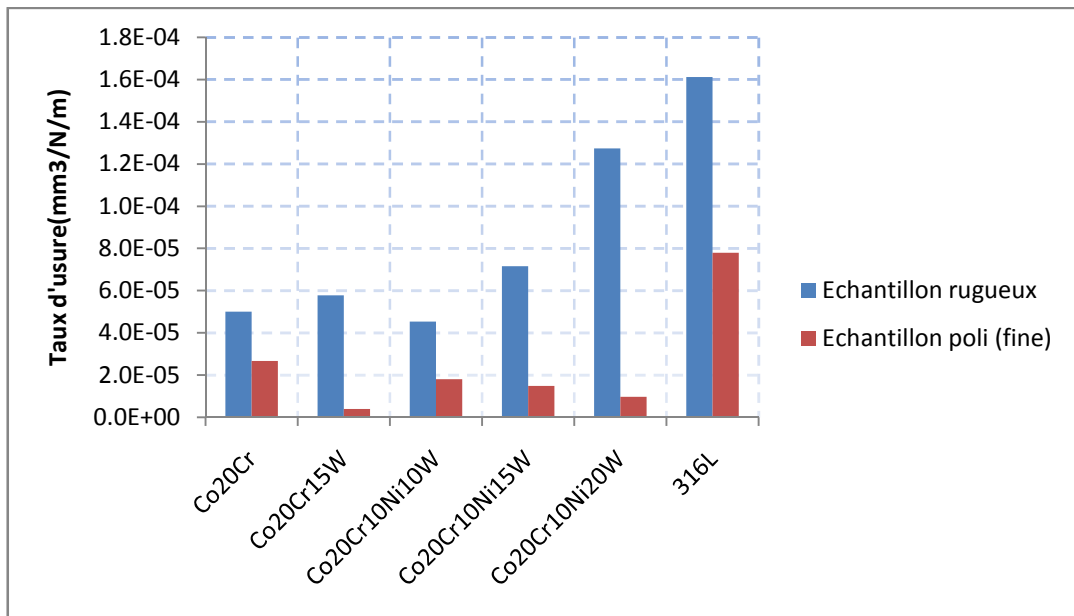


Fig. III.2.10 : l'évolution du taux d'usure suivant l'état de surface $V=10$ cm/s.
 $P=7$ N

En réalité, l'élimination des aspérités se réfère au période du rodage, et comme on a déjà expliqué dans les paragraphes précédents que le fait de polir les surface grossièrement, cela veut dire que on a diminué la surface réelle de contact, ce qui engendre des pressions importantes aux points de contact et, ainsi, des petites forces tangentielles capables de cisailer ou de déformer ces aspérités, or, les aspérités de la surface rugueuse contenant des particules de tungstène W en plus grande quantité sont principalement éliminées, générant des débris grossiers constitués des particules dures et abrasives (particule de W surtout), cela peut être nous permet d'expliquer que l'alliage *Co20Cr10Ni20W*, le plus renforcé, soit le plus usé des alliages CoCr.

En revanche, pour la série d'alliages ayant des surfaces fines (faible rugosité), le facteur dureté est constaté très important, la surface réelle de contact augmente, la pression exercée sur les contacte est petit et, de ce fait, cisailer une aspérité contenant du tungstène apparait très difficile en raison de leurs bonnes cohésion avec la matrice. Par conséquent, l'évolution du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue pour la série d'alliages ayant des surfaces fines nous permet de conclure que plus le taux du renfort augmente plus le coefficient de frottement augmente aussi. , plus le taux du renfort augmente plus la dureté devient importante, cela aussi peut être nous permet d'expliquer que l'alliage *Co20Cr15* le plus dure soit le moins usé et que l'alliage *Co20Cr10Ni20W*, le plus renforcé, soit le moins usé dans la série d'alliage contenant le Ni.

L'alliage témoin 316L qui se caractérise par une dureté faible (**Fig. III.2.4**), présente une résistance à l'usure la plus faible par rapport aux alliages *CoCr* (**Fig. III.2.10**). dans les deux cas d'état de surface étudiées

Etant connue que le volume d'usure augmente avec la taille des particules, ce qui laisse penser que une quantité non négligeable des particules arrachées de leurs aspérités contenant le tungstène, leurs tailles sont comparables à celles introduite lors l'élaboration des échantillons par la métallurgie des poudres où la taille des particules de W était la plus grande de toutes les particules ($D_m=104 \mu m$). cela peut être aussi nous permet à expliquer pourquoi le taux d'usure de l'alliage *Co20Cr* chute seulement de 45% pour une surface fini par rapport à une surface rugueuse, tandis que l'alliage *Co20Cr15W* chute de 90% . Aussi bien que la porosité est un facteur non négligeable, plus la porosité augmente plus la surface réelle de contact diminue plus la pression exercée au niveau des contacts devient importante.

III.2.3.3 : Effet de la charge

III.2.3.3. 1 : Effet de la charge sur le coefficient de frottement

La variation des coefficients de frottement en fonction de la charge normale appliquée dans les conditions de frottement lubrifiés et de vitesse de glissement constante de l'acier inoxydable austénitique type *316 L* et l'alliage *Co20Cr10Ni10W* est mise en évidence dans les figures ci-dessous (*Fig. III.2.11* , *Fig. III.2.12*).

On peut constater que plus on augmente la charge plus le coefficient de frottement des deux alliages diminue. Il est très clair pour l'alliage *Co20Cr10Ni10W* que l'acier inoxydable austénitique type *316 L*.

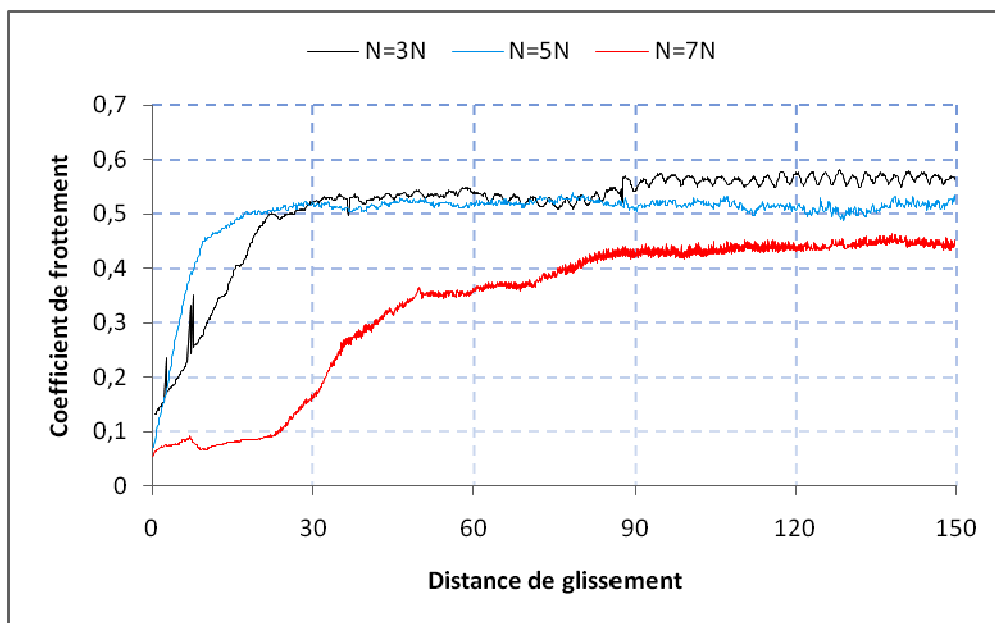


Fig. III.2.11 : courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de *Co20Cr10Ni10W* en fonction de la distance de glissement $V=10 \text{ cm/s}$

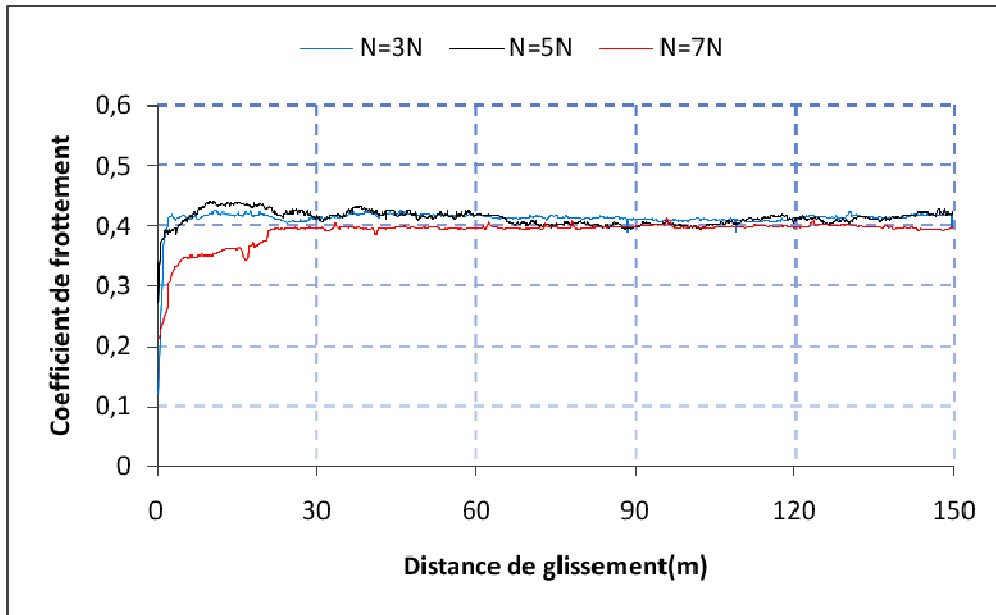


Fig. III.2.12 : courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de 316l en fonction de la distance de glissement $V=10\text{ cm/s}$

La figure III.2.13 démontre l'évolution des coefficients de frottements moyens en fonction de la charge appliquée au cours des essais de frottement avec lubrification à une charge de glissement constante. On constate clairement que pour une augmentation de la charge de 3 à 7N, le coefficient de frottement moyen de l'alliage $Co20Cr10Ni10W$ chute de 18%. Cependant pour l'acier inoxydable austénitique type 316L, son coefficient de frottement moyen chute approximativement de 6% pour la même augmentation en charge.

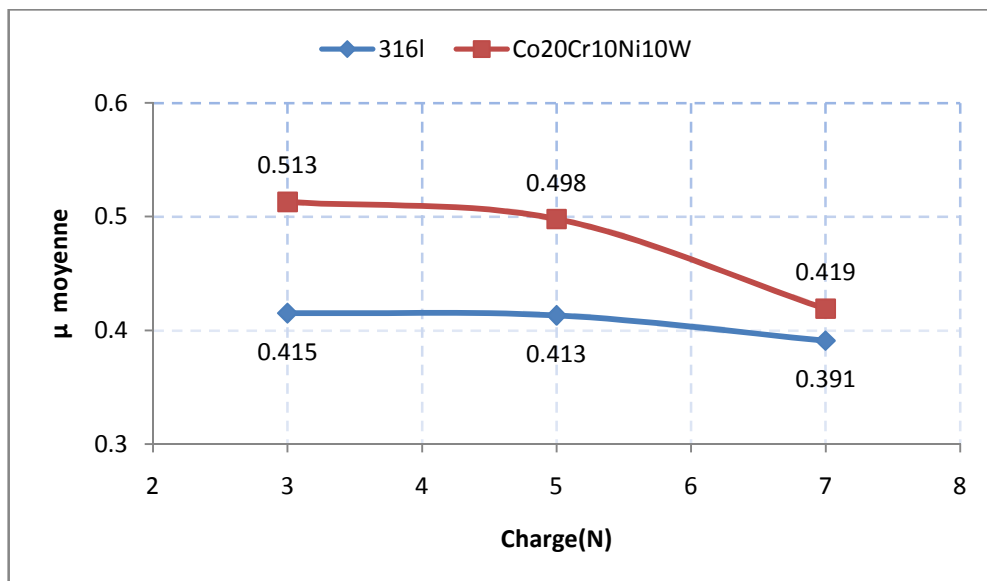


Fig. III.2.13 : courbe représente l'évolution des coefficients de frottement moyen de 316l et $Co20Cr10Ni10W$ en fonction de la charge appliquée $V=10\text{ cm/s}$

En effet, pour une vitesse de glissement constante, la variation de coefficient de frottement en fonction de l’effort normal dans le cas des frottements lubrifiés est inversement proportionnelle à la charge appliquée donnée par la relation suivante : [22]

$$\mu \propto \frac{\eta \cdot v_g}{P} \dots\dots\dots(16)$$

Où : μ : est le coefficient de frottement, η : la viscosité de lubrifiant, v_g : la vitesse de glissement, P : la charge appliquée.

Etant donné que, à une vitesse de glissement constante, la température entre les surfaces augmente autant que la charge augmente, et la viscosité de lubrifiant diminue avec l’augmentation de la température.

Par conséquent, le coefficient de frottement diminue quand la charge appliquée augmente. Outre, pour une charge faible, les débris créés dans le contacte ne sont pas très sollicités, ils ont donc tendance à être en petite quantité [18]. Par conclusion, le coefficient de frottement augmente.

Cependant, pour une charge élevée, la sollicitation augmente et l’épaisseur des débris créés entre les surfaces frottantes aura tendance à être épaisse d’où un coefficient de frottement petit.

III.2.3.3. 2 : Effet de la charge sur le taux d’usure

L’évolution de l’effet de la charge sur la résistance à l’usure des alliages *316L* et *Co20Cr10Ni10W* pendant l’essai d’usure est mise en évidence par le **tableau III.2.3** ainsi que la figure **III.2.14**. On peut constater que pour l’alliage *316L*, une augmentation de la charge de 3 à 7N engendre une augmentation de 80% du taux total d’usure. Cependant l’alliage *Co20Cr10Ni10W* présente une augmentation du taux d’usure de 75 % seulement pour une même augmentation en charges.

	Taux d’usure mm ³ /N/M .10 ⁻⁵		
	3N	5N	7N
316l	2,663	3,346	4,79
Co20Cr10Ni10W	1,023	1,124	1,797

Tableau. III.2.3 : représente l’effet de la charge sur la résistance à l’usure des alliages *316L* et *Co20Cr10Ni10W* pour une vitesse de glissement V=10 cm/s

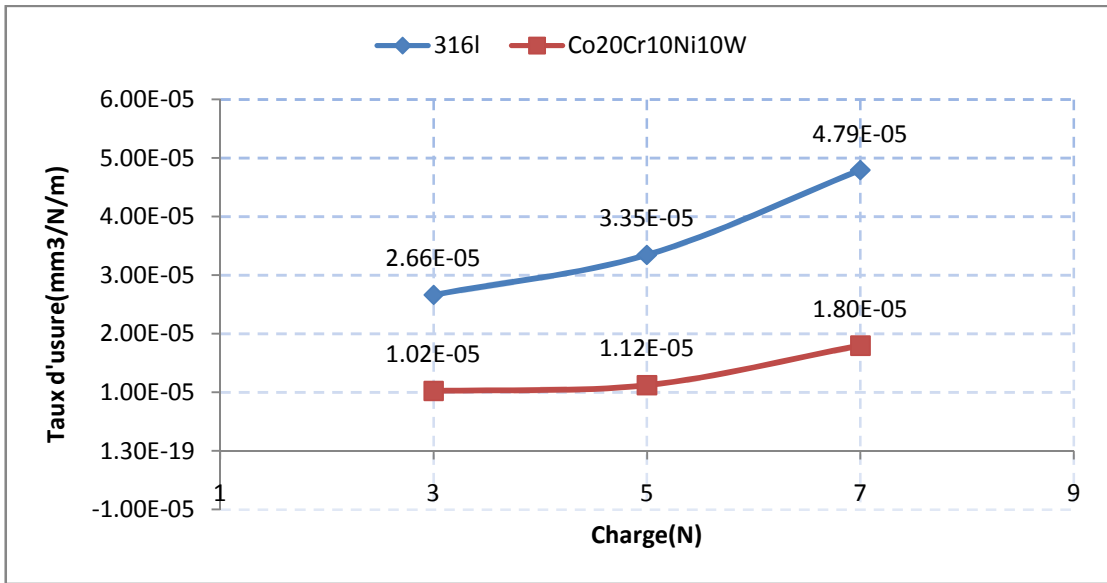


Fig. III.2.14 : représente l’effet de la charge sur la résistance à l’usure des alliages 316L et Co20Cr10Ni10W pour une vitesse de glissement V=10 cm/s

Rabinowicz et al, par le model d’une abrasion par une aspérité dure conique donnent une quantification du volume d’usure par la relation suivante :[22]

$$V = K \frac{P.L}{H} \dots\dots\dots(17)$$

Où :

V : est le volume d’usure, k : constant dépend de l’angle d’attaque, P : la charge appliquée. L : distance parcourue. H : la dureté de matériau mou.

A partir de cette relation, on peut constater que le matériau le plus dur a tendance à avoir un volume d’usure le plus bas. Le cas de nos alliages où la dureté de Co20Cr10Ni10W est supérieure à celle de 316L.

En effet, l’augmentation de l’effort normal a pour conséquence la diminution de l’épaisseur de film de lubrifiant établie entre les surfaces frottantes, où les surfaces se mettent en contact par leurs aspérités, ainsi ces aspérités se multiplient par l’effet de l’augmentation de la charge normale, et se déforment plastiquement donnant naissance à une grande quantité des débris d’usure.

III.2.3.4 : Effet de la vitesse de glissement

III.2.3.4.1 : Effet de la vitesse de glissement sur le coefficient de frottement

La variation des coefficients de frottement en fonction de la vitesse de glissement dans les conditions de frottement lubrifié et d'une charge constante des alliages $Co20Cr10Ni15W$ et $Co20Cr10Ni20W$ est mise en évidence dans les figures ci-dessous (Fig. III.2.15, Fig. III.2.16).

On peut constater que les courbes de coefficient de frottement pour les alliages concernés présentent des périodes de rodage plus ou moins différents pour chaque vitesse de glissement et tendent à se stabiliser vers environ 130 m de glissement.

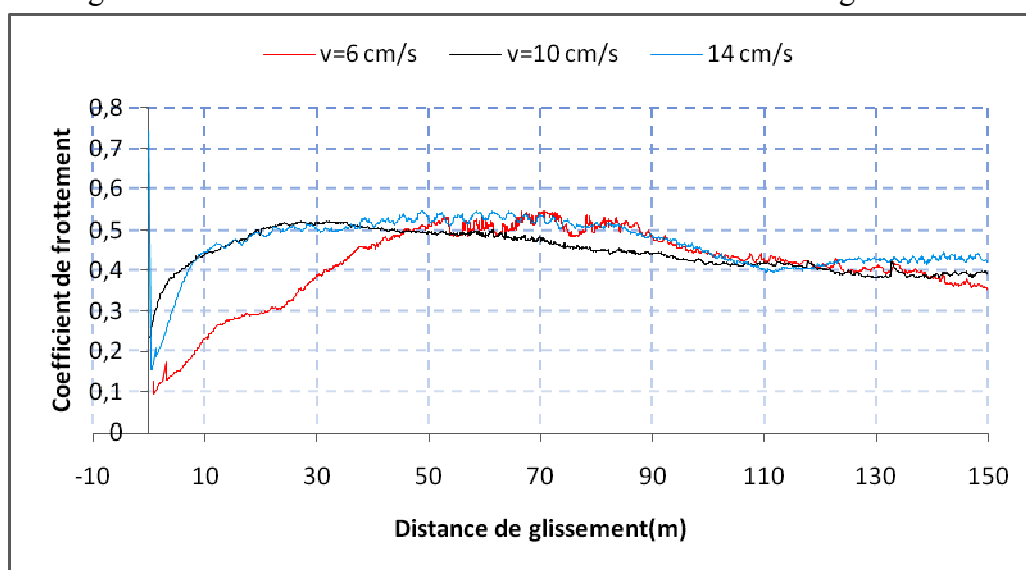


Fig. III.2.15 : courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de $Co20Cr10Ni15W$ en fonction de la distance de glissement $P=10 N$

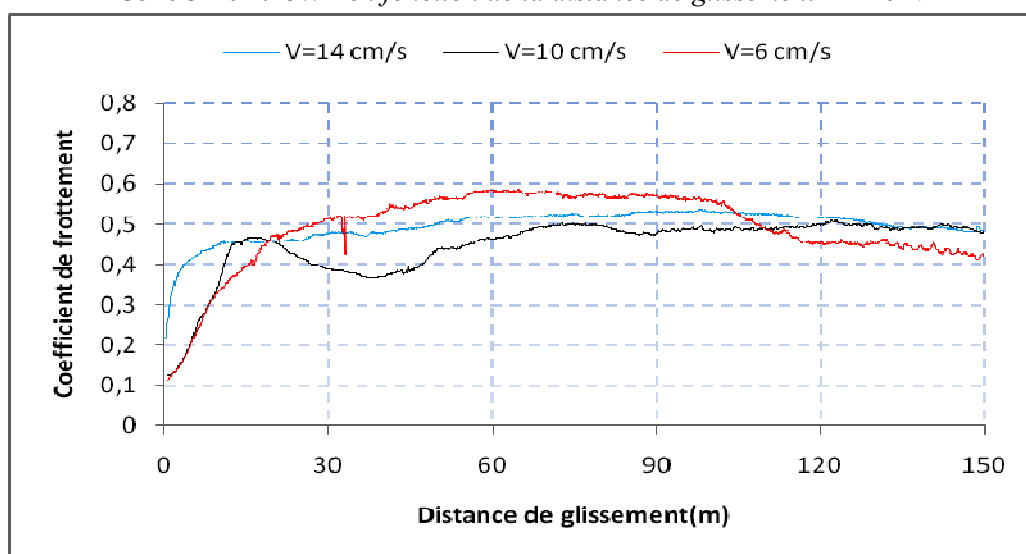


Fig. III.2.16 : courbe représente l'évolution du coefficient de frottement de $Co20Cr10Ni20W$ en fonction de la distance de glissement $P=10 N$

La **figure III.2.17** illustre la variation de coefficient de frottement moyen en fonction de la vitesse de glissement pour les alliages *Co20Cr10Ni15W* et *Co20Cr10Ni20W* dans les conditions de frottement lubrifié et d'une charge constante.

On peut constater que, à une charge appliquée de 7N, le coefficient de frottement moyen de l'alliage *Co20Cr10Ni15W* augmente autant que la vitesse de glissement augmente. Cependant, pour l'alliage *Co20Cr10Ni20W*, son coefficient de frottement tend à se diminuer de 4,5% pour une augmentation de la charge de 3 à 5N, puis il augmente de 5% pour une augmentation de la charge de 5 à 7N.

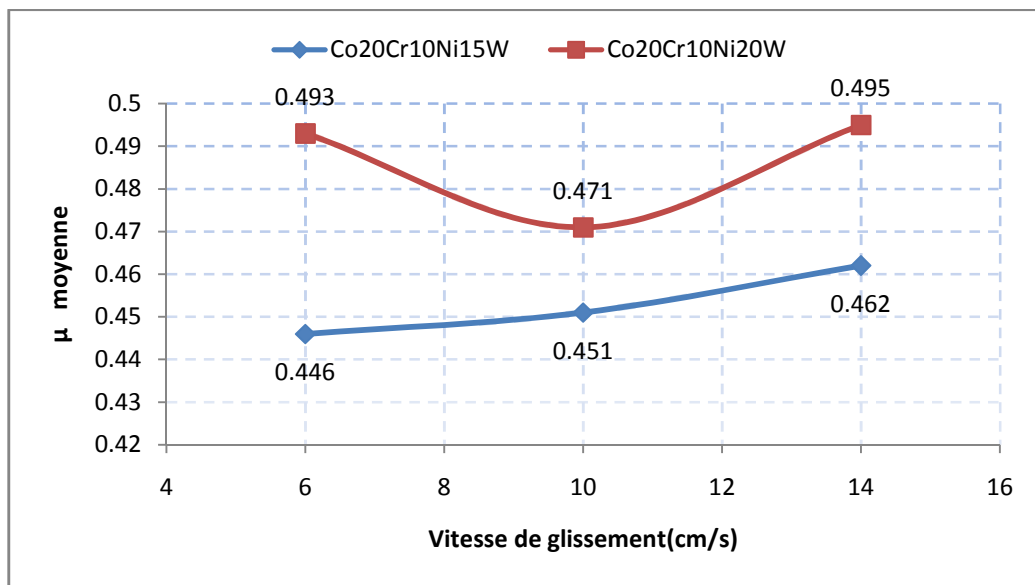


Fig. III.2.17 : courbe représente l'évolution du coefficient de frottement moyen en fonction de la vitesse de glissement $P=7\text{ N}$

En effet, dans la relation(16) : $\mu \propto \eta \cdot V/P$, la rugosité initiale des surfaces ne devrait pas influencer la valeur du coefficient de frottement, mais, dans nos courbes de l'évolution de coefficient de frottement, on constate normalement une période de rodage durant laquelle le coefficient de frottement est lié à la rugosité initiale. Par conséquent, la relation liée au coefficient frottement est valable pour un état stable, où le coefficient de frottement reste inchangé (stable). C'est le cas de nos courbes après une distance de glissement environ 130 m, (**fig. III.2.15** et **fig. III.2.16**).

Outre, pour une vitesse de glissement faible, les débris créés dans le contacts sont très sollicités dues à leur quantité qui est suffisamment grande par rapport à une grande vitesse de glissement [18]. Par conclusion, le coefficient de frottement diminue. Aussi bien que, pour une vitesse élevée, la sollicitation diminué et la quantité des débris créés entre les surfaces frottantes aura tendance à être éjectée d'où un coefficient de frottement grand.

Cependant, le coefficient de frottement moyen de l’alliage *Co20Cr10Ni20W* pour une vitesse de glissement $V=6\text{ cm/s}$ n’obéi pas à la relation (16) : $\mu \propto \eta \cdot V/P$. nous pensons que pour des distances de glissement plus supérieures à celles entreprises, le coefficient de frottement de cette alliage aura tendance à obéir.

III.2.3.4.2 : Effet de la vitesse de glissement sur le taux d’usure

Nous avons effectué des essais de frottement à trois vitesses différentes 6,10 et 14 cm/s. L’évolution de l’effet de la vitesse de glissement sur la résistance à l’usure des alliages *Co20Cr10Ni15W* et *Co20Cr10Ni20W* pendant l’essai d’usure est mise en évidence par le **tableau. III.2.4** et la **figure** ci dessous **Fig. III.2.18**. On peut constater que pour une augmentation de la vitesse de 6 à 10 cm/s le taux total d’usure de *Co20Cr10Ni15W* et *Co20Cr10Ni20W* chute de 30% et 50% respectivement. Cependant, pour une augmentation encore de la vitesse de 10 à 14 cm/s, leur taux d’usure commence à augmenter de 35% pour l’alliage *Co20Cr10Ni15W* et de 23% pour l’alliage *Co20Cr10Ni20W*.

Taux d’usure $\text{mm}^3/\text{N/m} \cdot 10^{-5}$			
Vitesse cm/s	6	10	14
Co20Cr10Ni20W	1,961	0,971	1,199
Co20Cr10Ni15W	2,140	1,486	2,009

Tableau. III.2.4 : représente l’évolution du taux d’usure en fonction de la vitesse de glissement $P=7\text{ N}$

La mécanique des films fluides minces (associée à la résolution de l’équation de Reynolds) permet de retrouver tous les résultats expérimentaux de ce mode de lubrification: notamment la relation de proportionnalité existant entre l’épaisseur du film en un endroit donné et le produit de la viscosité par la vitesse [17]:

$$h = k \cdot \eta \cdot v \dots\dots\dots(18)$$

Ou :

h: est l’épaisseur du film fluide, k : constant, η : la viscosité du film fluide, v : la vitesse de l’écoulement.

Par conséquent, pour chaque augmentation de la vitesse, on aura une augmentation de l’épaisseur du film fluide, d’où une usure faible.

En revanche, à faible vitesse de glissement, les débris créés dans le contacts sont très sollicités, ils sont donc peu évacués et leur création et ainsi réduite. Ces débris en parvenant à se maintenir réduisent l’usure de nos alliages.

A vitesse élevée, la majorité des particules d'usure est éjectée hors du contact ce qui empêche leurs recyclage. L'éjection des débris hors des contacte implique que d'autres vont se créer au détriment des surface frottantes qui seront de nouveau mises à contribution. L'instabilité de ces particules, provoque l'augmentation de l'usure de nos alliages.

Outre, pour chaque augmentation de la vitesse de glissement la température entre les surfaces frottantes augmente, et la viscosité de lubrifiant diminue avec l'augmentation de la température, d'où une réduction de l'épaisseur de film fluide, donc une usure sévère.

En vue de la complexité des phénomènes qui se déroulent entre les surfaces frottantes en présence du filme lubrifiant, Nous pensons que la vitesse de 10 cm/s, représente le minimum (vitesse critique) [22] des endommagements établis entres les surfaces frottantes.

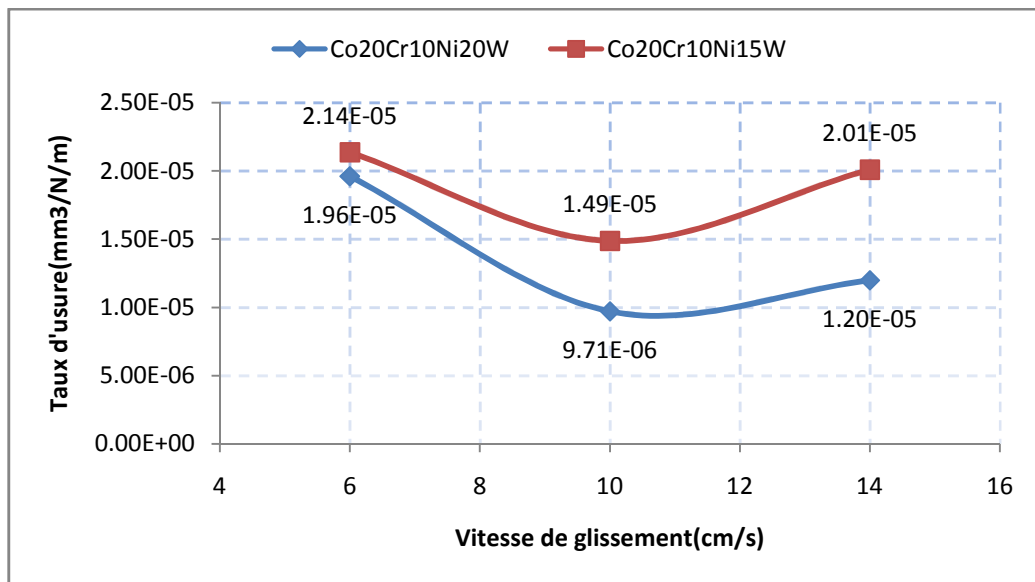


Fig. III.2.18 : courbe représente l'évolution du taux d'usure en fonction de la vitesse de glissement $P=7\text{ N}$

Le *Tableau. III.2.5* récapitule et résume l'ensemble des résultats et on remarque que les alliages **Co20Cr15W** et **Co20Cr10Ni20W** sont les plus résistants à l'usure et en particulier pour les conditions standards de frottements (vitesse $V= 10$ cm/s, charge $N = 7$ N).

L'alliage **316L** est le moins résistant à l'usure et en particulier pour le milieu sec.

alliage	Taux d'usure $\text{mm}^3/\text{N}/\text{m} \cdot 10^5$								
	Milieu lubrifié (physiologique)								Milieu sec
	Etat de surface initiale $V=10$ (cm/s) $N=7$ (N)		La vitesse de glissement (cm/s) $N= 7$ (N)			La charge appliquée (N) $V=10$ (cm/s)			$V=10(\text{cm/s})$ $N=7$ (N)
	Rugueuse	fine	6	10	14	3	5	7	
Co20Cr	5,001	2,663	-	-	-	-	-	-	12,07
Co20Cr15W	5,786	0,389	-	-	-	-	-	-	2,997
Co20Cr10Ni10W	4,549	1,797	-	-	-	1,023	1,124	1,797	9,122
Co20Cr10Ni15W	7,160	1,486	2,140	1,486	2,009	-	-	-	7,295
Co20Cr10Ni20W	12,74	0,971	1,961	0,971	1,199	-	-	-	2,415
316L	16,18	7,794	-	-	-	2,663	3,346	4,794	36,74

Tableau. III.2.5 : récapitulatif des taux d'usures des alliages étudiés.

Conclusion générale

L'avantage d'une pièce réalisée comme biomatériau est de conférer à celle-ci des propriétés différentielles qui répondent aux diverses sollicitations auxquelles sont soumises chacune de ses parties.

A travers nos travaux qui ont porté sur l'étude des biomatériaux, on s'est intéressé en premier lieu à la technique qui a permis d'obtenir ce biomatériau, à savoir la métallurgie des poudres, cet étude nous a permis de conclure que :

Des taux de porosité proches de 4% ont été atteints surtout dans les alliages à haute hétérogénéité chimique, ainsi, une pression de compactage de 90KN, peut engendrer une meilleure densification. On peut donc confirmer que la pression de compactage et le potentiel chimique sont des facteurs importants et stimulants la densification.

L'addition de tungstène a un effet positif sur la microdureté, pour une pression de compactage de 90 KN. Ainsi, la microdureté passe de 317 HV pour l'échantillon à 0%W jusqu'à 586,5 HV pour l'échantillon à 15%W. cependant, pour les échantillons qui contiennent 10 %Ni, la microdureté passe de 380,6 HV pour l'échantillon à 10%W jusqu'à 501,2HV pour l'échantillon à 20%W.

Le nombre de phases obtenues dans les différents alliages pour une durée de 7 heures de frittage, varie de trois phases pour l'alliage Co20Cr à cinq et six phases suivant le degré d'hétérogénéité chimique des biomatériaux.

En fin, nous nous sommes intéressés et de manière beaucoup plus détaillée, à l'étude du comportement au frottement et de la tenue à l'usure des biomatériaux tout en faisant une étude comparative entre eux, cette étude nous a montré que l'évolution du coefficient de frottement et le taux d'usure sont tributaires de plusieurs paramètres (environnement, dureté, vitesse, charge, matériaux antagonistes, 3^{ème} corps ...etc.). Ainsi, il a été possible de mettre en évidence l'influence de certains paramètres microstructuraux des biomatériaux (proportion de renforts, rugosité de surface) sur leurs propriétés tribologiques.

La rugosité est un paramètre essentiel lors de contact en frottement. Elle influe sur des facteurs qui régissent le comportement au frottement et à l'usure et, plus précisément, le mode de contact et le comportement du milieu interfaciale (troisième corps).or, une étude comparative des biomatériaux suivant leurs états de surface a été menée et les résultats obtenus ont montrés que le biomatériau de surface rugueuse présente un coefficient de frottement et une résistance à l'usure faibles tandis que le biomatériau de surface polie présente un coefficient de frottement grand et une résistance à l'usure meilleure Ceci peut s'expliquer par le fait que le taux d'usure étant

fonction de l'aire réelle de contact, la diminution de cette dernière (surface rugueuse) entrainerait une élévation de la pression de contact et par conséquent l'augmentation du taux d'usure tandis que la chute du coefficient de frottement est le résultat de l'élévation de la pression de contact générant ainsi une quantité importante des débris qui facilitent le frottement.

Les résultats obtenus ont montré qu'à faible charge les débris créés dans le contact ne sont pas très sollicités, ils ont donc tendance à être en petite quantité. Ce résultat s'est traduit par une diminution du taux d'usure et une augmentation du coefficient de frottement, Cependant, pour une charge élevée, la sollicitation augmente, la pression de contact augmente et l'épaisseur des débris créés entre les surfaces frottantes aura tendance à être épaisse d'où un taux d'usure élevé et un coefficient de frottement petit.

Outre, pour une vitesse de glissement faible, les débris créés dans le contact sont très sollicités dues à leur quantité qui est suffisamment grande par rapport à une grande vitesse de glissement. Par conséquent, le coefficient de frottement diminue. Cependant, pour une vitesse élevée, la sollicitation diminue et la quantité des débris créés entre les surfaces frottantes aura tendance à être éjectée d'où un coefficient de frottement grand. Outre, pour chaque augmentation de la vitesse de glissement la température entre les surfaces frottantes augmente légèrement, et la viscosité de lubrifiant diminue avec l'augmentation de la température, d'où une réduction de l'épaisseur de film fluide, donc une usure sévère.

Références Bibliographiques

- [1] : D.MUSTER, JL. VOUILLOT, « biomatériaux, biomatériels, et bioingénierie en chirurgie orale et maxillofacial », encyclopedie medico chirurgicale, stomatologie 22-014-f-10, 1999, elsevier, paris.
- [2] : J. DUBRUILLE, « qualites des biomateriaux » roux matthieu année 2009-10 a.h.u. (brest)
- [3]: B.D. RATNER, HOFFMAN, F.SCHOEN & J.E. LEMONS,« *biomaterials science : an introduction to materials in medicine* » academic press, san diego 1996, p.
- [4]: S. GE, *et al* . « friction and wear behavior of nitrogen ion implanted uhmwpe against zro2 ceramic. » *wear* 255 (2003) 1069-1075.
- [5] : D.E. MACDONALD *et al*. « thermal and chemical modification of titanium-aluminumvanadium implant materials : effects on surface properties, glycoprotein adsorption, and mg63 cell attachment. » *biomaterials* 25(2004) 3135-3146.
- [6] : JEAN-LOUIS PARIENTE, LAURENCE BORDENAVE « biomatériaux, biomatériels et biocompatibilité ». *progrès en urologie* (2005), 15 887-890
- [7] : DANICK GALLANT, « étude spectro-électrochimique de la corrosion du cobalt en milieux faiblement alcalins : base de la compréhension des mécanismes de corrosion des alliages de cobalt ». thèse de doctorat , 2007
- [8]: SAMAR J. KALITA « nanostructured biomaterials » department of mechanical, materials and aerospace engineering, university of central florida , orlando, fl 32816-2450, usa
- [9] : GWENAËL TEXIER, « thèse de elaborations et caractérisations micro et nanostructurales d'alliages à base de titane à destination biomédicale. » doctorat de sciences des matériaux – option métallurgie . 2005
- [10]: K.V. SUDHAKAR AND JYHWEN WANG, « fatigue behavior of vitallium-2000 plus alloy for orthopedic applications » (submitted january 7, 2010; in revised form may 21, 2010) *journal of materials engineering and performance*
- [11] : WILEY, « metallic implant materials ». reprinted with permission from hill (1998). copyright © 1998,.
- [12]: PARK, KON KIM. «metallic biomaterials. the biomedical engineering handbook», second edition. crc press llc, 2000
- [13]: JORGE ALVARADO, RICARDO MALDONADO, «biomechanics of hip and knee prostheses» applications of engineering mechanics in medicine, ged – university of puerto rico Mayaguez. december 2003
- [14]: STORY B.J. «performance of a modified csti dental implant coating». *international journal of oral and maxillofacial surgery* . 1998 nov-dec;13(6):749-57

[15] : M.GODET, L.VINCENT, Propriétés tribologiques – Frottement – Usure, Pratique des Matériaux Industriels, Chapitre 2.2.4, (1990).

[16]: J.DENAPE, Y.BERTHIER, L.VINCENT, Wear particles life in a Sliding Contact under dry conditions: Third body Approach. Fundamentals of Tribology and Bridging the Gap Between Macro, Micro and Nanoscale, Nano Science Series II, volume 10, (2001), pp.393- 411.

[17] : BERTHIER Y: “Mécanismes et tribology” *Thèse d'état es-science : INSA de Lyon*, n°88ISAL0050 1988 156 p.

[18]: GODET M: “The third body approach, a mechanical view of wear” *Wear*, 100 1984 437-452. 411.

[19] : M.CARTIER, P.KAPSA, Usure des contacts mécaniques, Techniques de l'Ingénieur, BM5065 à BM5061 (2001).

[20] : H.HOUMID BENNANI, Contribution à l'étude de l'adhérence et des caractéristiques mécaniques et tribologiques de quelques couches minces dures, U.F.R. des Sciences et Technologies de l'université de Franche Comté, (1998).

[21] : HAMID ZAÏDI et Jean FRÊNE Introduction à la tribologie, Techniques de l'Ingénieur, tri 100(2011).

[22] FRÊNE (J.) et CICONI (T.). – *Friction in Lubricated contact*. Handbook of Material Behavior Models, Academic Press, chapter 8-4 pp. 760-767 (2001).

[23] : Alain Cornet et Jean-Paul Deville, Physique et ingénierie des surfaces Strasbourg, Bucarest, mai 1998.

[24]: LIM S.C, ASHBY M.F and BRUNTON J.H: “Wear-rate transitions and their relationship to wear mechanisms” *Acta Metal*, 35 1987 1343–1348.

[25]: ARCHARD J.F and HIRST W: “An examination of a mild wear process” *Proc R Soc*, A238 1957 515–528.

[26] M. CARTIER, P. KAPSA, *Usure des contacts mécaniques – Eléments de tribologie*, Techniques de l'Ingénieur BM5066, 2001, p. 1-13

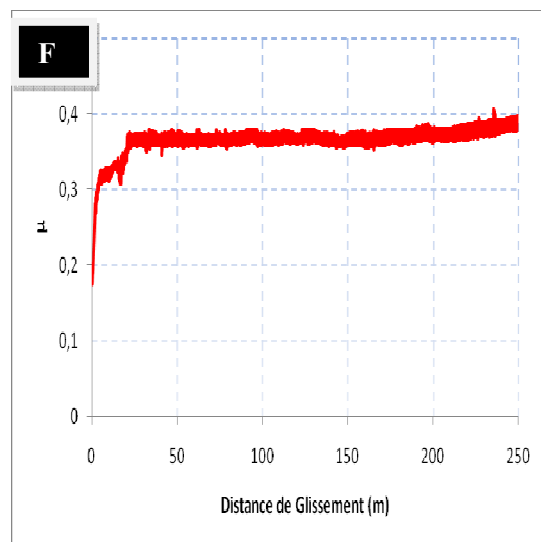
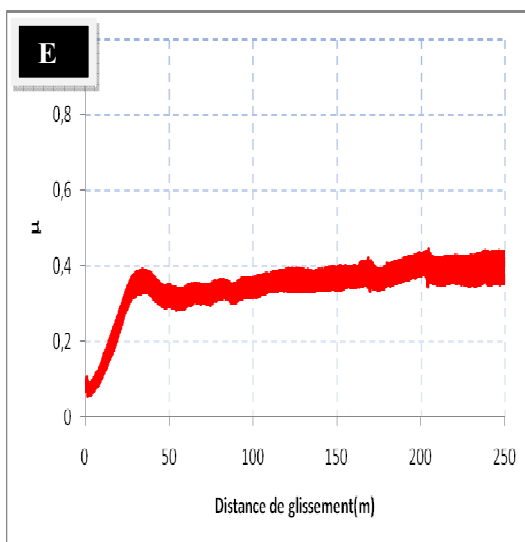
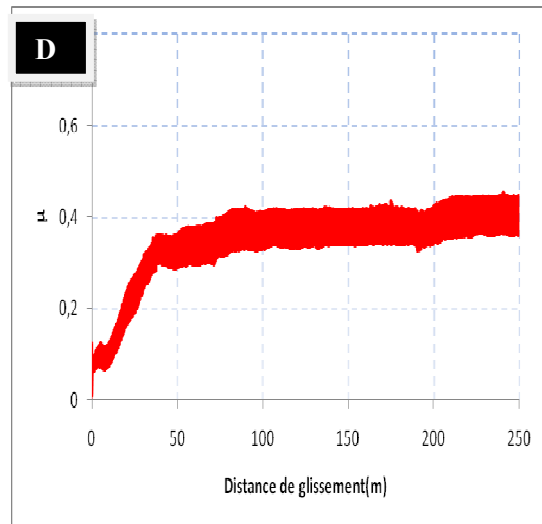
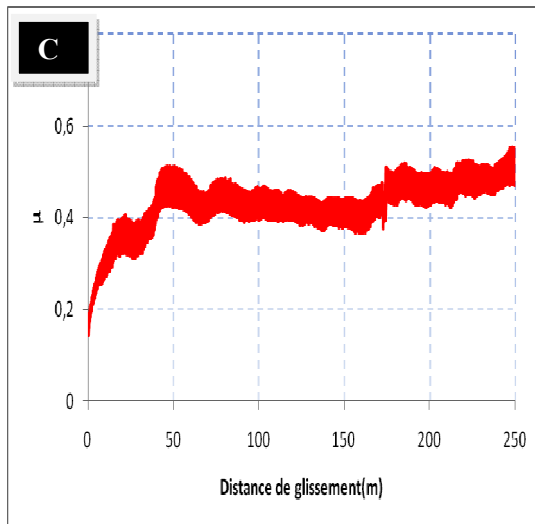
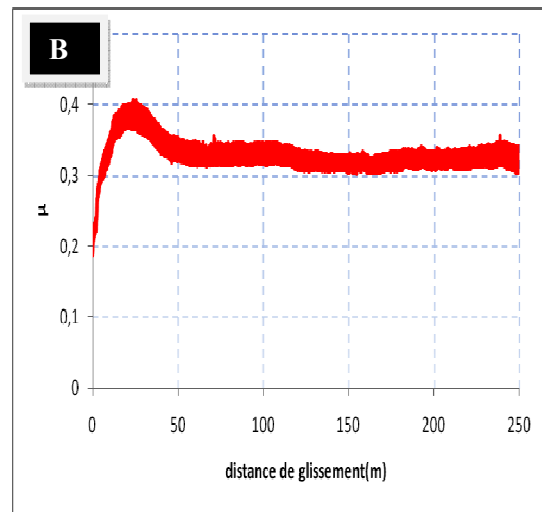
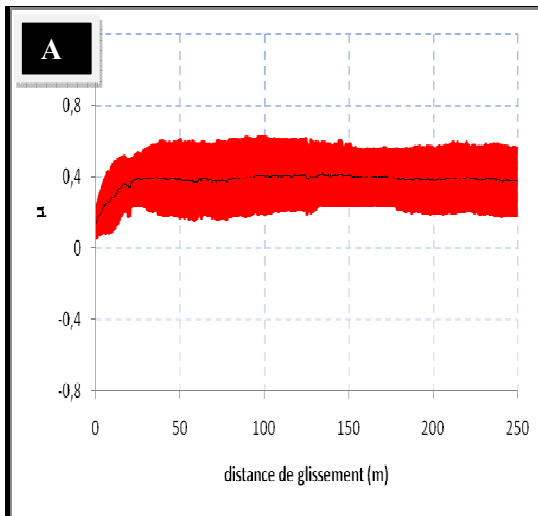
[27]: TOLSTOI, D.M., Significance of the Normal Degree of Freedom and Natural Normal Vibrations in Contact Friction, *Wear*, 10, 199-213 (1967).

[28] : STEFANO MISCHLER, D.M.Tolstoi, Tribologie des prothèses de hanche ,Techniques de l'Ingénieur, tri 4800(2013).

[29] : NOBLE (P.), COLLIN (B.), LECOMTEBECKERS (J.), MAGNÉE (A.), DENOIX (J.-M.) et SERTEY (N.D.). – *L'articulation synoviale : un système tribologique parfait*, Ann. Méd. Vét. 154, 83-93 (2010).

- [30]: ATHESIAN (G.A.). – *The role of interstitial fluid pressurization in articular cartilage lubrication*, Journal of Biomechanics 42, 1163–1176 (2009).
- [31]: K.H. ZUM GAHR, *Microstructure and wear of materials*, Tribology series 10, Elsevier Eds., Amsterdam, The Netherlands, 1987.
- [32]: A.A. HAMID et al., *Influence of particle content and porosity on the wear behaviour of cast in situ Al(Mn)-Al₂O₃(MnO₂) composite*, Wear 260, 2006, p.368-378
- [33] : HOSSEIN ABDIZADEH (Elaboration et caractérisation des composites duplex (composites laminaires tri-couches a base d alumine). Thèse de Doctorat, Université de Lyon, 1997.
- [34]: R.W.HECKEL "An analysis of powder compaction phenomena" Trans. Aim, vol.221, p.1001-1008, (1961).
- [35] : D.BOUVARD, « Métallurgie des poudres », Edition Hermes Science, Paris, 2002.
- [36] : Y.HOUST ; « classification et pressage » Institut Nationale des Sciences Appliquées de Rennes ,2005.
- [37]: M. VU. BALSHIN. «Theory of compacting», vestnik metalloprom, vol.18, (1958).
- [38]: R. W. HECKEL, «An analysis of powder compaction phenomena», Trans Aime, vol. 221, 1961.
- [39] : R.M.GERMA "Powder metal science", p.127, (1984).
- [40] : D. BERNACHE-ASSOLANT. "Le frittage des céramiques et des métaux : Première partie, Le frittage en phase solide. " l industrie céramique et verrière, vol 932, pp. 257-274 (décembre 1997).
- [41] : M. DESCEMOND, « Frittage et évolution microstructurale de céramiques de type oxyde. Application à l alumine et à la zircone frittée », Thèse : Institut National des Mines de Saint Etienne , (1991).
- [42]: G.C KUCHZUNSKI, «mechanism of densification during sintering of metallic particles», Trans.AIME, 1949.
- [43]: R. RAJ, R.K. Brodia“Sintering behavior of bi-modal powder compacts, Acta Metallica, vol. 32, pp. 1003-1019, 1984.
- [44]: R.M. German, Sintering Theory and Practice, John Wiley & Sons Inc., N.Y 1996.

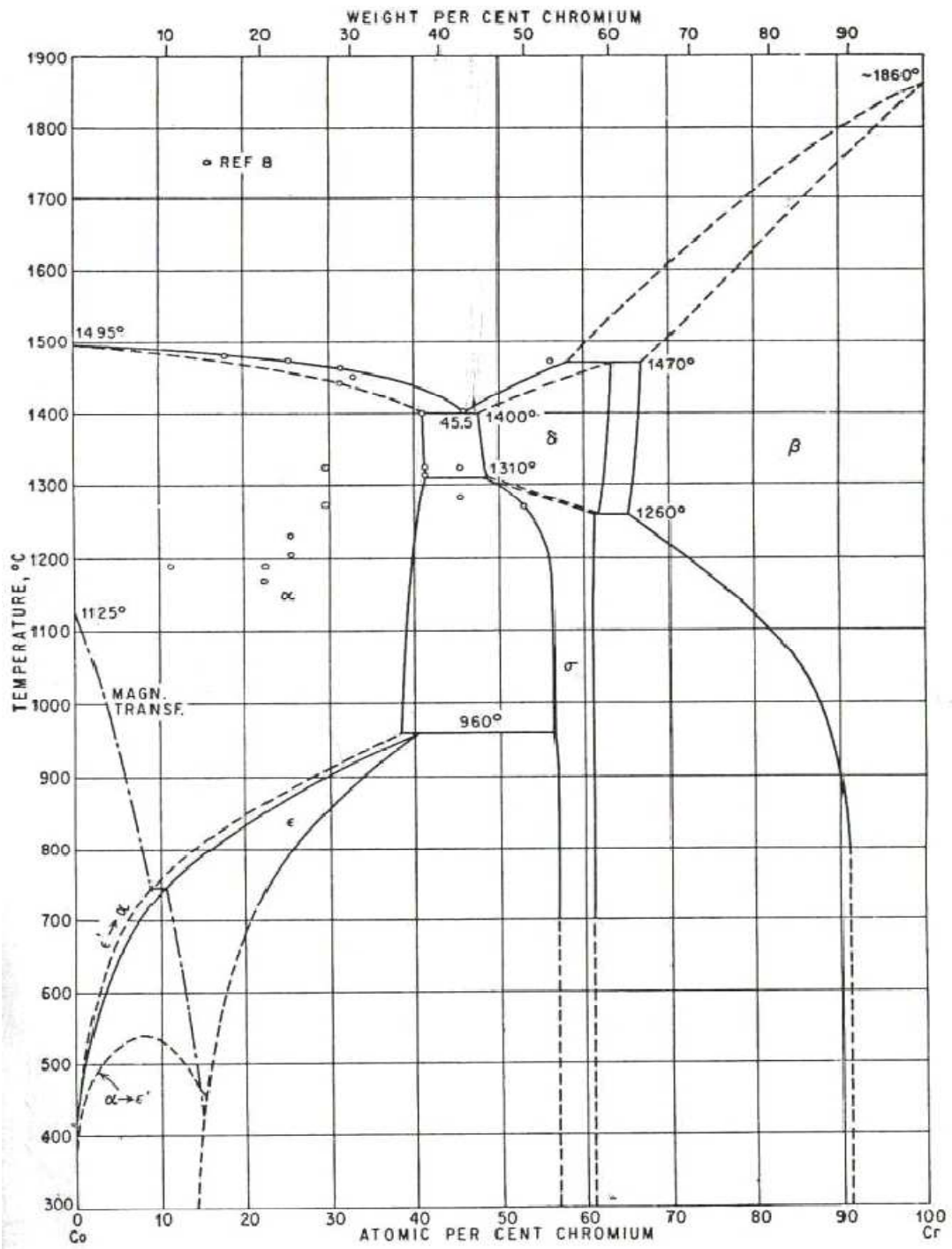
Annexe A : l'évolution du coefficient de frottement des alliages en fonction de la distance de glissement (surface rugueuse).



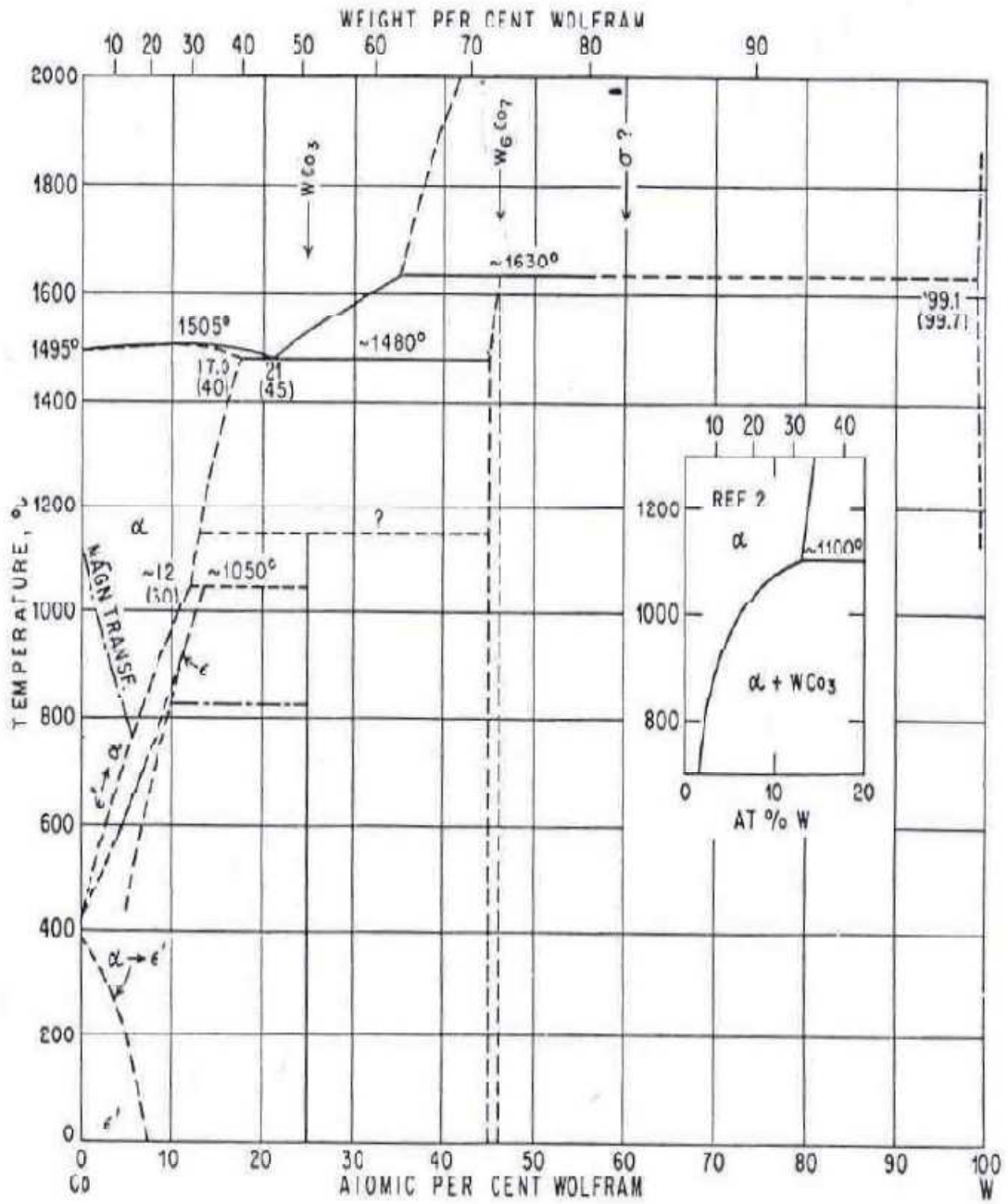
A : Co20Cr10Ni15W, B : Co20Cr10Ni10W, C : Co20Cr, D : Co20Cr10Ni20W, E : Co20Cr15W, F : 316L

Annexe B: diagrammes d'équilibres

Diagrammes d'équilibre des phases des systèmes Co-Cr



Diagrammes d'équilibre des phases des systèmes Co-W



Diagrammes d'équilibre des phases des systèmes Co-Ni

