

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Laboratoire de Métallurgie

**Mémoire de projet de fin d'études**

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

---

# Étude de la corrosion d'un biomatériau en acier inoxydable 316L dédié aux prothèses orthopédiques totales de hanche

---

Réalisé par : **Halla ADIMI**

Sous la direction de :

Mr. Kamel ABADLI

Présenté et soutenu publiquement le 13/09/2021

## Composition du Jury :

Président	Mr. A. KASSER	Maître de conférence A	ENP
Promoteurs	Mr. K. ABADLI	Docteur	ENP
Examineurs	Mr. M. LARIBI	Professeur	ENP
	Mr. M. DJAGHLAL	Professeur	ENP



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات  
Ecole Nationale Polytechnique

Département de Métallurgie

Laboratoire de Métallurgie

**Mémoire de projet de fin d'études**

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

---

# Étude de la corrosion d'un biomatériau en acier inoxydable 316L dédié aux prothèses orthopédiques totales de hanche

---

Réalisé par : **Halla ADIMI**

Sous la direction de :

Mr. Kamel ABADLI

Présenté et soutenu publiquement le 13/09/2021

## Composition du Jury :

Président	Mr. A. KASSER	Maître de conférence A	ENP
Promoteurs	Mr. K. ABADLI	Docteur	ENP
Examineurs	Mr. M. LARIBI	Professeur	ENP
	Mr. M. DJAGHLAL	Professeur	ENP

# *Dédicace*

*Louange à Dieu tout puissant, qui m'a permis de voir ce jour  
tant attendu.*

*Je dédie ce mémoire à ma chère Mère.*

*À toute ma Famille ainsi que mes Amis et mes collègues.*

*À tous ceux qui m'ont apporté leur aide.*

*Halla ADIMI*

# Remerciements

Je remercie chaleureusement toutes les personnes qui m'ont aidé pendant l'élaboration de ma thèse et notamment les membres de de l'École Nationale Polytechnique, de l'École Militaire Polytechnique ainsi que ceux du centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) pour leur intérêt et leur soutien, leur grande disponibilité et nombreux conseils durant la rédaction de ma thèse.

Je tiens à remercier Monsieur **ABADLI Kamel**, mon professeur et encadreur à l'école nationale polytechnique qui m'a encadré tout au long de cette thèse et qui m'a fait partager ses brillantes intuitions. Qu'il soit aussi remercié pour sa gentillesse, sa disponibilité permanente et pour les nombreux encouragements qu'il m'a prodigués.

J'adresse tous mes remerciements à mon co-encadreur Monsieur **BOUNABI Moustafa**, Chef de service à l'hôpital militaire de Ain Naadja et Professeur à l'École Militaire Polytechnique, de l'honneur qu'il m'a fait en acceptant d'être rapporteurs de cette thèse.

Je remercie ainsi chaleureusement Monsieur **MAY Abdelghani**, Professeur à l'École Militaire Polytechnique, qui m'a non seulement initié aux différents éléments et outils de recherche, mais il m'a aussi prodigué de nombreux conseils pour bien débiter les expériences de ma thèse. Qu'il en soit remercié.

Il m'est impossible d'oublier Monsieur **BOUKTHIR Yasser**, Chef du laboratoire de fabrication mécanique de l'École Militaire Polytechnique récemment décédé رحمه الله واسكنه فسيح جناته

Je tiens aussi à remercier Monsieur **HADDAD Ahmed**, Chef du laboratoire Corrosion du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) ainsi que Monsieur **OUALLAM Seddik**, qui m'ont accueilli au sein de leur laboratoire. C'est grâce à eux que j'ai pu concilier avec bonheur recherche théorique et appliquée pendant cette thèse.

Un grand merci à tous les membres du laboratoire de l'École Militaire Polytechnique ainsi que tous les étudiants de la sixième année de l'école qui ont répondu avec calme et patience aux questions quotidiennes dont je les accablais.

J'exprime ma gratitude et ma reconnaissance pour les enseignants du département qui ont contribué à ma formation.

# ملخص

غالباً مما تتطلب الكسور و الحوادث في مناطق الفخذ جراحة لزرع ز استبدال مفصل الورك بمفصل اصطناعي. لذلك فان دراسة سلوك الاطراف الاصطناعية وادائها يمثل تحدياً كبيراً و يتطلب دراسات حول سلوك المواد الحيوية التي تشكل هذه المفاصل العظمية الاصطناعية. يؤدي وضع طرف صناعي كامل للورك ليحل محل المفصل الى تعطيل نظام الضغط الميكانيكي. و بالتالي يخضع العظم لبيئة ميكاميكية و كيميائية جديدة تؤدي محلياً الى اختلافات في مجالات الاجهاد. مما يؤدي الى تعطيل اعادة تشكيل العظام.

يهدف هذا العمل الى تقييم السلوك الكهروكيميائي للمادة الحيوية من الفولاذ المقاوم لصدا المستخدمة في الاطراف الاصطناعية الكاملة للورك, لعمل توصيف فيزيائي كيميائي لهذه الاطراف ومقارنتها بالمعايير العالمية.

يمكن ان توفر الردود التي تم جمعها من هذه الدراسة معلومات مهمة للجراحين الذين تم استدعاؤهم لاستخدام نظام مفصل مناسب للورك لتقليل التدهور و بالتالي ضمان استقرار هذه المفاصل الاصطناعية على المدى الطويل.

---

## كلمات مفتاحية :

الفولاذ المقاوم للصدأ 316L, مفصل الورك الاصطناعي, لخصائص الفيزيائية والكيميائية, الخصائص الكهروكيميائية, المواد الحيوية, الزرع.

---

# Abstract

Fractures and accidents of the femoral regions often require surgery to implant total hip replacement. Studying the behavior of prostheses and their performance is therefore a major challenge and requires studies on the behavior of the biomaterials constituting these orthopedic implants.

The placement of a total hip prosthesis to replace the joint disrupts the regime of mechanical stress. The bone is thus subjected to a new mechanical and chemical environment which results locally in variations in stress fields, thus disrupting bone remodeling. This work aims to evaluate the electrochemical behavior of a 316L stainless steel biomaterial used for total hip prostheses, to make a physicochemical characterization of this P.T.H and to compare it with world standards.

The responses gathered from this study can provide important information to surgeons who are called upon to use an adequate total hip replacement system in order to reduce degradation and thus ensure long-term stability of the implant.

---

**Keywords :** 316L stainlesssteel, Total hip prosthesis, physico-chemical characterization, electrochemical characterization, biomaterials, implant.

---

# Résumé

Les fractures et les accidents des régions fémorales nécessitent souvent une intervention chirurgicale d'implantation des prothèses totales de hanche. Étudier le comportement des prothèses et leurs performances est alors un pari majeur et nécessite des études sur le comportement des biomatériaux constituant ces implants orthopédiques.

Ce travail vise à évaluer le comportement électrochimique d'un biomatériau en acier inoxydable 316L utilisé pour prothèses orthopédiques totales de hanche, à faire une caractérisation physico-chimique de cette P.T.H et la comparer avec les normes mondiales.

Les réponses récoltées de cette étude peuvent fournir des renseignements importants aux chirurgiens qui sont appelés à utiliser un système d'une prothèse totale de hanche adéquate de façon à réduire la dégradation et ainsi garantir à long terme la stabilité de l'implant.

---

**Mots clés :** Mots clés : Acier inoxydable 316L, Prothèse totale de hanche, caractérisation physico-chimique, caractérisation électrochimique, biomatériaux, implant.

---

# Table des matières

---

Table des figures

Liste des tableaux

Définitions

Symboles

<b>Introduction</b>	<b>17</b>
<b>1 Généralités sur les Biomatériaux</b>	<b>19</b>
1.1 Introduction . . . . .	19
1.2 Définition d'un biomatériau . . . . .	19
1.3 Caractéristiques d'un biomatériau . . . . .	20
1.3.1 Biocompatibilité . . . . .	20
a- Biocompatibilité chimique . . . . .	21
b- Biocompatibilité mécanique . . . . .	22
1.3.2 Hémocompatibilité . . . . .	22
1.3.3 Biofonctionnalité [31] . . . . .	22
1.4 Influences de l'environnement cellulaire sur les implants [31] . . . . .	22
1.5 Réactions du tissu hôte à un biomatériau . . . . .	23
1.6 Les différentes classes de biomatériaux . . . . .	24
1.6.1 Biomatériaux métalliques . . . . .	24
1.7 Champs d'application des biomatériaux . . . . .	26
1.8 Comportement des différentes familles de biomatériaux en milieux physiologiques naturels et synthétiques . . . . .	27
1.9 Conclusion . . . . .	30
<b>2 L'Acier Inoxydable Austénitique 316L</b>	<b>31</b>
2.1 Historique . . . . .	32
2.2 Les aciers inoxydables . . . . .	32
2.2.1 Caractéristiques mécaniques et chimiques des aciers inoxydables . .	33
2.2.2 Différents types des aciers inoxydables . . . . .	33
2.3 Les aciers inoxydable austénétiques 316L . . . . .	34
2.3.1 Introduction . . . . .	34

2.3.2	Utilisation de l'acier inoxydable austénitique 316L dans le domaine biomédical . . . . .	34
2.4	La corrosion des aciers inoxydables austénétiques 316L . . . . .	35
2.4.1	Introduction . . . . .	35
2.4.2	Les différentes formes de corrosion de l'acier inoxydable 316L . . . . .	35
2.4.3	Les facteurs influençant la corrosion de l'acier inoxydable 316L . . . . .	38
2.5	Cinétique électrochimique de corrosion et de passivation . . . . .	38
2.5.1	Courbes de polarisation des aciers inoxydables austénétiques . . . . .	38
2.5.2	Courbe de polarisation anodique des aciers inoxydables austénétiques 316L . . . . .	39
2.6	La passivation . . . . .	40
2.6.1	Description du phénomène de passivation . . . . .	40
2.6.2	Nature du film passif . . . . .	41
2.6.3	Film passif sur l'acier inoxydable austénétique . . . . .	42
2.6.4	Phénomène de rupture de la passivité . . . . .	42
2.6.5	Théorie de la dépassivation et de la repassivation . . . . .	42
2.7	Méthodes électrochimiques . . . . .	43
2.7.1	Les droites de Tafel . . . . .	43
2.7.2	Potentiel de corrosion . . . . .	44
2.8	Conclusion . . . . .	45
<b>3</b>	<b>Les Prothèses Totales de Hanche (PTH)</b>	<b>46</b>
3.1	Introduction . . . . .	46
3.2	Définition de base . . . . .	47
3.2.1	Les prothèses orthopédiques . . . . .	47
3.2.2	Évolution des prothèses orthopédiques . . . . .	47
3.3	Types des Prothèses Orthopédiques . . . . .	48
	1- Les prothèses de membres inférieurs : . . . . .	48
	2- Les prothèses de membres supérieurs : . . . . .	48
3.4	La prothèse totale de hanche . . . . .	49
3.4.1	La population concernée par les prothèses totales de la hanche . . . . .	49
3.4.2	Les caractéristiques de la P.T.H . . . . .	50
3.4.3	La durée de vie d'une P.T.H . . . . .	52
3.4.4	Les complications tardives des P.T.H . . . . .	52
3.4.5	Conséquences, réponses de l'organisme . . . . .	52
3.5	Biodégradation mécanique et corrosive des prothèses totales de hanche . . . . .	53
3.5.1	Fonctionnement de l'articulation fémorale . . . . .	53
3.5.2	Définition de la biodégradation . . . . .	54
3.5.3	Les effets lentement destructeurs menant à la biodégradation . . . . .	54
3.5.4	Les types de la biodégradation des P.T.H . . . . .	55
3.6	Conclusion . . . . .	57
<b>4</b>	<b>Caractérisation Physico-Chimique de l'Acier Inoxydable 316L</b>	<b>58</b>
4.1	Introduction . . . . .	58
4.2	Problématique . . . . .	58
4.3	Historique de la prothèse . . . . .	59
4.3.1	Détermination de la composition chimique . . . . .	59

4.4	Analyse métallographique . . . . .	61
4.4.1	Préparation métallographique des échantillons . . . . .	61
4.4.2	Attaque chimique . . . . .	63
4.4.3	Attaque électrochimique . . . . .	65
4.4.4	L'analyse par diffraction des rayons X . . . . .	67
4.4.5	Essaie de micro-dureté . . . . .	69
4.5	Caractérisation mécanique du biomatériau . . . . .	71
4.5.1	Essaie de traction . . . . .	71
4.5.2	Essaie de Charpy-résilience . . . . .	76
4.6	Conclusion . . . . .	79
<b>5</b>	<b>Caractérisation Electrochimique</b>	<b>80</b>
5.1	Introduction . . . . .	80
5.2	Choix des paramètres expérimentaux . . . . .	80
5.2.1	La température . . . . .	81
5.2.2	Le facteur temps . . . . .	81
5.2.3	Le temps d'immersion . . . . .	82
5.2.4	État de surface des échantillons . . . . .	82
5.2.5	Électrolytes . . . . .	82
5.3	Matériels et protocole expérimental suivis . . . . .	84
5.3.1	L'acier inoxydable biomédical 316L . . . . .	84
5.3.2	Réalisation des échantillons en acier inoxydable 316L . . . . .	84
5.3.3	Préparation des milieux électrolytiques . . . . .	85
5.3.4	Matériels et équipements utilisés . . . . .	86
5.4	Techniques et méthodes électrochimiques : . . . . .	89
5.4.1	Introduction . . . . .	89
5.4.2	Procédure expérimentale . . . . .	89
5.5	Résultats et discussions . . . . .	92
5.5.1	Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu de la solution Ringer . . . . .	92
	1- Courbe Potentiel-Temps : . . . . .	92
	2- Courbe potentiodynamique $\log(i)=f(E)$ : . . . . .	93
5.5.2	Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu 3%NaCl . . . . .	94
	1- Courbe Potentiel-Temps : . . . . .	94
	2- Courbes potentiodynamiques $\log(i)=f(E)$ : . . . . .	95
5.5.3	Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu 2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . . . . .	96
	1-Courbe Potentiel-Temps : . . . . .	96
	2- Courbes potentiodynamiques $\log(i)=f(E)$ : . . . . .	97
5.5.4	Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu H <sub>2</sub> O . . . . .	98
	1- Courbe Potentiel-Temps : . . . . .	98
	2- Courbes potentiodynamiques $\log(i)=f(E)$ : . . . . .	99
5.5.5	Détermination de la résistance de polarisation : . . . . .	100

5.5.6	Comparaison des résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable type 316L dans les différents milieux étudiés : . . . . .	101
5.5.7	Suivi micrographique . . . . .	102
	1- Observation de l'échantillon après immersion dans la solution Ringer : . . . . .	103
	2- Observation de l'échantillon après émerision dans la solution 3%NaCl :103	
	3- Observation de l'échantillon après émerision dans la solution 2% $H_2SO_4$ :104	
	4- Observation de l'échantillon après émerision dans l'eau distillée : .	104
5.6	Conclusion . . . . .	105

<b>Bibliographie</b>	<b>109</b>
----------------------	------------

# Table des figures

---

1.1	Composantes de la biocompatibilité. . . . .	21
2.1	Corrosion par piqûres[3] . . . . .	36
2.2	Une caverne de corrosion . . . . .	37
2.3	Corrosion sous contrainte . . . . .	37
2.4	Courbes de l'évolution du potentiel d'abandon en fonction du temps $E=f(t)$ . . . . .	39
2.5	Evolution du courant anodique et traduction électrochimique des phénomènes de passivité sur le courbe $i = f(E)$ . . . . .	40
2.6	Mécanisme de passivation de l'acier inoxydable 316L . . . . .	41
2.7	Mécanisme de repassivation de l'acier inoxydable 316L . . . . .	43
2.8	Diagramme des courbes de polarisation montrant les régions anodiques et cathodiques et la méthode d'extrapolation de Tafel dans l'estimation du potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ) et la densité du courant de corrosion ( $i_{corr}$ ) [15] . . . . .	44
2.9	Courbe de polarisation d'un alliage métallique passivant . . . . .	45
3.1	Différentes prothèses orthopédiques . . . . .	47
3.2	Anciennes prothèses orthopédiques connues dans l'histoire . . . . .	48
3.3	La prothèse totale de hanche . . . . .	49
3.4	Les composantes d'une PTH . . . . .	51
3.5	Emplacement de la P.T.H . . . . .	51
3.6	Articulation coxo-fémorale . . . . .	53
3.7	Rupture par fatigue de la tige d'une prothèse fémorale. . . . .	55
3.8	Conditions générales de la biodégradation de surface . . . . .	56
3.9	Biodégradation de la surface . . . . .	56
4.1	La prothèse totale de hanche . . . . .	59
4.2	L'étau d'établi utilisé . . . . .	60
4.3	Les échantillons découpés après enrobage . . . . .	62
4.4	La polisseuse mécanique utilisée . . . . .	62
4.5	Le microscope optique . . . . .	64
4.6	Micro-structure des échantillons coupés de la P.T.H(x50) . . . . .	64
4.7	Micro-structure de l'échantillon de référence 316L(x50) . . . . .	65
4.8	Matériels utilisés pour l'attaque électrochimique . . . . .	66
4.9	Micro-structure des trois échantillons après attaque électrochimique. . . . .	66
4.10	Diffractogramme de diffraction des rayons X . . . . .	68

4.11	Microduromètre HIGHWOOD HWDM-1 . . . . .	69
4.12	Les empreintes prises . . . . .	70
4.13	Les dimensions de l'éprouvette utilisée . . . . .	72
4.14	L'éprouvette utilisée après élaboration . . . . .	72
4.15	La machine de traction . . . . .	73
4.16	Courbe de traction contrainte-déformation pour l'éprouvette 1 . . . . .	74
4.17	Courbe de traction contrainte-déformation pour l'éprouvette 2 . . . . .	74
4.18	Courbe de traction contrainte-déformation pour l'éprouvette 3 . . . . .	74
4.19	Éprouvette de traction : avant rupture(à gauche) - après rupture(à droite)	75
4.20	Principe de l'essai de résilience . . . . .	76
4.21	Les dimensions de l'éprouvette utilisée . . . . .	77
4.22	L'éprouvette utilisée après élaboration . . . . .	77
4.23	La machine de l'essai Charpy . . . . .	78
5.1	Thermostat à circulation relié à la cellule thermostatée . . . . .	81
5.2	Balance de précision . . . . .	83
5.3	Échantillons 316L prêts à être utilisés . . . . .	85
5.4	Balance de précision utilisée . . . . .	86
5.5	pH-mètre utilisé . . . . .	87
5.6	Dispositif Versa-studio utilisé . . . . .	87
5.7	Cellule électrochimique utilisée . . . . .	88
5.8	Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans une solution de Ringer. . . . .	92
5.9	Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans une solu- tion de Ringer. . . . .	93
5.10	Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans le milieu de la solution 3%NaCl. . . . .	94
5.11	Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans la solution 3%NaCl. . . . .	95
5.12	Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans le milieu de la solution 2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . . . . .	96
5.13	Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans la solution 2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . . . . .	97
5.14	Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans le milieu de la solution H <sub>2</sub> O. . . . .	98
5.15	Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans une solu- tion de H <sub>2</sub> O. . . . .	99
5.16	Microscope optique utilisé. . . . .	102
5.17	Structure microscopique de l'échantillon après immersion dans la solution Ringer (x50) . . . . .	103
5.18	Structure de l'échantillon après immersion dans la solution NaCl (x50) . . .	103
5.19	Structure de l'échantillon après immersion dans la solution 2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (x5) .	104
5.20	Structure de l'échantillon après immersion dans l'eau distillée (x10) . . . .	104

# Liste des tableaux

---

1.1	Caractéristiques mécaniques de différents aciers 316L [22]. . . . .	25
1.2	Extrait de : C. RICHARD, Corrosion et traitements de surface des biomatériaux, réf. COR140, Techniques de l'Ingénieur (2010). . . . .	27
1.3	Les principaux dommages des biomatériaux . . . . .	28
1.4	Toxicité des différents métaux [10]. . . . .	29
4.1	Les résultats d'analyse de la composition chimique . . . . .	60
4.2	Pics de diffraction X de l'échantillon étudié . . . . .	68
4.3	Résultats de la micro-dureté (HV) . . . . .	70
4.4	Résultats de l'essai de traction . . . . .	75
4.5	Résultats de l'essai de résilience . . . . .	78
5.1	La composition chimique de la solution Ringer[12] . . . . .	83
5.2	La composition chimique de l'acier inoxydable 316L . . . . .	84
5.3	Les milieux électrolytiques utilisés pour l'étude électrochimique . . . . .	86
5.4	Résultats potentiodynamiques pour l'acier inoxydable 316L dans la solution Ringer. . . . .	93
5.5	Résultats potentiodynamiques pour l'acier inoxydable 316L dans la solution 3%NaCl. . . . .	95
5.6	Résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable 316L dans la solution 2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> . . . . .	97
5.7	Résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable 316L dans l'eau distillée. . . . .	100
5.8	Valeurs des pentes de Tafel pour chaque solution . . . . .	100
5.9	Valeurs calculées de la résistance de polarisation pour chaque solution . . . . .	100
5.10	Tableau récapitulatif des résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable 316L . . . . .	101

# Définitions

---

<b>Arthroplastie :</b>	est une intervention chirurgicale consistant à rétablir la mobilité d'une articulation.
<b>Articulation-synoviale :</b>	ou diarthrose, est une articulation mobile qui est le type d'articulation le plus connu. Les articulations synoviales sont unies par une capsule articulaire qui les entoure et détermine une cavité articulaire.
<b>Anomalie congénitale :</b>	est une opération qui consiste à enfermer une substance dans une capsule.
<b>Cartilage-osseux :</b>	est un tissu conjonctif dense et élastique qui se trouve à la jonction entre de nombreuses pièces osseuses du squelette. Il amortit les chocs dus aux mouvements.
<b>Cotyle-fémorale :</b>	a une forme concave et accueille la tête du fémur (l'os de la cuisse) pour former l'articulation de la hanche.
<b>Encapsulation :</b>	est une opération qui consiste à enfermer une substance dans une capsule.
<b>Hôte :</b>	est l'organisme qui héberge le biomatériau.
<b>Lésion-tissulaire :</b>	est une modification pathologique d'un tissu : il peut s'agir d'une plaie ou d'une blessure ou de tout autre dommage tissulaire.
<b>Muqueuses :</b>	sont des membranes qui tapissent les cavités de l'organisme et qui se raccorde avec la peau.
<b>Ostéo-intégration :</b>	est la connexion structurelle et fonctionnelle entre l'os vivant et la surface d'un implant artificiel.
<b>Ostéosynthèse :</b>	est une technique chirurgicale visant à réduire les fractures osseuses.
<b>Prolifération-Cellulaire :</b>	est le fait que les cellules se multiplient rapidement et en abondance.
<b>Pyrogènes :</b>	Une molécule ou une circonstance (infection..) qui élève la température.
<b>Remodelage-Osseux :</b>	est un processus complexe au cours duquel de l'os ancien est détruit et remplacé par de l'os neuf.

# Symboles

---

$\theta$  : L'angle de diffraction theta.

**HV** : La dureté.

**W** : L'énergie absorbée.

**S** : La surface.

**F** : La charge.

**E** : Le potentiel.

**i** : La densité du courant.

**I** : Le courant.

**V** : La vitesse de corrosion.

$R_p$  : La résistance de polarisation

# Unités

---

**V** : Volt.

**J** : Joule.

**μm** : Micro-mètre.

**mm** : Millimètre.

**cm** : Centimètre.

**S** : Surface.

**s** : Seconde.

**Å°** : Ångström.

**Kg** : Kilogramme.

**PA** : Pascale.

**g** : Gramme.

**L** : litre

**ml** : millilitre

**A** : Ampère

**nA** : Nano-ampère

**μA** : Micro-amère

**Ω** : Ohm

## Introduction

---

Les biomatériaux ont été développés pour préserver l'intégrité et le confort de vie des personnes souffrant de déficiences fonctionnelles graves ou victimes des blessures ou des brûlures. L'objectif de leur développement est de permettre la fabrication de dispositifs d'assistance corporelle capables de suppléer les fonctions des organes lésés.

Les biomatériaux recouvrent donc une grande variété d'applications biomédicales puisqu'ils peuvent être à la fois des matériaux de réparation des lésions tissulaires, des matériaux implantables et être constitutifs des systèmes d'assistance extra corporelle. Ils ne se définissent donc pas par une nature particulière mais par l'usage auquel on les destine : ils regroupent aussi bien des matériaux issus du génie de l'homme (métaux, alliages métalliques, céramiques, matières plastiques) que des matériaux d'origine naturelle (collagène et cellulose), mais aussi des matériaux d'un nouveau type associant un des matériaux précités à une matrice biologique.

Les biomatériaux métalliques sont les plus utilisés dans la fabrication des prothèses orthopédiques tels que les aciers inoxydables, le titane et ses alliages ... etc. La recherche actuelle dans le domaine des biomatériaux concerne l'amélioration des procédés d'élaboration des pièces prothétiques métalliques en contact avec l'os dans le but d'obtenir une meilleure bio-compatibilité et bio-intégration.

Au niveau du service d'orthopédie et traumatologie la plus part des interventions sont des interventions chirurgicales d'implantation des prothèses orthopédiques en acier inoxydable. La chose marquante et fréquente est que ces prothèses subissent des cassures ainsi que des dégradations mécaniques et corrosives peu de temps après leur implantation. L'objectif donc de cette thèse est de faire une caractérisation physico-chimique et électrochimique d'une Prothèse Totale de Hanche procurée de l'hôpital militaire de Ain-Nadja.

## L'organisation du mémoire

### Partie1 : Étude Bibliographique

**Chapitre1** : intitulé "Généralités sur les Biomatériaux", ce chapitre illustre les biomatériaux métalliques utilisés dans l'implantologie et l'ostéosynthèse, leurs différentes caractéristiques, réactions avec le tissu hôte ainsi que les différentes classes des biomatériaux métalliques et leurs champs d'application.

**Chapitre2** : intitulé "Les Aciers Inoxydables Austénétiques 316L ", qui est consacré au début aux aciers inoxydables en général, leur historique, leurs caractéristiques, la partie suivante est dédiée aux aciers inoxydables austénétiques 316L, leur utilisation dans le domaine biomédical ainsi que leur comportement corrosif.

**Chapitre3** : intitulé "Les Prothèses Orthopédiques Totales de Hanche", qui présente une initiation aux prothèses orthopédiques, leurs différents types ainsi qu'une étude complète sur les prothèses totales de hanche, leur historique, leurs caractéristiques, la durée de vie d'une PTH de même qu'une étude sur leur biodégradation mécanique et corrosive.

### Partie2 : Étude Expérimentale

**Chapitre4** : intitulé "Caractérisation Physico-Chimique de l'Acier Inoxydable 316L", ce chapitre illustre les différentes méthodes expérimentales de caractérisation physico-chimique et mécanique faites sur le biomatériau constituant les prothèses totales de hanche.

**Chapitre5** : intitulé "Caractérisation Electrochimique", ce chapitre est voué à la présentation des différents résultats expérimentaux de la caractérisation électrochimiques de corrosion de l'acier inoxydable 316L, du matériel utilisé ainsi que les choix des paramètres expérimentaux pris.

Finalement une conclusion générale présentant les résultats de cette étude et les perspectives envisagées.

# 1

## Généralités sur les Biomatériaux

---

### Résumé

Ce chapitre définit les différents paramètres qui doivent être pris en compte pour que les biomatériaux soient les plus biocompatibles possibles avec le corps et ses nombreuses fonctions.

### 1.1 Introduction

La science des biomatériaux peut être définie comme l'étude et la connaissance des matériaux dans le contexte de leurs interactions avec les systèmes vivants [24].

Les biomatériaux sont très utilisés en chirurgie orthopédique et traumatologique depuis de nombreuses années. Ils sont divisés en trois grandes catégories : les métaux qui sont surtout utilisés dans les ostéosynthèses et les arthroplasties, les céramiques comme surfaces de frottement, et enfin les polymères dans de très nombreuses applications, ces matériaux ont des propriétés physiques (biomécanique et d'usure) propres, ces propriétés vont conditionner l'utilisation d'un biomatériau dans un but bien précis.

Tous ces biomatériaux peuvent être implantés de manière définitive ou provisoire, ce qui a des conséquences dans leur sélection. Ces matériaux sont soumis à de très nombreuses règles de sécurité. La responsabilité du praticien étant engagée dans l'utilisation d'un biomatériau, il est important de connaître les conditions légales de validation d'un biomatériau, ses propriétés ainsi que ses applications en pratique clinique. Il est également important de signaler tout dysfonctionnement de ces dispositifs médicaux implantables aux organismes.

### 1.2 Définition d'un biomatériau

Depuis la conférence du consensus de chester (1991) [24], les biomatériaux sont définis comme : « des matériaux destinés à être mis en contact avec les tissus vivants et/ou les fluides biologiques de manière continue ou intermittente afin d'évaluer, traiter, modifier

les formes ou remplacer tout tissu, organe ou fonction du corps ». 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.

Les études des biomatériaux consistent à ajouter à leurs propriétés physico-chimiques la connaissance de leurs interactions avec les systèmes vivants, ils doivent être donc biocompatibles.

## 1.3 Caractéristiques d'un biomatériau

### 1.3.1 Biocompatibilité

Nous pouvons définir la biocompatibilité comme étant la propriété d'un biomatériau à déclencher chez l'hôte une réaction biologique désirée sans réaction toxique et sans effet défavorable sur l'organisme receveur.

C'est une notion qui a longtemps été synonyme d'inertie du matériau, c'est à dire liée à l'absence de réponse de l'hôte et à l'absence de dégradation par l'hôte, un matériau implanté provoque toujours une réaction qui peut être différente selon son utilisation.

L'or, par exemple, peut être défini comme un matériau biocompatible ou pas en fonction du but dans lequel il est employé : il est considéré comme biocompatible s'il est utilisé pour une restauration coronaire mais ne l'est pas s'il est employé comme implant orthopédique car il n'induit pas, comme le titane ou l'acier inoxydable 316L, d'ostéointégration.

Pour ce qui a trait au domaine médical, on distingue la compatibilité structurale et celle de surface [41].

La compatibilité structurale résulte d'une adaptation de toutes les propriétés de la structure des matériaux aux systèmes biologiques, comme par exemple les caractéristiques mécaniques et la forme d'un élément de construction. Ceci inclut que, lors de l'utilisation des matériaux composites, il n'y a ni inhomogénéités, ni contraintes aux interfaces (orientation des fibres, rapport entre les fibres).

La biocompatibilité des surfaces, en revanche, caractérise la compatibilité (du point de vu topographique et chimique) de l'implant avec les cellules environnantes. Le but est d'instaurer des interactions spécifiques, afin de créer les conditions désirées aux interfaces.

Toutes les réactions qui se déroulent à l'interface ainsi que leurs répercussions sur les cellules sont illustrée dans la figure suivante :

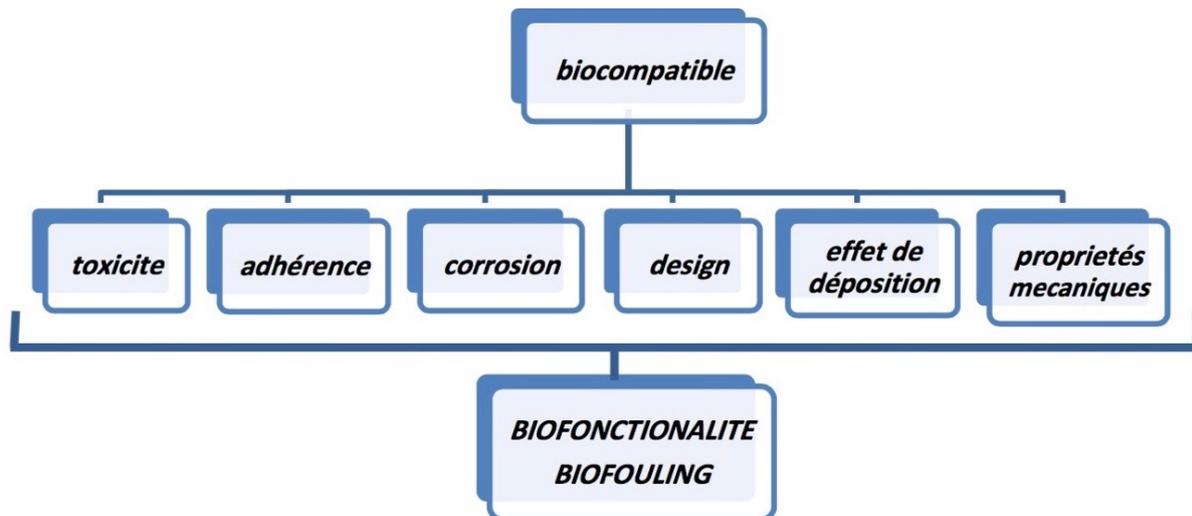


FIGURE 1.1 – Composantes de la biocompatibilité.

On distingue deux types de biocompatibilité :

#### a- Biocompatibilité chimique

La biocompatibilité chimique fait référence au matériau de l'implant qui doit posséder des qualités biologiques. Le corps humain est un milieu agressif et corrosif du fait des concentrations en ions de chlorure et en oxygène dissous. La caractérisation de la biocompatibilité chimique d'un matériau consiste à évaluer sa tenue à la corrosion, ainsi que la toxicité des produits relargués dans le corps.

Une classification en fonction de la toxicité de plusieurs éléments métalliques et alliages utilisés pour les implants a été établie, cette classification est réalisée à partir d'une étude de biocompatibilité en relation avec la résistance de polarisation.

Trois catégories ont ainsi pu être définies :

- Les éléments toxiques qui libèrent des ions provoquant une réaction immunitaire (allergie, inflammation, nécrose, rejet), c'est le cas notamment du vanadium et du nickel.
- Les éléments susceptibles d'engendrer une réaction d'encapsulation par le milieu hôte, ces éléments (ou matériaux), parmi lesquels se trouvent les aciers inoxydables qui entraînent la formation d'une couche fibreuse à l'interface implant/os qui isole le matériau du milieu vivant, cette couche fibreuse présente l'inconvénient majeur de n'avoir aucune tenue mécanique en cisaillement, ce qui provoque à moyen terme, des problèmes de stabilité mécanique des matériaux implantés.
- Les métaux compatibles qui sont les candidats potentiels au développement de matériaux à biocompatibilité optimisée.

## **b- Biocompatibilité mécanique**

La biocompatibilité mécanique est liée à la mise en charge de l'implant, la réussite de la pose d'un implant est étroitement liée au phénomène d'ostéo-intégration qui intervient lors de l'adaptation du tissu osseux à la présence de l'implant par l'intermédiaire des mécanismes de remodelage osseux.

Les facteurs hormonaux, certains facteurs de croissance et les contraintes mécaniques locales, sont les régulateurs les plus influents de l'activité des cellules osseuses.

### **1.3.2 Hémocompatibilité**

On veut dire par hémocompatibilité la compatibilité avec le sang qui inclut toutes les propriétés mentionnées précédemment.

Le sang est un liquide possédant un flux donné et l'implant ne doit pas modifier les conditions de flux, les cellules sanguines sont sensibles au cisaillement et elles peuvent donc être endommagées par une éventuelle modification des contraintes de cisaillement. À quoi s'ajoute que pour certains composants spécifiques du sang, des propriétés d'adhésion particulières sont nécessaires. Il ne faut pas oublier que lors du rapprochement d'une cellule et d'un corps solide, la cellule subit une déformation qui peut entraîner l'éclatement des membranes, si la cellule ne possède pas l'énergie nécessaire à la déformation [31].

### **1.3.3 Biofonctionnalité [31]**

On parle de biofonctionnalité lorsque la fonction d'un système biologique est remplacée par un système technique ; ce qui suppose que les réactions puissent être contrôlées séparément et qu'elles puissent être intégrées dans un système global.

Le transfert de charge mécanique entre le matériau et l'environnement biologique est un critère important, d'après la loi de hooke, des différences entre les modules d'élasticité (implant, cellules) engendrent des inhomogénéités de la contrainte à l'interface, les modules d'élasticité de la plupart des matériaux synthétiques sont nettement supérieurs à ceux des tissus durs (os).

La biofonctionnalité dépend également des techniques de production. Certaines pièces d'implants, telles des prothèses de hanches, ne sont pas soumises aux mêmes exigences, alors qu'une partie doit être très résistante à l'usure et ne pas être recouverte de cellules (tête), ce n'est en revanche pas souhaitable pour une autre partie (tige).

## **1.4 Influences de l'environnement cellulaire sur les implants [31]**

Il est connu que l'utilisation de matériaux étrangers aux tissus provoque une réaction avec les cellules.

Parmi les réactions non désirées, on trouve :

- Des irritations déclenchées par des facteurs chimiques ou physiques lors du contact avec la peau ou avec des muqueuses. Les symptômes se manifestent sous forme de douleurs légères, de démangeaisons ou de brûlures.
- Des inflammations qui sont une réaction de défense se traduisant par une augmentation de la température, des rougissements, l'enflure de la zone concernée ou la douleur. Dans certains cas, ces réactions sont désirées, comme pour la formation d'une cicatrice pour la fixation de stimulateurs cardiaques (incorporation dans les tissus). Il s'agit cependant d'éviter les formes d'inflammations aiguës qui conduiraient à la formation d'une capsule en tissu inflammatoire autour de l'implant.
- La pyrogénéation qui est l'action d'une substance provoquant la fièvre. Les pyrogènes provoquent des réactions cutanées et une baisse de la tension.
- La toxicité systémique qui est un effet d'ions toxiques libérés par l'implant ou détachés par frottement. Ce terme comprend des modifications globales qui sont souvent dues à un manque de stérilité de l'implant.
- La sensibilisation par une stimulation allergène du système immunitaire. Des patients avec une allergie au chrome et au nickel ne peuvent pas recevoir d'implants en aciers fortement alliés.
- La mutagénicité qui est une modification des gènes provoquée par le biomatériau.
- La cancérogénicité qui est une réponse du corps à long terme à l'implant.

## 1.5 Réactions du tissu hôte à un biomatériau

La cicatrisation du site où a été implanté le biomatériau résulte de deux processus distincts : le tissu blessé est régénéré par des cellules du même type de tissu ou il est remplacé par un tissu de connexion qui constitue une capsule fibreuse. Ces processus sont contrôlés par la capacité de prolifération des cellules du tissu ou de l'organe environnant la prothèse, par l'état de la structure du tissu lésé et par l'étendu de la fracture.

Les cellules peuvent ensuite être modifiées soit en changeant de type cellulaire, ou de phénotype, trop proliférer ou au contraire s'atrophier. L'ostéo-intégration peut être définie comme l'intégration de la prothèse au niveau osseux par une cicatrisation réunissant l'implant et l'os. Idéalement, à long terme, l'implant devrait soutenir les processus d'adhésion des cellules osseuses ainsi que la minéralisation, de manière à ce qu'il ne se forme pas de tissu tendre non minéralisé. Pour parvenir à un tel comportement, il faut résoudre des problèmes de biophysique et de structuration de surface active. En effet, l'environnement biologique est agressif et les matériaux implantés peuvent subir des dégradations chimiques, électrochimiques ou cellulaires. Mais le matériau implanté peut aussi agir sur les tissus biologiques, de deux manières différentes :

- Par une réaction de bioincompatibilité au matériau lui-même ainsi qu'à ses produits de dégradation (ions métalliques, débris d'usure).
- Par la modification du tissu osseux environnant, qui a la propriété de modifier sa structure en permanence (remodelage) en fonction des contraintes mécaniques qui lui sont appliquées.

## 1.6 Les différentes classes de biomatériaux

Au regard des critères de biocompatibilité précédemment énoncés, la recherche de nouveaux biomatériaux a conduit aux développements de matériaux de plus en plus sophistiqués.

Nous allons aborder dans notre travail seulement les biomatériaux métalliques, ce qui est compatible avec nos méthodes expérimentales.

### 1.6.1 Biomatériaux métalliques

La combinaison d'un métal avec un ou plusieurs autres éléments métalliques ou non métalliques réalise un alliage. Dans de tels alliages, les phases ne sont généralement pas des cristaux de l'un et l'autre des éléments purs, mais des composés, des mélanges. Par exemple, dans un acier, on n'observe pas des cristaux de fer d'une part et de carbone d'autre part, mais on observe des composés : le fer mélangé à une petite quantité de carbone qui est la cémentite considérée comme un carbure de fer  $\text{Fe}_3\text{C}$ .

Outre les caractéristiques de base qu'ils partagent avec les métaux purs, les alliages ont des températures de fusion plus basses que celles des métaux purs et cette fusion a lieu à divers intervalles de températures. Les alliages sont généralement plus résistants que les métaux purs en raison du durcissement de la solution solide des atomes de l'alliage. Dans de nombreux cas, des relations entre les phases solides rendent possible l'utilisation du traitement thermique pour accroître la résistance de ces alliages.

Les différents alliages métalliques utilisés dans le domaine médicale sont :

#### 1. Alliages à base de fer[27]

Bien que de nombreux types d'aciers aient été proposés pour l'utilisation comme matériaux implantés, l'acier 316L (ASTM F 138, F 139, grade 2) demeure le plus utilisé en pratique. Le L dans sa désignation correspond à sa basse teneur en carbone (Low carbon content) qui lui assure une meilleure tenue en corrosion, une teneur supérieure à 0,03% augmentant le risque de formation de carbures dont la précipitation réduit la formation de la couche protectrice d'oxyde de chrome  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ .

#### 2. Aciers inoxydables traditionnels

La combinaison originale du fer et du chrome dans un alliage a été développée en 1821, mais ce n'est pas avant 1926 que l'acier inoxydable a été utilisé en chirurgie orthopédique. Du molybdène a été ajouté dans les années 1940 et l'alliage n'a guère changé depuis.

L'acier inoxydable est encore largement utilisé pour les matériels d'ostéosynthèse et il conserve aussi sa place dans la panoplie des matériaux utilisables en prothèse osseuse ou dentaire. Les deux types de dommages contre lesquels il doit être pré-muni sont la fatigue mécanique et la corrosion localisée (en particulier la corrosion cavernueuse et la corrosion par frottement).

Le tableau suivant présente les différentes caractéristiques mécaniques des aciers 316L :

TABLE 1.1 – Caractéristiques mécaniques de différents aciers 316L [22].

	Forgé	Coulé	Ecroui à froid	Recuit
Module de Young(GPa)	200	200	200	200
Limite élastique(MPa)	205-204	205	750-790	280
Contrainte à la rupture(MPa)	510-550	480	960-1000	550
%Élongation	55	30	9-22	50

### 3. Aciers inoxydables avancés

#### (a) Acier 22-13-5

L'acier inoxydable 22-13-5 ou (S20910) contient plus de chrome, manganèse, azote et moins de nickel que le 316L. L'acier inoxydable 22-13-5 se caractérise par un bon niveau de résistance à la corrosion et de résistance mécanique. La résistance à la corrosion de cet acier inoxydable est supérieure à celle des types 316 et 316L.

#### (b) Acier sans nickel

Il s'agit d'acier ferritique à haute teneur en chrome, développé au Japon, qui permet d'éviter la libération ionique de nickel tout en présentant une remarquable résistance à la corrosion en « crevasse » et une bonne cytocompatibilité.

#### (c) Aciers double phase (duplex stainless steels)

Ces aciers possèdent des micro-structures austénitiques-ferritiques avec une haute teneur en chrome (22-25 %), molybdène (3-4 %), azote (0,15-0,30%) et une basse teneur en nickel (4-7 %). Ces aciers présentent de meilleures propriétés mécaniques que les aciers austénitiques. Une haute teneur en azote (0,25-0,30 %) augmente la résistance à la corrosion localisée *in vitro* et *in vivo* et améliore l'usinabilité [7].

#### (d) Super-alliages

Le MA956, produit par alliage mécanique d'une dispersion d'oxydes à base de fer (aciers à dispersoïdes) est particulièrement résistant du point de vue mécanique et à la corrosion *in vitro* et *in vivo*. C'est un acier ferritique qui développe une couche d'Alumine après traitement thermique à haute température. Il y a cependant des préoccupations quant à l'utilisation comme biomatériaux des alliages ferritiques qui peuvent être rendus fortement magnétiques par l'action de champs magnétiques, notamment ceux produits par certaines techniques d'imagerie (imagerie par résonance magnétique).

Quoique l'acier inoxydable soit largement utilisé en orthopédie, il ne possède cependant pas des propriétés idéales pour l'utilisation en stomatologie et en chirurgie maxillofaciale.

### 4. Titane et alliages à base de titane [4]

C'est un élément de transition à densité basse et à point de fusion élevé. Il possède un ensemble unique de propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion qui le rend particulièrement approprié pour des applications très contraignantes, notamment dans la chimie et l'industrie aérospatiale. Ces propriétés sont également à l'origine de son utilisation en chirurgie.

La biocompatibilité de chaque métal est régie par le degré de corrosion et la toxicité des ions métalliques libérés. Pour le titane, son excellente résistance à la corrosion et le taux très bas de diffusion des ions métalliques à l'intérieur des tissus, associés à l'apparente absence d'effets biologiques du métal, laissent augurer d'une bonne biocompatibilité. Ceci a été confirmé par diverses études cliniques et expérimentales, toutes en faveur d'une réponse tissulaire minimale à ce métal. D'autres biomatériaux métalliques pourraient, à l'avenir, être utiles en orthopédie ; plus particulièrement le zirconium, le tantale et le niobium, tous trois présentant une excellente biotolérance. Cependant, des progrès doivent encore être réalisés avec les alliages de fer avant qu'ils puissent rivaliser avec des alliages de titane [28].

## 1.7 Champs d'application des biomatériaux

La plupart des biomatériaux ne sont pas, à l'origine, conçus pour les applications médicales et sont issus d'autres applications reposant sur des technologies non spécifiques. Ils diffèrent donc peu en ce qui concerne leur structure et leurs propriétés physico-chimiques intrinsèques par rapport aux matériaux utilisés pour des applications industrielles (chimie, aéronautique, etc.). En revanche, ils sont souvent optimisés ou modifiés pour l'usage thérapeutique.

Les champs d'application des biomatériaux sont particulièrement vastes et concernent toutes les fonctions du corps humain.

Le tableau suivant résume les différents champs d'application des biomatériaux :

TABLE 1.2 – Extrait de : C. RICHARD, Corrosion et traitements de surface des biomatériaux, réf. COR140, Techniques de l'Ingénieur (2010).

Champs d'application des biomatériaux	Exemple d'applications
Ophtalmologie	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Implants.</li> <li>- Coussinets de récupération.</li> <li>- Produits visqueux de chambre postérieure.</li> </ul>
Odontologie / Stomatologie	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Matériaux de restauration et comblement dentaires et osseux.</li> <li>- Traitements prophylactiques, orthodontie.</li> <li>- Implants, reconstruction maxillo-faciale.</li> <li>- Traitement du parodonte et de la pulpe.</li> </ul>
Chirurgie Orthopédique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Prothèses articulaires.</li> <li>- Orthèses.</li> <li>- Ligaments et tendons artificiels.</li> <li>- Cartilage.</li> <li>- Réparation de fracture.</li> <li>- Matériaux de comblement osseux injectable.</li> </ul>
Chirurgie Cardiovasculaire	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Valves cardiaques.</li> <li>- Prothèses vasculaires.</li> <li>- Stimulateurs cardiaques.</li> </ul>
Urologie / Néphrologie	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Dialyseurs.</li> <li>- Poches et rein artificiel.</li> <li>- Matériaux pour traitement de l'incontinence</li> </ul>
Endocrinologie / Chronothérapie	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Biocapteurs.</li> <li>- Pancréas et foie artificiels.</li> <li>- Pompes portables et implantables.</li> </ul>
Chirurgie Esthétique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Matériaux et implants.</li> </ul>
Chirurgie générale et divers	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sutures, ligatures.</li> <li>- Drains de chirurgie.</li> <li>- Colles tissulaires.</li> <li>- Peau artificielle.</li> </ul>

## 1.8 Comportement des différentes familles de biomatériaux en milieux physiologiques naturels et synthétiques

D'un point de vue de leur dégradation dans le corps humain, et compte tenu de la multitude des biomatériaux et de leurs applications, nous avons répertorié les principaux dommages des biomatériaux avérés par retour clinique dans le tableau suivant :

TABLE 1.3 – Les principaux dommages des biomatériaux

Classe de matériaux	Principaux problèmes rencontrés mal résolus
Métaux et Alliages métalliques	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Corrosion électrochimique et durabilité.</li> <li>– Mécanisme de dégradation non électrochimique incluant les interactions protéine/métal (biodégradation).</li> <li>– Réactions immunitaires et d'hypersensibilité.</li> <li>– Adaptation des propriétés mécaniques.</li> <li>– Propriétés de frottement et problèmes de débris.</li> </ul>
Céramiques	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Mécanismes, de dégradation et durabilité.</li> <li>– Résistance, à la fissuration.</li> <li>– Activité, de la surface.</li> <li>– Adhésion des protéines ou des cellules en surface.</li> </ul>
Polymères et Matière molle	<ul style="list-style-type: none"> <li>– Instabilité au rayonnement gamma (stérilisation).</li> <li>– Vieillessement physique et chimique.</li> <li>– Manque de base de données, de standard.</li> <li>– Stabilité hydrolytique.</li> <li>– Effets des enzymes sur la dégradation.</li> </ul>

Globalement, il apparaît que la dégradation des caractéristiques d'un biomatériau dans son milieu biologique peut se traduire :

- Soit par une altération de sa biosécurité, par exemple par libération de composants aux effets néfastes.
- Soit par une altération de sa biofonctionnalité.

De manière plus détaillée, pendant qu'il est en service dans l'organisme, le biomatériau peut subir une dégradation liée à sa fonction (biodégradation fonctionnelle), La fonction crée des contraintes essentiellement mécaniques qui peuvent entraîner :

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

Ainsi, le tableau présent regroupe la toxicité des différents métaux dans le corps humain :

TABLE 1.4 – Toxicité des différents métaux [10].

Métal	Quantité normale	Commentaires
Fe	4-5 g dans tout le corps	- Élément de l'hémoglobine (cellule rouge du sang). - Un des éléments traces les moins toxiques.
Co	Relatif à la quantité de B12	- Élément de la vitamine B12. - Pas de fonction biologique du Co libre. - Le Co pur peut être toxique pour les tissus osseux. - Les alliages Co-Cr ne sont pas toxiques. - Peut être carcinogène à haute dose.
Cr	$2.8\mu\text{ g} / 100\text{g}$ dans le sang	-Toxique et affectant la viabilité des cellules. -Diminue la synthèse de l'ADN. -Le chrome hexavalent est carcinogène.
Mn	12-20 mg dans tout le corps	- Élément essentiel dans les cellules. - Un des éléments traces les moins toxiques.
Mo	1-3 ppm, dans le foie	- Nécessaire à certaines enzymes pour fonctionner. - Toxique à haute dose. - Peut interférer avec le métabolisme du Ca et du P.
Ni	$5\text{ mg.L}^{-1}$ dans le sang	- Élément essentiel pour des activités biologiques limitées. - Toxique à haute dose et peut être carcinogène
Ag		- Pas inerte dans le corps. - Forte inhibition et effet bactéricide.
Ti		- Pas de fonction normale. - Non toxique. - Vitesse de corrosion très lente (si repassivation complète).
Al		- À des effets contraires. - Peut causer des déficiences dans la calcification de l'os et des désordres nerveux.
V		- Toxique : perturbation radicale des mécanismes enzymatiques. - Responsable de déficiences immunitaires cellulaires.
Pb		- Élément hautement toxique. - Formation rapide de fibroblastes et d'une couche de collagène.
Cu		-Poison cellulaire chronique. - Coloration du tissu.

## 1.9 Conclusion

La mise au point des biomatériaux de plus en plus performants et l'évolution rapide des techniques de mise en œuvre et de contrôle nécessitent de connaître mieux les biomatériaux et de maîtriser les techniques d'analyse les plus récentes tels que les tests *in vitro* et *in vivo* avant leur mise en service, le plus important est celui *in-vitro* qui est la condition indispensable à la validation de tel ou tel biomatériau. Ce chapitre donc a englobé une définition brève des biomatériaux, leurs caractéristiques biologiques et mécaniques, les différentes réactions du tissu hôte aux biomatériaux, ensuite un aperçu sur les biomatériaux métalliques et leurs domaines d'application.

# 2

## L'Acier Inoxydable Austénitique 316L

---

### Résumé

Ce chapitre est consacré à l'initiation aux aciers inoxydables austénitiques 316L, leur utilisation dans le domaine biomédical ainsi que les différentes formes de corrosion que peuvent subir, une idée sur la cinétique électrochimique de corrosion et de passivation a été évoqué également.

### Introduction

Les aciers inoxydables, couramment appelés inox, sont fréquemment employés dans plusieurs domaines tels que : vie quotidienne, industriel, agro-alimentaire, chimie, transports, médecine, chirurgie, ect.

Ces aciers possèdent d'excellentes propriétés mécaniques, une facilité de fabrication, un coût relativement faible par rapport aux autres métaux surtout pour les dispositifs médicaux implantables ainsi qu'une résistance raisonnable à la corrosion.

Les aciers inoxydables sont principalement des alliages de fer et de carbone, auxquels on ajoute essentiellement du chrome qui, au-delà de 10,5 % en solution (selon la teneur en carbone) dans la matrice, provoque la formation d'une couche protectrice d'oxyde de chrome qui confère à ces aciers leur inoxydabilité.

D'autres éléments peuvent être ajoutés, notamment le nickel qui améliore les propriétés mécaniques en général et la ductilité en particulier, et d'autres éléments comme le molybdène ou le titane qui améliorent la stabilité de l'alliage à des températures autres que l'ambiante ainsi que des éléments à hauts points de fusion comme le vanadium et le tungstène.

En général, l'élément d'alliage auquel les aciers inoxydables doivent leur principale caractéristique est le chrome, contrairement à ce que l'on croit généralement, ce métal est très réactif du point de vue chimique et il est en particulier très oxydable, mais son oxyde forme une véritable couche à la fois transparente et protectrice.

Allié au fer et au nickel, le chrome entraîne la formation d'un composé de surface oxydé capable de ralentir ou même d'arrêter totalement la corrosion, ce composé formé en surface est sous forme d'une couche passive qui confère au matériau une bonne résistance à la corrosion, mais la présence d'agents agressifs comme les chlorures détruisent cette passivation rendant ainsi la surface active, c'est pourquoi nous nous sommes intéressés à l'étude du comportement corrosif de l'acier inoxydable austénitique 316L.

## 2.1 Historique

En 1913, le métallurgiste Harry BREARLEY inventa le premier acier inoxydable tout en expérimentant un acier contenant du chrome et remarqua que celui-ci était plus résistant. Il contenait 0,24% de carbone et 12,8% de chrome, Il testa sa résistance en utilisant des agents attaquants tels que l'acide nitrique et il conclut que ce nouvel acier résistait à l'attaque chimique.

Durant la même année, KRUPP (Allemagne), fit expérimenter ce même mélange auquel fut ajouté du nickel, et remarqua par la suite que cet acier était encore plus résistant aux acides, plus souple et plus facile à travailler.

À partir de ces deux aciers, furent développées les séries martensitique et austénitique jusqu'à ce que Dr W.H HATFIELD, le successeur de BREARLEY, inventa en 1924 l'acier inoxydable (18% de chrome, 8% de Nickel), qui est le mélange le plus connu des inox. Il inventa aussi l'acier allié au titane. [38]

Les nuances les plus connues aujourd'hui furent inventées entre 1913 et 1935 en Angleterre, Allemagne, Etats-Unis et France, une fois ces qualités standards acceptées, l'accent fut mis sur une réduction du coût par une production de masse, pour ainsi, populariser l'utilisation de l'inox.

À partir des années 70, de nouveaux aciers inoxydables commencèrent à être développés. Ils ont une meilleure résistance à la corrosion, et sont encore plus solide que ceux développés en 1920. C'est à partir de ce moment que l'utilisation de ce matériau commença à augmenter [38].

## 2.2 Les aciers inoxydables

L'acier est un alliage métallique important très utilisé dans les domaines de la construction métallique et de la construction mécanique.

L'acier est constitué d'au moins deux éléments, le fer, très majoritaire, et le carbone, dans des proportions comprises entre 0,02% et 2% en masse.

Ainsi, un acier inoxydable est, d'après la définition de la norme NF EN 10020 est un acier qui contient au minimum 10,5 % de chrome et au maximum 1,2 % de carbone.

C'est la teneur en carbone qui confère à l'alliage les propriétés du métal qu'on appelle « acier ».

### 2.2.1 Caractéristiques mécaniques et chimiques des aciers inoxydables

Par rapport à leurs possibles substituts, les aciers inoxydables restent difficilement remplaçables au regard de leurs caractéristiques mécaniques élevées : résistance aux efforts, dureté et résistance aux chocs.

Les propriétés de résistance de ces alliages ont été découvertes en 1913 lorsque l'on s'aperçut que des échantillons polis en vue d'examen de laboratoire ne subissaient pas d'oxydation, en fait plusieurs caractéristiques ont été tirées :

- Les aciers inoxydables ne peuvent être corrodés à froid qu'en présence d'humidité. C'est ainsi qu'ils résistent au chlore, gaz pourtant très corrosif.
- Les aciers inoxydables se comportent de manière active lorsqu'ils viennent d'être usinés, décupés ou polis et de manière passive lorsque les attaques extérieures ont permis de former le film qui les protège.
- Une bonne utilisation des aciers inoxydables nécessite donc un métal d'une très grande homogénéité pour éviter des corrosions locales et un passage de l'état actif à l'état passif en tous les points de la surface exposée.

### 2.2.2 Différents types des aciers inoxydables

Il existe plusieurs types d'aciers inoxydables selon les différentes phases pouvant exister, on en cite :

- Les aciers martensitiques sont utilisés lorsque l'on recherche des caractéristiques de résistance mécanique élevées.
- Les aciers ferritiques ne prennent pas la trempe. On trouve dans cette catégorie des aciers réfractaires à haute teneur en chrome (jusqu'à 30 %).
- Les aciers austénitiques sont de loin les plus nombreux, en raison de leur résistance chimique très élevée, de leur ductilité comparable à celle du cuivre ou du laiton et aussi de leurs bonnes caractéristiques mécaniques.
- Les aciers austénito-ferritiques ont été développés en Suède dans les années 1930 pour améliorer la tenue à la corrosion des équipements utilisés dans les procédés de fabrication du papier sulfurisé. Ces nuances d'aciers ont été initialement créées pour lutter contre des problèmes de corrosion causés par la présence de chlore dans les eaux de refroidissement ainsi que d'autres constituants chimiques agressifs présents et véhiculés dans les fluides inhérents aux procédés de fabrication de ce papier.

## 2.3 Les aciers inoxydables austénétiques 316L

### 2.3.1 Introduction

La série 300 des aciers inoxydables austénétiques est largement utilisée et représente environ 50% de toute la production d'acier inoxydable. L'Acier inoxydable de grade 316 est le deuxième plus populaire de qualité dans la famille d'acier inoxydable [29].

L'acier inoxydable austénitique 316L est largement utilisé en chirurgie orthopédique, son intérêt dans ce domaine réside dans ses propriétés mécaniques et corrosives.

Les aciers inoxydables austénétiques de type 316L considérés comme matériaux d'implant sont parmi les matériaux les plus courants pour les applications orthopédiques, ces matériaux sont, à l'heure actuelle, un standard malgré leur coût de production relativement faible par rapport aux autres métaux mais ce dernier peut varier en fonction du coût d'achat des éléments d'addition comme le nickel, le chrome et le molybdène.

Dans cette partie, nous nous intéresserons à ce type d'acier austénitique, à son utilisation ainsi qu'à son comportement en milieu de corrosion.

### 2.3.2 Utilisation de l'acier inoxydable austénitique 316L dans le domaine biomédical

Les instruments chirurgicaux et médicaux (scalpels, aiguilles), ainsi que de nombreux dispositifs implantables comme les valves cardiaques, les pacemakers, les stents (endoprothèses vasculaires et urétrales), les dispositifs de fixation osseux (plaques, vis, broches), les prothèses (articulaires, orthopédiques) ou le matériel d'orthodontie (implants dentaires, appareils de contention) sont constitués d'acier inoxydable austénitique 316L [25].

Son utilisation pour ce type d'application est spécifiée par les normes NF EN ISO 7153-1, 5832-1 et 5832-9.

Dans le cas des outils médicaux et chirurgicaux, ce matériau présente de nombreuses propriétés intéressantes telles qu'une bonne résistance à la corrosion, facilité de nettoyage et de stérilisation, usinabilité (pièces de petite taille et de forme complexe) ainsi qu'une longévité et un coût raisonnable (recyclage possible).

De plus, il est possible de polir ce matériau jusqu'à l'obtention d'une finition de surface miroir, chose qui est très appréciée de part des médecins et des patients donnant un aspect propre, un procédé de polissage mécanique suivi d'un électro-polissage permet d'atteindre une rugosité de l'ordre du nanomètre, ce qui facilite le nettoyage et minimise les risques de corrosion.

Toutefois, les caractéristiques des différents fluides corporels (sang, lymphe, salive), comme par exemple la concentration en chlorure, peuvent initier un phénomène de corrosion localisée qui se manifeste par une libération contrôlée des ions  $\text{Cr}^{3+}$  et  $\text{Cr}^{6+}$ .

Donc un suivi rigoureux et régulier des implants et un retrait au bout de 6 à 12 mois sont nécessaires.

L'utilisation d'acier inoxydable austénitique est donc restreinte à la fabrication d'implants non permanents ou de matériel à usage unique (aiguilles, scalpels), malgré que ce matériau présente une excellente tenue mécanique (résistance à l'usure due aux frottements, ductilité et élasticité). De plus, sa résistance aux forces de traction et de rotation et son usinabilité en forment un matériau de choix pour la conception d'implants orthopédiques (prothèses, vis et broches), pour la chirurgie osseuse et pour la fabrication d'outillages chirurgicaux (fraises, mèches).

Afin de prévenir le phénomène de corrosion et améliorer la biocompatibilité, l'acier inoxydable est parfois recouvert d'un mince film d'or ou traité par un procédé de nitruration.

Tout comme dans le cas des industries agro-alimentaires et malgré les procédures drastiques de stérilisation et de désinfection (matériau, patient, personnel et salles d'opération), les implants et outils chirurgicaux peuvent être colonisés par des micro-organismes lors de l'intervention proprement dite ou dans les jours suivants [17].

Les conséquences peuvent être graves pour la santé du patient (inflammations, septicémies, dysfonctionnements de la prothèse) et nécessitent dans la majorité des cas un retrait de l'implant et un traitement antibiotique ou antifongique.

## 2.4 La corrosion des aciers inoxydables austénétiques 316L

### 2.4.1 Introduction

Il existe plusieurs types de corrosion des aciers, nous étudions en particulier pour notre étude la corrosion des aciers inoxydables austénétiques 316L dédiés aux prothèses orthopédiques.

Comme déjà indiqué, les aciers inoxydables sont des matériaux utilisés dans de nombreux domaines industriels grâce à leur très grande résistance à la corrosion généralisée, celle-ci est due à la formation d'une couche protectrice, appelée film passif, de quelques nanomètres d'épaisseur à la surface de l'alliage.

Ces mêmes aciers, en contrepartie, peuvent être sensibles à la corrosion localisée, en particulier la corrosion par piqûres (CPP) et la corrosion caverneuse (CC), et peuvent subir par conséquence un endommagement et des dégradations parfois importantes, la détection de ces types de corrosion joue donc un rôle important dans la prévention des risques tant sur le plan économique, qu'environnemental et sécuritaire [21].

### 2.4.2 Les différentes formes de corrosion de l'acier inoxydable 316L

Les aciers inoxydables 316L (17% Cr; 12%Ni; 2%Mo; 1.7%Mn et 0.02%C), comme la plupart des métaux passivables sont plutôt sensibles aux phénomènes de corrosion localisée [33]. Celle-ci est rendue possible par une rupture locale de l'intégrité de la couche passive sous l'action de contraintes mécaniques et/ou chimiques. Trois types de corrosion localisées sont répertoriés [13] :

### 1. Corrosion par piquêtes :

C'est la manifestation classique de l'attaque des chlorures sur les aciers inoxydables. Seule une faible surface externe est affectée, mais l'attaque se prolongeant en profondeur, la résistance mécanique de l'équipement est rapidement affectée [2]. Elle dépend dans une large mesure de la présence d'ions chlorures dans le milieu : c'est est une forme d'attaque localisée induite par dé-passivation locale dans des conditions localement réductrices comme montrée dans la figure suivante :

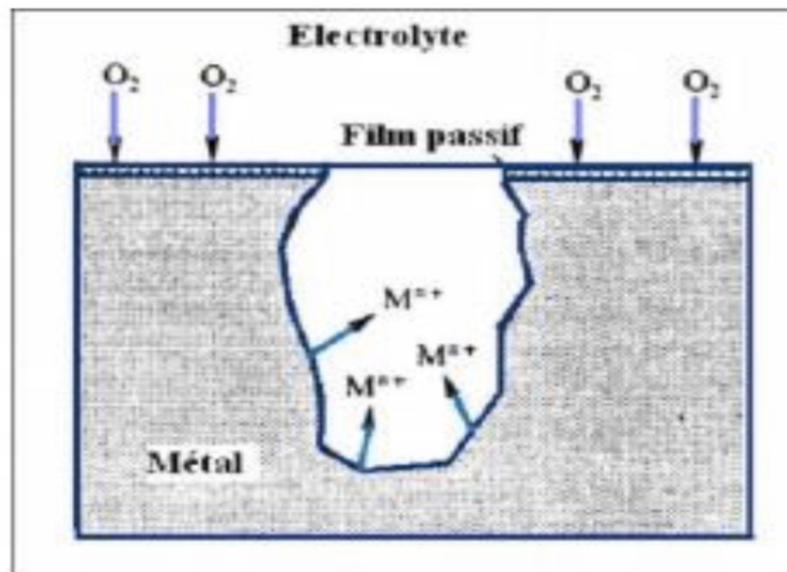


FIGURE 2.1 – Corrosion par piquêtes[3]

### 2. Corrosion caverneuse :

Elle est due à une différence d'accessibilité de l'oxygène entre deux parties d'une structure, créant ainsi une pile électrochimique. Cette attaque sélective du métal est observée dans les fissures et autres endroits peu accessibles à l'oxygène.

Tous les types d'aciers inoxydables sont susceptibles de subir une corrosion caverneuse (Joints, replis,...) [2]. Cette forme d'attaque est liée à des phénomènes d'hydrolyse et en conséquence, à une diminution locale du pH, les ions  $\text{Cl}^-$  jouent un rôle important ainsi dans cette attaque[37].

Nous pouvons observer dans la figure 2.2 une caverne de corrosion formée à la surface d'un acier inoxydable.

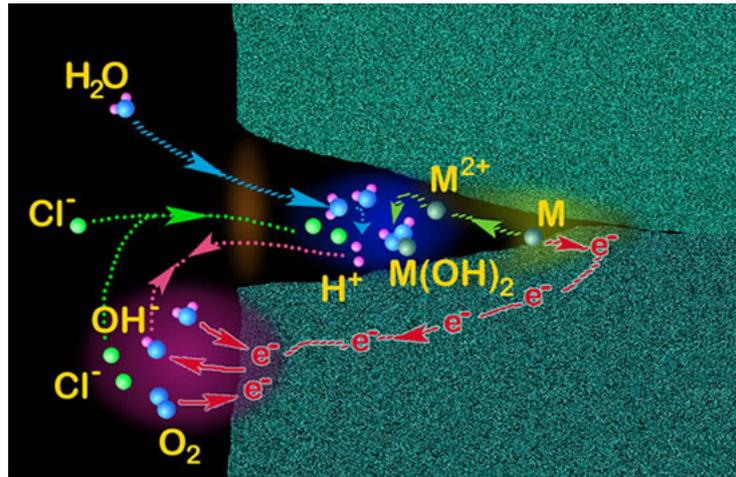


FIGURE 2.2 – Une caverne de corrosion

### 3. Corrosion sous contraintes :

La dernière forme de corrosion est la corrosion sous contrainte, connue sous le nom de «stress-corrosion craching» (SCC). Elle survient lorsqu'est combinée la présence d'un environnement corrosif à de fortes contraintes mécaniques. Dans le cas des milieux physiologiques, la résistance à la corrosion locale de l'acier inoxydable est sévèrement affectée sous l'application de contraintes mécaniques.



FIGURE 2.3 – Corrosion sous contrainte

### 2.4.3 Les facteurs influençant la corrosion de l'acier inoxydable 316L

La corrosion étant un problème d'interface métal/milieu, il est possible de classer les facteurs qui influencent les processus de corrosion en deux grandes rubriques : les facteurs liés au milieu et ceux liés au métal.

#### 1. Influence de l'oxygène :

L'oxygène joue un rôle important dans les mécanismes de corrosion du fer et des alliages de fer. La présence d'oxygène peut conduire à une modification des produits de corrosion formés à la surface du métal.

#### 2. Influence du pH [18] :

Le pH de la solution est un facteur susceptible d'affecter la stabilité du film passif, l'augmentation de l'acidité est l'augmentation dans la quantité de protons qui a tendance à déstabiliser le film passif, par conséquent, un milieu très acide freine la déprotonisation à laquelle la formation du film passif conduit et peut même provoquer la dissolution d'un film déjà formé.

#### 3. Influence de la salinité :

Les chlorures sont des ions agressifs souvent à l'origine de corrosions localisées, leur présence en solution aqueuse s'accompagne de deux effets complémentaires : d'une part, leur concentration locale induit une acidification du milieu, et, d'autre part, le film passif en surface du métal devient moins efficace car il devient plus instable et donc plus susceptible de se rompre localement, d'autres parts, la salinité a un effet sur la conductivité du milieu aqueux de telle sorte que la résistivité du milieu corrosif limite la distance sur laquelle le couplage est effectif.

#### 4. Influence de la température :

Généralement, l'augmentation de la température accélère les phénomènes de corrosion car elle diminue les domaines de stabilité des métaux et accélère les cinétiques de réactions et de transport, l'importance de son influence diffère cependant en fonction du milieu corrosif[5].

## 2.5 Cinétique électrochimique de corrosion et de passivation

### 2.5.1 Courbes de polarisation des aciers inoxydables austénétiques

Les courbes de la figure 2.4 illustrent les différents cas de l'évolution du potentiel dans le temps, cette évolution peut donner une indication sur l'évolution des phénomènes de corrosion ou de passivation.

- **Courbe a** : Le potentiel augmente au cours du temps, c'est le cas d'une passivation, c'est-à-dire, la formation d'une couche protectrice passivante.

- **Courbe b** : Le potentiel devient de plus en plus anodique, c'est le cas d'une attaque continue du métal.
- **Courbe c** : Le potentiel devient d'abord plus négatif puis tend vers des valeurs plus positives, c'est le cas d'une attaque suivie d'une passivation.
- **Courbe d** : Le potentiel devient d'abord plus noble puis tend vers des valeurs plus négatives, il s'agit d'un métal qui se passive mais la couche de passivation formée est instable ; elle se détruit après un certain temps.

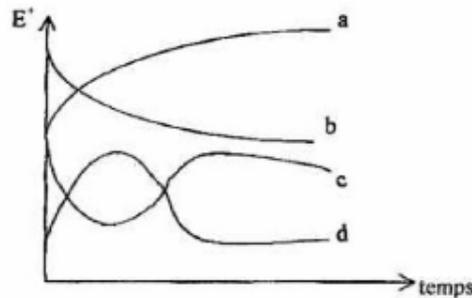


FIGURE 2.4 – Courbes de l'évolution du potentiel d'abandon en fonction du temps  $E=f(t)$ .

### 2.5.2 Courbe de polarisation anodique des aciers inoxydables austénétiques 316L

La figure 2.5 indique le tracé de la courbe de polarisation anodique d'un acier inoxydable, sa forme est caractéristique des alliages passivables sur lesquels se forme une couche superficielle qui devient protectrice.

On distingue cinq zones importantes dans la courbe de la figure 2.5 :

1. Une zone d'immunité : dans laquelle les conditions thermodynamiques de la corrosion ne sont pas réunies.
2. AB : Une zone de croissance de la densité de courant de telle sorte que la corrosion devient active.
3. BC : Une zone de décroissance à partir d'une valeur  $E_p$  (potentiel critique de passivation) ; le métal commence à se recouvrir de la couche passive, l'intensité du courant de corrosion diminue, zone de pré-passivité.
4. CD : Une zone de courant faible ou le métal est passif.
5. DE : Enfin une zone de croissance appelée zone de trans-passivité ou la corrosion peut de nouveau s'amorcer.

En règle générale, seules les trois zones principales : activité, passivité et trans-passivité sont mises en schéma.

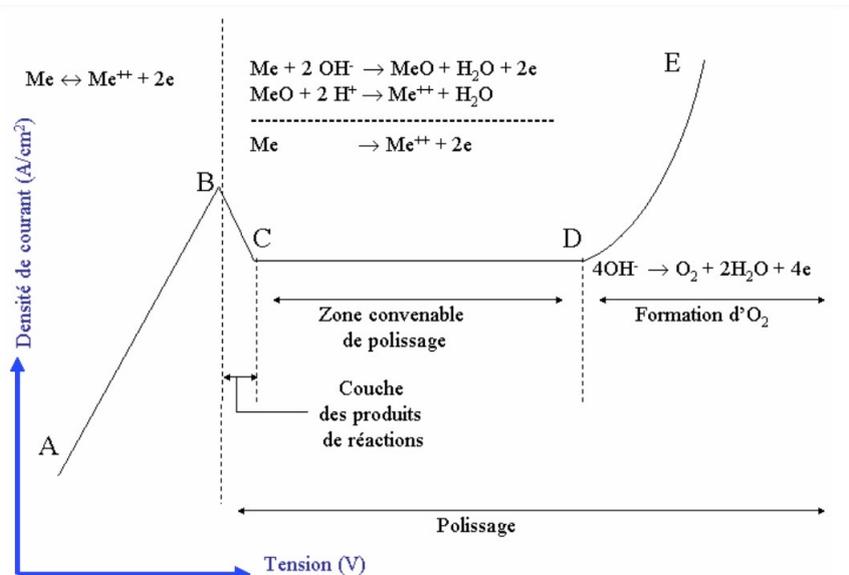


FIGURE 2.5 – Evolution du courant anodique et traduction électrochimique des phénomènes de passivité sur le courbe  $i = f(E)$ .

En ce qui concerne les aciers inoxydables de type 316L, lorsque l'on impose progressivement une surtension positive au système, le courant anodique augmente jusqu'à ce que potentiel imposé soit égal au potentiel critique "point B" qui est caractérisé par le courant critique "Icrit", au potentiel critique, le courant n'augmente plus et commence à diminuer notablement suite à la formation d'une couche constituée par des espèces oxydées.

En fait, dans le cas des aciers inoxydables, ce sont les hydroxydes et oxydes de chrome de l'alliage qui jouent un rôle important voire primordial dans cette passivation puisque la teneur minimale en chrome dans l'alliage pour obtenir une passivation naturelle se situe entre 12 et 18 % selon le milieu ambiant.

La caractéristique principale d'un acier inoxydable 316L est sa capacité à former une couche mince appelée film passif sur sa surface, ce film résulte d'un processus continu d'oxydation ainsi l'oxygène est nécessaire pour que le film passif existe et se maintienne, la formation de ce film empêche la corrosion de se développer.

## 2.6 La passivation

C'est une formation de la couche d'oxyde protectrice au contact de l'oxygène. Par ce moyen, le métal acquiert sa résistance à la corrosion.

### 2.6.1 Description du phénomène de passivation

Certains métaux et alliages, lorsqu'ils sont immergés dans un milieu électrolytique, vont certes, donner lieu à un phénomène de dissolution, mais celui-ci va être caractérisé par une vitesse d'attaque extrêmement faible, ces matériaux sont dans un état dit passif.

Une expérience réalisée par Faraday en 1835 permet d'illustrer ce phénomène : un échantillon de fer plongé dans l'acide nitrique dilué donne lieu à une attaque importante accompagnée d'un dégagement d'hydrogène, l'échantillon est actif, par la suite un échantillon identique, immergé dans une solution d'acide nitrique concentrée, va donner lieu dans un premier temps au même phénomène puis, la réaction s'arrête très rapidement et la vitesse de corrosion est quasiment nulle, ce dernier échantillon immergé dans l'acide nitrique dilué ne donne alors pas d'attaque : l'échantillon est en effet passif, c'est-à-dire qu'il est recouvert d'une couche passive [19].

La figure 2.6 montre le mécanisme de passivation de l'acier inoxydable 316L.

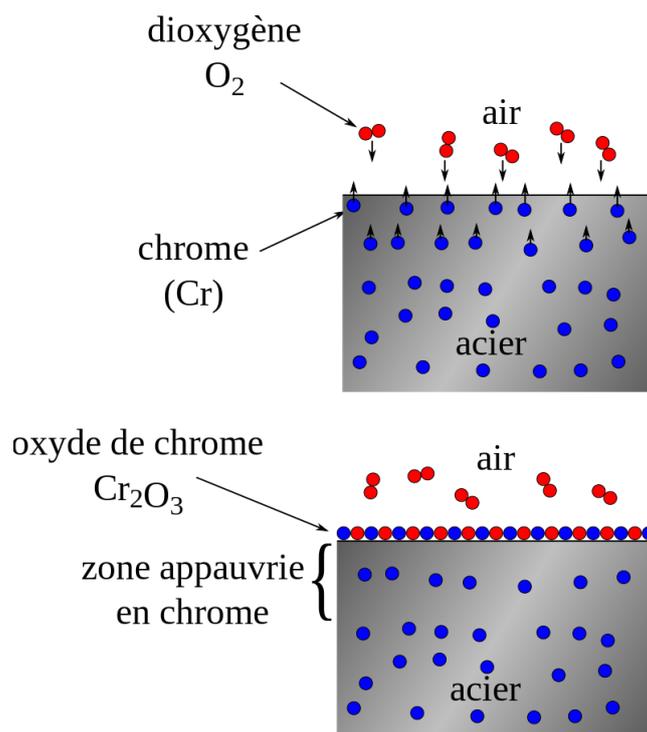


FIGURE 2.6 – Mécanisme de passivation de l'acier inoxydable 316L

### 2.6.2 Nature du film passif

Cette passivité est due à l'existence en surface d'un mince film protecteur, constitué d'oxyde ou d'hydroxyde formé à partir des produits de corrosion du matériau dans le milieu considéré. Ce film passif constitue une barrière vis-à-vis de la corrosion par ralentissement du transfert des cations depuis le métal vers le milieu.

Dans le cas des aciers inoxydables, la bonne tenue à la corrosion est due à la présence du chrome, une teneur au moins égale à 11,5% en poids, ceci favorise l'existence d'une couche d'oxyde de chrome  $Cr_2O_3$  sur la surface de l'acier, qui se forme d'ailleurs spontanément.

La composition de la couche passive se modifie, elle est alors constituée d'un mélange d'oxydes et d'hydroxydes de fer et de chrome.

L'épaisseur de ce film formé sur les aciers inoxydables est très faible de l'ordre de quelques nanomètres, Par contre, pour d'autres matériaux comme le titane, le niobium ou encore

le tantale, l'épaisseur de la couche passive est plus importante. Si ce film est protecteur, sa stabilité est toutefois précaire, son intégrité peut-être altérée par de nombreux agents chimiques, physiques et mécaniques ; il risque d'en résulter des attaques localisées alors que le métal est bien protégé vis-à-vis de la corrosion générale ou uniforme.

Pour renforcer les caractéristiques du film passif, l'emploi d'éléments d'addition judicieusement choisis dans le métal peut s'avérer fructueux, ainsi l'addition de molybdène va augmenter la résistance à l'attaque localisée par piqûre des aciers inoxydables austénitiques en milieu chloruré [19].

### 2.6.3 Film passif sur l'acier inoxydable austénétique

Le film passif formé sur l'acier inoxydable austénitique est duplex en nature, se composant d'une barrière intérieure à pellicule d'oxyde et d'un dépôt externe de film d'hydroxyde ou de sel, la passivation aura lieu par la formation rapide des complexes hydratés surface-absorbés des métaux qui sont suffisamment stables sur la surface d'alliage[29].

Les trois éléments : le nickel, le manganèse et l'azote sont les plus utilisés généralement comme stabilisateur de l'austénite, et qui contribuent à la passivité, le chrome un ingrédient d'alliage important, est en soi très résistant à la corrosion et est trouvé dans une plus grande abondance dans le film passif que le fer, qui est l'élément principal dans l'alliage.

### 2.6.4 Phénomène de rupture de la passivité

La rupture du film passif dans une situation de corrosion localisée telle que la corrosion par piqûres ou par effet de crevasse est généralement considérée comme se développant en deux étapes :

1. la germination : au cours de laquelle des sites stables de corrosion se forment sur la surface.
2. la propagation : au cours de laquelle ces sites se développent latéralement et en profondeur.

Une repassivation de ces sites peut se produire dans des conditions favorables, c'est pourquoi, certains auteurs distinguent une étape intermédiaire qu'ils appellent étape de piqûres méta-stables ou étape de pré-piqûration [35].

### 2.6.5 Théorie de la dépassivation et de la repassivation

Le film passif est considéré comme un système dynamique dans lequel une compétition a lieu entre la dissolution du métal et la formation du film, c'est-à-dire entre la rupture du film et sa repassivation.

La repassivation est freinée par la présence d'ions agressifs ou par le potentiel anodique, donc en présence de hautes concentrations en chlorure ou sous une polarisation anodique suffisamment élevée, la repassivation ne peut plus se produire au sein de quelques piqûres ; cela mène au début d'une dissolution locale du métal[9].

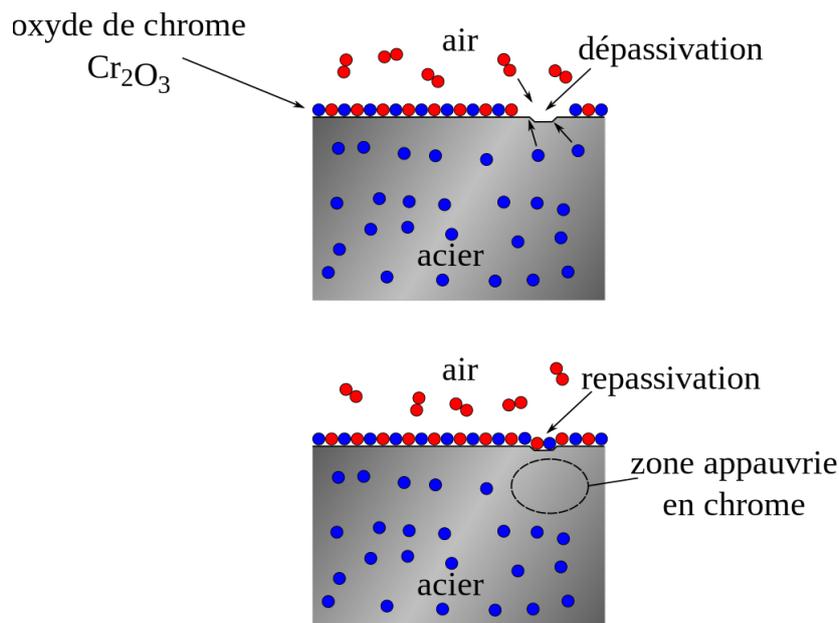


FIGURE 2.7 – Mécanisme de repassivation de l'acier inoxydable 316L

## 2.7 Méthodes électrochimiques

Les méthodes électrochimiques sont basées sur des réactions d'oxydoréductions qui sont le siège d'un échange d'électrons entre l'oxydant et le réducteur.

### 2.7.1 Les droites de Tafel

La vitesse de corrosion peut être déterminée à partir de l'exploitation des courbes intensité-potentiel.

Par construction anode et cathode, peuvent être séparées et le courant de corrosion  $I_{\text{corr}}$  qui est l'intensité commune des composantes anodique et cathodique au point de courant nul peut être estimé directement.

Au potentiel d'équilibre correspond le potentiel de corrosion et le courant de corrosion.

L'impossibilité de calculer  $I_{\text{corr}}$  à l'aide de la seule valeur du potentiel de corrosion conduit naturellement à exploiter la forme de la courbe courant-tension au voisinage de ce point, là où les composantes anodiques et cathodiques contribuent de manière appréciable au courant global.

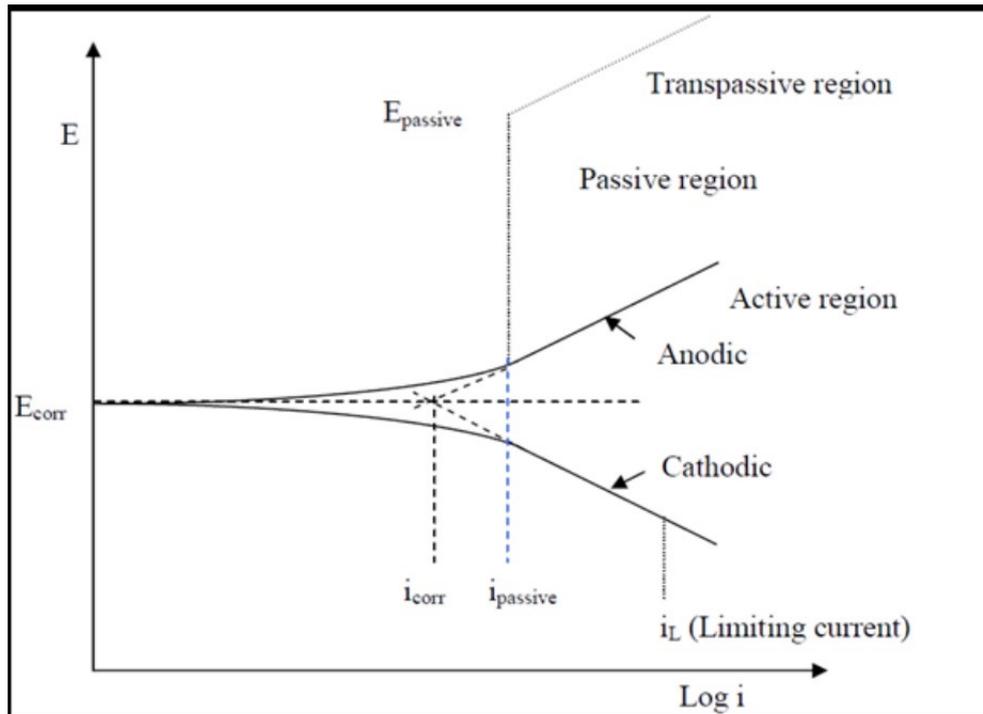


FIGURE 2.8 – Diagramme des courbes de polarisation montrant les régions anodiques et cathodiques et la méthode d'extrapolation de Tafel dans l'estimation du potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ) et la densité du courant de corrosion ( $i_{corr}$ ) [15]

## 2.7.2 Potentiel de corrosion

La potentiométrie est une méthode qui consiste à suivre l'évolution du potentiel à l'abandon ou potentiel de corrosion ( $E_{corr}$ ) en fonction du temps.

C'est la tension d'un métal ou d'un alliage métallique mesurée par rapport à une électrode de référence lorsqu'aucun courant ne s'écoule de ou vers cet échantillon.

L'unité de mesure est le V/ref.

Les courbes potentiel/temps permettant d'apprécier les modifications de la surface de l'échantillon en fonction du temps d'immersion dans le milieu. Les variations de potentiels de corrosion enregistrées renseignent sur la dégradation, la passivation ou l'immunité d'une surface métallique.

Cependant, le déplacement du potentiel de corrosion d'un métal vers des valeurs plus nobles n'est pas toujours corrélé avec une augmentation de la résistance à la corrosion. Il est donc indispensable de mesurer parallèlement la valeur de l'intensité de courant de corrosion.

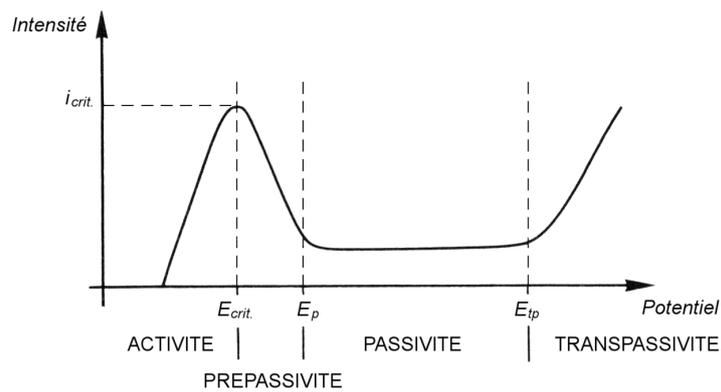


FIGURE 2.9 – Courbe de polarisation d'un alliage métallique passivant

## 2.8 Conclusion

Cette étude bibliographique portant sur les aciers inoxydables austénétiques 316L et leur dégradation par corrosion, a été pour nous une occasion de renforcer nos connaissances sur ces aciers spéciaux qui se trouvent dans plusieurs domaines d'application. Il nous été permis également de mettre au jour les spécificités de leur historique, types et surtout d'avoir une idée sur les différents types de corrosion de ces aciers ainsi que les méthodes électrochimiques d'exploitation.

# 3

## Les Prothèses Totales de Hanche (PTH)

---

### Résumé

Ce chapitre définit les différentes caractéristiques des prothèses totales de hanche ainsi que leur fonctionnement, une idée sur les différentes formes de la biodégradation de ces prothèses de même que les facteurs menant à leur détérioration.

### 3.1 Introduction

Les progrès de la chirurgie orthopédique sont en grande partie liés au développement des technologies, l'industrie a pris alors un rôle essentiel en produisant des prothèses orthopédiques et en construisant des matériels de plus en plus élaborés, cependant il est indéniable que ces implants orthopédiques au cours des années présentent des complications in-vivo qui nécessitent dans la plupart des cas des ré-interventions.

Aujourd'hui, grâce à la collaboration entre chirurgiens et ingénieurs, le succès de la chirurgie orthopédique fait appel à des prothèses orthopédiques de plus en plus performantes, la qualité de ces dernières dépend essentiellement de la nature du matériau utilisé pour leur fabrication. Les prothèses sont de plus en plus utilisées pour remplacer les articulations défectueuses du corps humain (hanche, genou, épaule, cheville...), malgré que le succès des prothèses pour calmer la douleur est regagner une mobilité quasi normale, l'amélioration de leur durée de vie reste un objectif recherché.

Le marché actuel des prothèses totales de hanche compte différents modèles qui sont presque tous très semblables bien que différents, tant au niveau de leurs formes, des matériaux utilisés ou de leur revêtement de surface. Cependant, il a été montré que de faibles différences ou des modifications même apparemment discrètes des caractéristiques d'un implant pouvaient conduire à des différences significatives du comportement clinique à court ou à long terme. L'évaluation d'un implant, en termes de contrôle de qualité ne peut se faire en définitive que par l'investigation clinique.

## 3.2 Définition de base

### 3.2.1 Les prothèses orthopédiques

La prothèse orthopédique est un dispositif mécanique adapté de manière à reproduire la forme et autant que possible la fonction d'un membre perdu ou absent. Le remplacement du membre par un substitut artificiel est réalisé par un chirurgien spécialisé.[30]

Autrement dit, une prothèse orthopédique a donc pour but de remplacer une partie de l'appareil locomoteur dans toutes ses fonctions : transmission des efforts, mouvements, et amortissement, les prothèses orthopédiques doivent donc remplacer une ou plusieurs des fonctions de différents types de tissus : os, cartilage, tendons et ligaments.

Les matériaux employés en orthopédie sont donc de natures différentes selon l'application , depuis les matériaux autogènes (prélevés sur le patient à soigner, dans un site sain) jusqu'aux matériaux de synthèse issus des différentes familles (métaux, céramiques, polymères). Ces matériaux doivent tous avoir en commun d'être parfaitement compatibles avec l'environnement biologique.

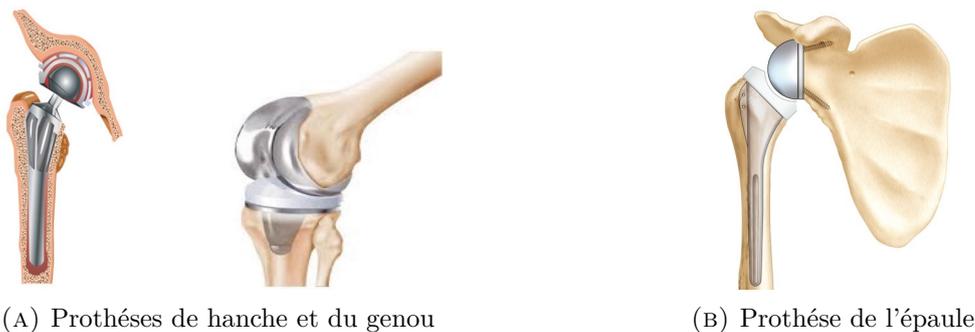


FIGURE 3.1 – Différentes prothèses orthopédiques

### 3.2.2 Évolution des prothèses orthopédiques

La fabrication des prothèses est véritablement devenue une science à la suite des mutilations occasionnées par les différentes guerres qui ont marqué le XXe siècle. Les jambes artificielles articulées au genou et à la cheville ainsi que des prothèses de hanche ont été capable de redonner une mobilité et une démarche pratiquement normale aux soldats mutilés.



(A) Prothèse de genou en bois recouvert de bronze



(B) Prothèse d'orteil de l'Égypte antique

FIGURE 3.2 – Anciennes prothèses orthopédiques connues dans l'histoire

Au fil des années, l'avancée technologique et l'utilisation des alliages de métaux ont permis de fabriquer des membres artificiels à la fois légers et résistants. Les polymères synthétiques par exemple, qui sont maintenant utilisés, donnent une apparence naturelle au matériau qui recouvre certaines prothèses.

### 3.3 Types des Prothèses Orthopédiques

La spécialité chirurgicale qui se consacre à la mise en place des prothèses a pour but de remplacer un organe ou un membre en partie ou en totalité, grâce à un appareil qui reproduit leurs formes et assure les mêmes services dans la mesure du possible comme par exemple : prothèse de hanche, prothèse dentaire, oculaires,...ect.

En orthopédie, ces dispositifs sont délivrés sur prescription médicale, et sont réalisés sur mesure par des professionnels diplômés et agréés : les orthoprothésistes.

Nous distinguons plusieurs types de prothèses :

#### 1- Les prothèses de membres inférieurs :

- Prothèses de pied.
- Prothèses de jambe.
- Prothèses de genoux.
- Prothèses de cuisse.
- Prothèses de cheville.
- Prothèses de hanche.

#### 2- Les prothèses de membres supérieurs :

- Prothèse de main.
- Prothèse de bras.
- Prothèse de l'épaule.

— Prothèse du coude

Nous étudions dans ce travail les prothèses totales de hanche (P.T.H).

### 3.4 La prothèse totale de hanche

Une prothèse de hanche est un implant qui remplace l'articulation de la hanche en raison le plus souvent d'une usure du cartilage appelée « arthrose ».

Nous parlons de prothèse totale car elle remplace à la fois la tête du fémur et la cavité du bassin (cotyle).

La hanche est une articulation synoviale sphéroïde, dont les deux fonctions essentielles sont la transmission des charges physiologiques et la locomotion du corps humain. Elle relie l'os du bassin à la tête proximale du fémur. La stabilité du squelette humain dépend en grande partie de la persistance et de la qualité fonctionnelle de cette articulation.

D'une manière générale, une P.T.H est composée de deux parties principales ; une tige fémorale coiffée d'une boule, celle-ci remplace la tête du fémur et s'articule avec la cupule prothétique comme montré dans la figure 3.3a.

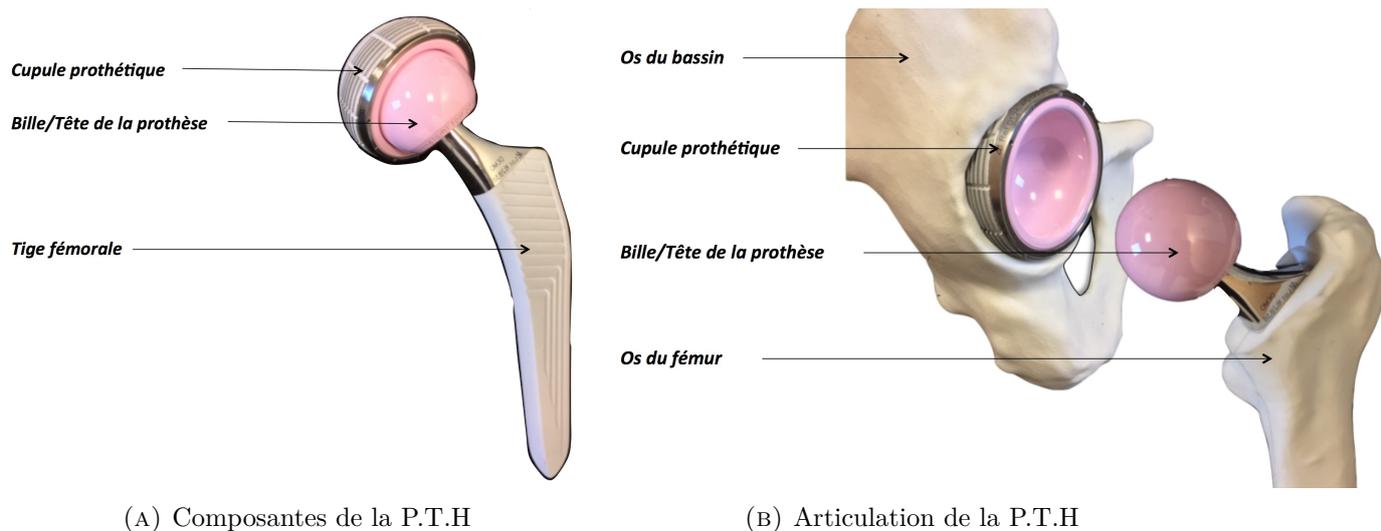


FIGURE 3.3 – La prothèse totale de hanche

Il existe de nombreux modèles de P.T.H, ceux-ci diffèrent selon leur mode de fixation, la nature des surfaces de frottement, la taille de la tête fémorale prothétique, ainsi qu'à leurs mode de fixation (cimenté ou non cimenté).

#### 3.4.1 La population concernée par les prothèses totales de la hanche

La mise en place d'une prothèse totale de la hanche est classiquement envisagée à partir de l'âge de 60 ans, la durée de vie de cet implant dépasse aujourd'hui souvent les 25 ans. En dessous de l'âge de 60 ans, il faut prendre en compte l'importance de l'handicap.

Chez les jeunes patients, l'arthrose est souvent secondaire à un traumatisme, à une anomalie congénitale. L'amélioration des techniques de reprise chirurgicale fait moins hésiter à proposer la mise en place d'une prothèse de hanche chez les patients plus jeunes, en effet si la durée de vie escomptée de la prothèse est de l'ordre de 25 ans, les possibilités de changement de prothèse lorsque celle-ci est usée ont modifié le problème, de la sorte, il n'est plus d'usage de faire attendre un sujet jeune, très handicapé, jusqu'à l'âge de 60 ans pour envisager cette intervention [6].

Le placement d'une prothèse se fait dans le cadre d'une intervention chirurgicale appelée arthroplastie.

### 3.4.2 Les caractéristiques de la P.T.H

Les P.T.H. sont différentes les unes des autres par leur architecture, par la forme de la tige, par l'aspect de la surface lisse, brillante ou mate, finement granuleuse, par la nature du matériau utilisé (acier inoxydable, chrome cobalt, titane) et dont les caractéristiques mécaniques sont différentes, une P.T.H comme montré dans la figure 3.4 se compose de 3 parties : la cupule, la tige fémorale et la tête fémorale intercalée entre la cupule et la tige [1] :

1. **La cupule** : Il s'agit d'une pièce creuse qui est scellée dans le bassin recevant la tête prothétique. Elle peut être faite avec le même matériau que la tête ou bien en polyéthylène.
2. **La tête fémorale** : C'est l'extrémité de la prothèse fémorale qui s'articule avec la cupule pour former l'articulation prothétique. Elle peut être indépendante de la tige ou non, nous les différencions par leur diamètre : 22mm, 28mm, 32mm et leurs matériaux de base. La tête fémorale peut être également soit en acier, alliage cobalt-chrome ou en céramique (alumine, zircone ou composite alumine-zircone).
3. **La tige fémorale** : C'est la partie basse de la P.T.H qui prend en charge les contraintes. Elle est introduite dans le fémur après préparation de celui-ci. Elle peut être scellée dans le fémur à l'aide de ciment acrylique, c'est le cas des tiges dites « droites », ou bloquée en force dans le canal du fémur, c'est le cas des tiges « anatomiques » qui épousent la morphologie de l'os, et qui peuvent être non cimentées et recouvertes d'hydroxyapatite. Elle est le plus souvent en alliage base titane (TA6V) ou en acier inoxydable (316L).

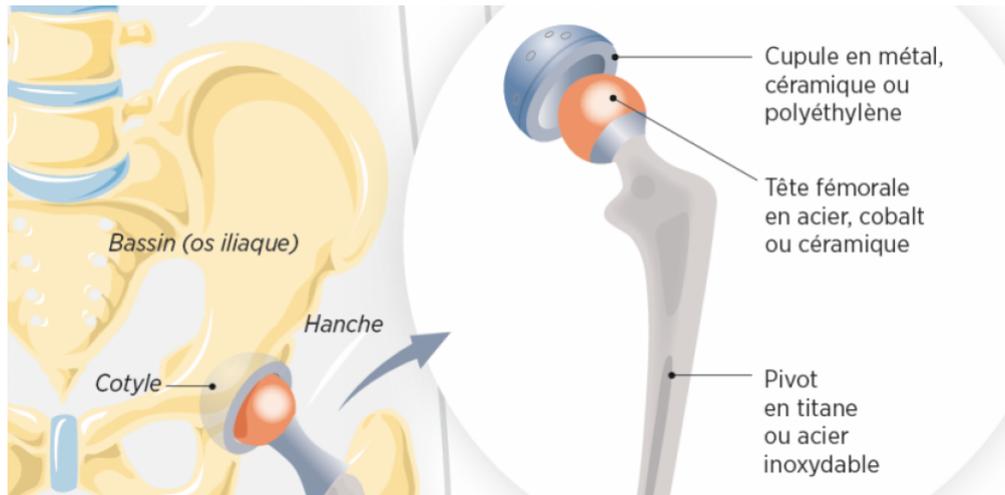


FIGURE 3.4 – Les composants d'une PTH

Néanmoins, les P.T.H de première intention, l'implant doit réaliser une forte résistance aux efforts. En effet, au cours de la marche, l'effort vertical entraîné au niveau de la hanche un est d'environ 3 à 4 fois le poids du corps [8].

La course, le saut, la descente brutale de marches d'escaliers entraînent des efforts plus importants atteignant 6 à 7 fois le poids du corps, d'où la nécessité d'un matériau résistant et d'une forme géométrique éliminant toute concentration de contraintes en zone fragile [16].

La cause du descellement est essentiellement la résorption osseuse dont plusieurs facteurs peuvent être à l'origine : excès ou insuffisance de contraintes, réaction à un corps étranger.

Le « stress shielding » est le phénomène souvent cité pour décrire l'absorption des contraintes osseuses proximales par l'implant, qui les restitue par son extrémité distale[8].

La liaison tête-cupule assure le mouvement de la jambe par rapport au bassin, la tête et le cupule doivent donc résister à des efforts mécaniques importants. En effet, par le jeu de la géométrie de l'articulation, les prothèses de hanche supportent quatre fois le poids du corps en fonctionnement normal et jusqu'à dix fois le poids du corps en cas de chute. Elles sont soumises à l'environnement du corps humain (solution saline concentrée, biomolécules) et à des frottements répétés (1 à 2 millions de cycles de marche par an), elles doivent également être parfaitement biocompatibles.



FIGURE 3.5 – Emplacement de la P.T.H

### 3.4.3 La durée de vue d'une P.T.H

Théoriquement, la prothèse de hanche peut donner satisfaction à plusieurs années. C'est le cas chez les personnes âgées, sollicitant peu leur prothèse. Toutefois chez les patients les plus jeunes, très actifs, et dont l'espérance de vie est longue, il y a un risque sérieux de descellement de la prothèse à long terme. Ainsi après 15 ans, parfois moins, la réapparition de douleur de hanche doit faire craindre le descellement. Si celui-ci est symptomatique ou radio-logiquement important, un changement de prothèse peut être nécessaire. Le résultat des "reprises" de prothèse de hanche est globalement bon mais souvent inférieur à celui des prothèses de première intention[32].

### 3.4.4 Les complications tardives des P.T.H

Les complications tardives sont essentiellement mécaniques et représentent la cause principale des changements de prothèse.

Parmi celles-ci, il y a l'usure et le descellement :

- **L'usure** : elle est due au frottement de la tête de la prothèse fémorale habituellement métallique à l'intérieur de la cupule qui peut être soit en métal ou en polyéthylène. Le couple de frottement métal/polyéthylène est le plus utilisé dans le monde.
- **Le descellement** : celui-ci provoque des micro mouvements des pièces prothétiques qui ne sont plus fixées à l'os, peu à peu, cette micro mobilité va entraîner l'apparition de douleurs, radio-logiquement, les pièces prennent du jeu et on voit apparaître un liseré qui témoigne du descellement.

Dans la partie suivante, nous allons décrire les différentes zones de dégradation d'une prothèse totale de hanche.

### 3.4.5 Conséquences, réponses de l'organisme

Tout d'abord, la rupture d'implant due à l'usure reste très rare. Lorsqu'elle est constatée, elle est causée par un défaut de fabrication des éléments de la prothèse.

En effet, l'os peut se briser par l'action conjuguée du frottement, de la génération de débris métalliques et/ou de ciment chirurgical, et de réactions biologiques.

Un acier inoxydable possède en surface une couche protectrice dite couche passive d'une épaisseur comprise entre 2 et 4 nm, composée d'oxydes et d'oxyhydroxydes de chrome et de fer[23].

Le frottement peut endommager ou détruire cette couche et permettre la dissolution d'ions métalliques. Sans vouloir détailler tous les mécanismes biologiques, nous allons donner certains éléments pour comprendre la modification des réactions biochimiques en présence d'ions métalliques ou d'oxydes. En présence de cellules, comme il peut se former des complexes entre les protéines et les cations métalliques, nous observons alors un déplacement d'équilibre dans le sens de la production de cations, i.e. l'augmentation de la vitesse de la réaction de dissolution.

Ce raisonnement est applicable aux aciers inoxydables, il semblerait qu'il ne puisse l'être à l'alliage de titane Ti-6Al-4V [40], les cations tels que  $\text{Cr}^{3+}$  ou  $\text{Fe}^{3+}$  diminuent l'activité cellulaire en laboratoire, il a été observé, de plus, que les produits de corrosion de l'acier 316L, composés d'ions, d'ions associés à des ligands protéinés et d'oxydes ferreux et/ou ferriques présentaient une toxicité équivalente à celle d'une solution d'eau distillée de  $\text{Cr}^{6+}$  ; ce dernier est un des cations les plus toxiques pour l'organisme [34]. Plusieurs mécanismes d'action sont proposés pour expliquer la toxicité dont la modification de l'activité des enzymes comme la phosphatase alcaline.

Un implant est donc reconnu comme un corps étranger, des processus immunologiques se déclenchent et des macrophages adhèrent à la surface du matériau [36], c'est ce que nous appelons une production des nettoyeurs de l'organisme.

## 3.5 Biodégradation mécanique et corrosive des prothèses totales de hanche

### 3.5.1 Fonctionnement de l'articulation fémorale

L'articulation de la hanche ou articulation coxo-fémorale est schématisée dans la figure 3.6, l'articulation est composée de : l'os coxal qui comporte une cavité hémisphérique appelée cotyle à l'intérieur de laquelle vient se positionner la tête fémorale. Le diamètre du cotyle est de 40 à 60 mm chez l'adulte pour 25 à 30 mm de profondeur. La tête fémorale, supportée par le col du fémur représente les deux tiers d'une sphère de 40 à 60 mm de diamètre [20].

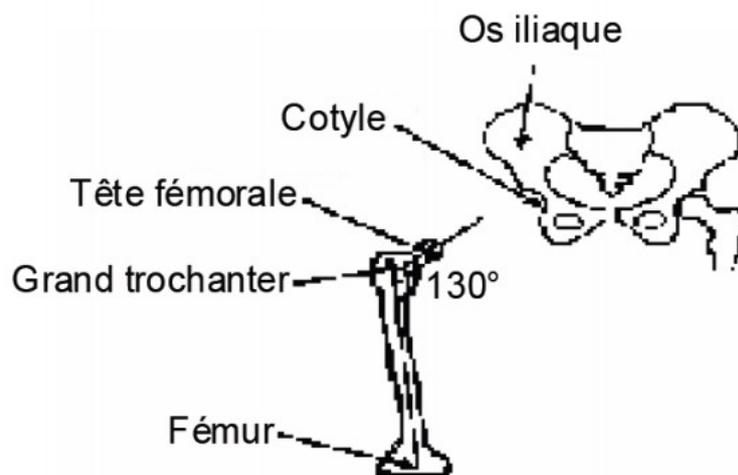


FIGURE 3.6 – Articulation coxo-fémorale

Le col fémoral, long de 35 à 45 mm, qui fait un angle d'environ  $130^\circ$  par rapport à l'axe fémoral.

Une prothèse totale de hanche remplace donc la tête fémorale, le grand trochanter et une partie du fémur. Elle supporte un effort lié au poids du corps et assure la liaison rotule au niveau de la cotyle.

Nous allons nous intéresser dans ce qui suit à l'étude des phénomènes de biodégradation des prothèses totales de hanche.

### 3.5.2 Définition de la biodégradation

La biodégradation est la détérioration des caractéristiques mécaniques et corrosives d'un biomatériau créée par l'environnement biologique dans lequel il fonctionne.

### 3.5.3 Les effets lentement destructeurs menant à la biodégradation

#### 1. La fatigue

C'est un phénomène causée par dégradation interne d'un matériau soumis à des efforts répétés supérieurs à la limite d'endurance et 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.

Ce phénomène peut se produire dans les métaux et les polymères, 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, 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.

#### 2. Faciès d'une rupture par fatigue

Ils sont caractérisés par la présence de stries qui attestent de la succession de petits endommagements, et par une zone de fracture classique, provoquée par la perte de résistance de la pièce due à l'accumulation de ces petits endommagements.

#### 3. La corrosion

C'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.

#### 4. Les sollicitations mécaniques

Les sollicitations mécaniques que subit un biomatériau en service déterminent :

- Le choix du matériau.
- Le dessin de la prothèse.

Les ruptures peuvent en principe être protégées par un dessin optimal. Les micros dégradations provoquées par la multiplicité des sollicitations ne peuvent pas être évitées, leur accumulation conduit à la rupture par fatigue.

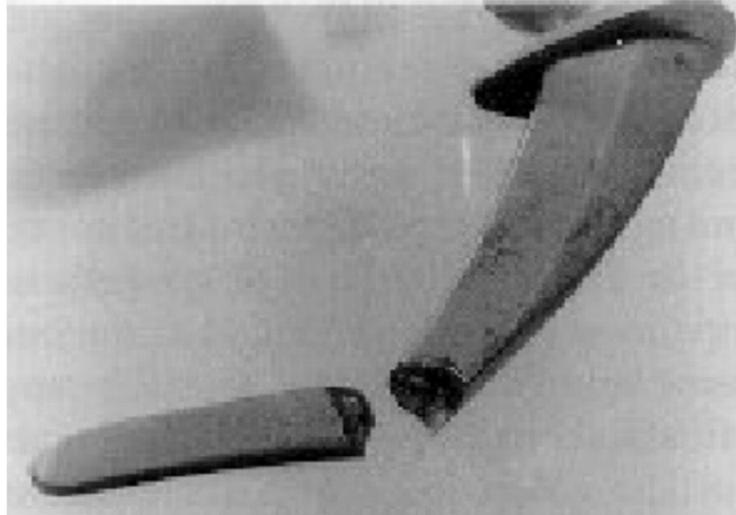


FIGURE 3.7 – Rupture par fatigue de la tige d'une prothèse fémorale.

#### 5. Contraintes chimiques

L'environnement biologique varie selon la mise en service du biomatériau qui peut être :

- Totalemment enfoui : comme en orthopédie, cardio-vasculaire, interoculaire et expansion tissulaire.
- Partiellemment enfoui : comme en dentologie.
- Exposé : comme dans les peaux artificielles, prothèse tissulaire.

Les fluides corporels généralement sont peu agressifs, mais contenant souvent les chlorures et les phosphates (effet tampon) ainsi que la teneur en oxygène qui influence la dégradation aussi.

#### 6. Les contraintes biologiques

Ce type de contraintes concernent la bioadhésion des molécules, cellules et bactéries à la surface du biomatériau.

Les conditions d'adhésion varient fortement selon les paramètres de la tension de surface ainsi que la nature biologique des composants en présence.

Les biomatériaux se dégradent préférentiellement sous les amas de macro-molécules, de cellules ou de tissus.

### 3.5.4 Les types de la biodégradation des P.T.H

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

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

Il existe plusieurs types de biodégradation des , on en cite :

### 1. la biodégradation de la surface

Les biodégradations de surface par usure, corrosion, trauma ou mécanismes bactériens libèrent des métabolites ou des ions, qui sont alors disponibles pour les bactéries dans un micro-environnement de bio-film.

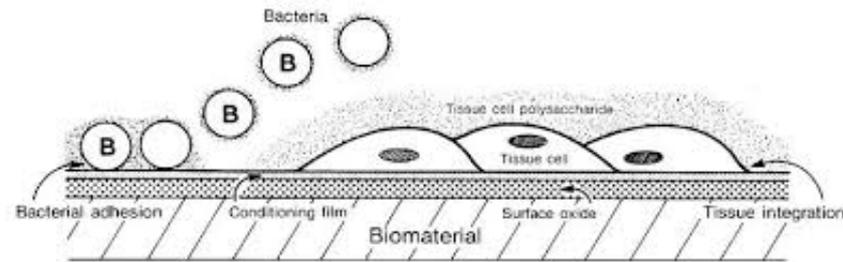


FIGURE 3.8 – Conditions générales de la biodégradation de surface

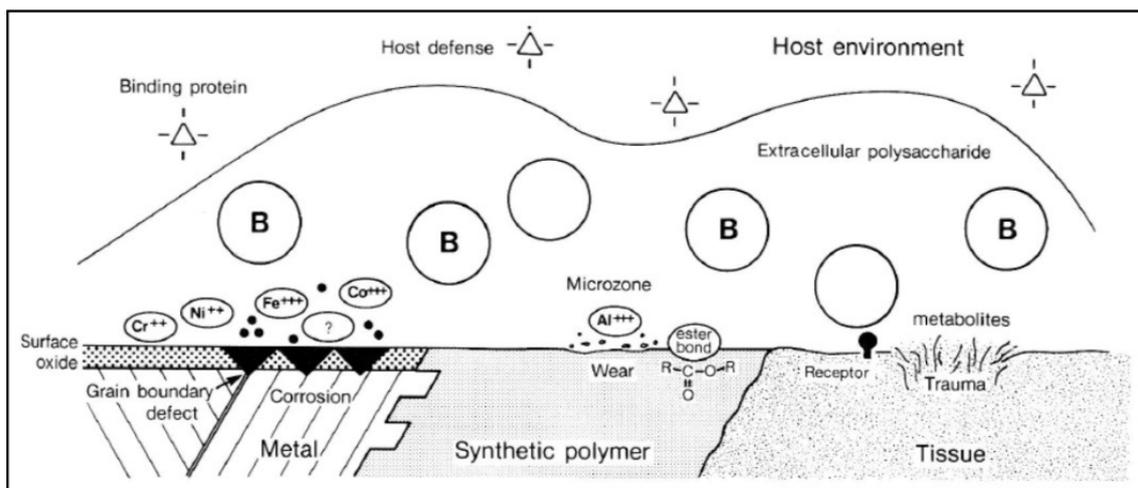


FIGURE 3.9 – Biodégradation de la surface

### 2. La biodégradation fonctionnelle

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

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

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

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

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

### 3. La biodégradation programmée

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

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

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

### 4. La biodégradation environnementale

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

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

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

## 3.6 Conclusion

Il est primordial de bien comprendre et assimiler le fonctionnement des prothèses orthopédiques de hanche dans le corps humain, ainsi que mettre en évidence tout les facteurs extérieurs et intérieurs qui peuvent mener à la dégradation de ces prothèses pendant leur durée de vie, ce chapitre nous a permis d'éclaircir ces idées afin d'optimiser la procédure d'élaboration d'une P.T.H de même que le choix des matériaux non susceptibles d'engendrer des réactions indésirables dans le corps humain, une idée sur les facteurs lentement destructifs comme la fatigue et la corrosion a été également évoquée dans ce chapitre.

# 4

## Caractérisation Physico-Chimique de l'Acier Inoxydable 316L

---

### Résumé

Ce chapitre est dédié à la présentation et la discussion des résultats expérimentaux de la caractérisation physico-chimique de l'acier inoxydable 316L utilisé comme biomatériau dans les prothèses orthopédiques totales de hanche.

### 4.1 Introduction

Les différents aspects expérimentaux de la caractérisation physico-chimique de notre travail sont exposés dans ce chapitre, plusieurs techniques et moyens ont été utilisés afin de bien distinguer notre biomatériau issu de la prothèse totale de hanche étudiée.

Ce chapitre présente ainsi une description des techniques d'analyse et de caractérisation tout comme leur dispositif expérimental physico-chimique et mécanique à savoir, respectivement : la spectrométrie, l'analyse métallographique suivi d'une observation optique, la diffraction des rayons X, la micro-dureté Rockwell, l'essai de traction ainsi que l'essai de résilience.

Les techniques de caractérisation ont été réalisées au niveau du laboratoire du génie des matériaux, de conception et fabrication mécanique et de chimie de l'École Militaire Polytechnique ainsi qu'au Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

### 4.2 Problématique

A travers cette approche expérimentale nous avons caractérisé les prothèses orthopédiques de hanche en utilisant plusieurs méthodes.

Au niveau du service d'orthopédie et traumatologie de l'Hôpital Militaire de Ain-Naadja, la plupart des interventions chirurgicales d'implantation des prothèses de hanche se font en acier inoxydable 316L.

D'après les fabricants de ces dernières, ces prothèses subissent des cassures peu de temps après l'implantation.

Pour cette raison, une étude de caractérisation physico-chimique a été faite sur des échantillons provenant des prothèses totales de hanche, implantée déjà à des patients de différents sexes, pour la détermination des causes de ces cassures afin de prendre connaissance du comportement mécanique et corrosif de ces dernières.

### 4.3 Historique de la prothèse

Le biomatériau employé dans cette étude est une prothèse totale de hanche utilisée régulièrement en chirurgie orthopédique et traumatologique.

La prothèse totale de hanche sur laquelle notre étude a été faite est une prothèse usée qui a été déjà implanté à un patient, elle est constitué d'une tige fémorale en acier inoxydable 316L, d'une cupule, et d'une tête fémorale.

La prothèse totale de hanche sur laquelle nous avons effectué toute notre étude est illustrée dans la figure 4.1 :



FIGURE 4.1 – La prothèse totale de hanche

#### 4.3.1 Détermination de la composition chimique

Afin de déterminer la composition chimique de notre biomatériau (prothèse orthopédique de hanche), quelques échantillons ont été découpés de la tige fémorale qui constitue la principale partie de la P.T.H.

La figure 4.2 montre un étau d'établi avec lequel le découpage des échantillons a été fait :



FIGURE 4.2 – L'étau d'établi utilisé

### 1. Analyse des éléments de l'alliage

L'analyse élémentaire de notre échantillon a été effectuée au niveau du laboratoire du génie mécanique de l'École Militaire Polytechnique, en utilisant un spectromètre de masse, cet appareil révèle la présence de plusieurs éléments chimiques selon les bases de données disponibles.

La spectrométrie de masse est une méthode analytique permettant de "peser" les molécules avec une très grande précision.

La teneur massique des éléments chimiques du biomatériau étudié (Prothèse totale de hanche) est présentée dans le tableau 4.1 :

TABLE 4.1 – Les résultats d'analyse de la composition chimique

Élément(%)	Échantillon étudié (découpé de la P.T.H) (%)	Matière de référence X2CrNiMo18.14.3 (%)	316L ASTM F138-86 (%)
C(%)	0.024	0.031	$\leq 0.03$
Cr(%)	17.75	18.49	16-18
Ni(%)	11.48	8.13	9-13
Mo(%)	2,29	1.90	1.5-3
Mn(%)	1.38	1.32	$\leq 2$
Cu(%)	0.42	0.40	$\leq 1$
Si(%)	0.39	0.30	$\leq 1$
V(%)	0.25	0.15	$\leq 1$
Co(%)	0.15	0.11	$\leq 1$
W(%)	0.14	0.10	$\leq 1$
Nb(%)	0.05	0.01	$\leq 1$
Ti(%)	0.03	0.01	$\leq 1$
P(%)	0.01	0.01	$\leq 1$
S(%)	0.01	0.01	$\leq 1$

## 2. Discussion des résultats de la spectrométrie

- Les pourcentage du carbone et du chrome sont dans les normes pour le biomatériau de la prothèse contrairement à la matière de référence.
- Le nickel répond également aux normes dans la prothèse par contre la teneur est au dessous de la norme dans la matière de référence, à savoir que la diminution du taux de nickel favorise l'apparition d'une deuxième phase qui est la ferrite.
- La teneur du manganèse et du molybdène respectent les normes pour la prothèse ainsi que pour la matière de référence.
- Tous les autres éléments tels que : le cuivre, le silicium, le vanadium, le cobalt, le thinguistin, le niobium, le titane, le phosphore et le soufre existent à de très faibles teneurs dans la prothèse et la matière de référence.

D'après les résultats obtenus de la spectrométrie, nous avons pu conclure que notre biomatériau issu de la prothèse totale de hanche est un acier inoxydable 316L.

## 4.4 Analyse métallographique

### 4.4.1 Préparation métallographique des échantillons

#### 1. Découpage des échantillons :

- Les échantillons utilisés pour révéler la structure de l'acier 316L de la P.T.H sont découpés avec soin afin d'éviter toute modification structurale à l'aide d'un étau établi.
- La forme des échantillons découpés suit la forme de la tige fémorale de la P.T.H.
- Afin de mettre en évidence l'effet de l'état de surface des échantillons sur son comportement mécanique et corrosif, Nous avons découpé trois échantillons principalement auquel nous avons fait subir plusieurs opérations successives que nous allons citer dans ce qui suit.

#### 2. L'enrobage à froid :

- Les échantillons ont été nettoyés avec de l'acétone avant d'être enrobés afin d'améliorer l'adhérence entre la résine d'enrobage et l'échantillon.
- Une application de la résine dans des moules spécifiques aux géométries de nos échantillons découpés afin d'ajuster la taille de l'échantillon à celle du moule d'enrobage, les laisser se sécher pendant 24h, nous avons obtenu le résultat montré dans la figure 4.3 :

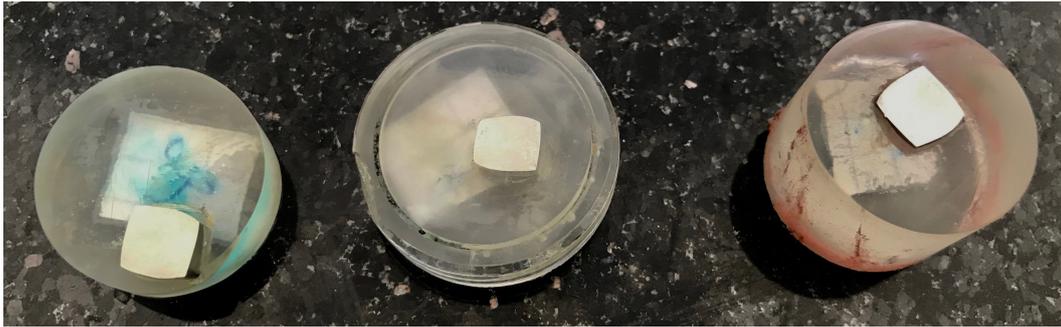


FIGURE 4.3 – Les échantillons découpés après enrobage

### 3. Le polissage mécanique :

L'objectif de cette opération est d'obtenir une surface réfléchissante.

— Polissage préparatoire :

Le polissage préparatoire s'effectue à l'aide du papier abrasif de granulométrie croissante : F180, F400, F600, F800, F1000, F1200, montés sur une roue tournante à une vitesse constante de 450 tr/min sous lubrification d'eau et en prenant soin de renouveler le papier très fréquemment afin d'obtenir une bonne qualité de surface.

Entre chaque étape de polissage les échantillons sont rincés et nettoyés avec de l'eau distillée afin de dégager les résidus de l'abrasif.

— Polissage de finition :

Pour cela, nous avons utilisé un papier abrasif de fraction F4000 ainsi qu'une pâte diamantée, afin d'aboutir à une surface bien polie "aspect miroir".

La polisseuse mécanique utilisée est de la marque PRESI et de référence Minitech 263 montrée dans la figure 4.4 :



FIGURE 4.4 – La polisseuse mécanique utilisée

#### 4. Le dégraissage :

Un dégraissage à l'acétone est préférable suivi d'un rinçage à l'eau distillée puis Un séchage à l'air chaud.

### 4.4.2 Attaque chimique

L'attaque chimique est une technique qui consiste à déterminer la micro structure d'un métal, on effectue l'attaque chimique généralement pour révéler la structure, notamment les joints de grains, les phases, les inclusions, etc.

D'après les résultats de l'analyse élémentaire déjà faite et l'analogie de nos résultats pratiques avec la théorie, nous avons abouti à préciser que notre biomatériau est un acier inoxydable 316L.

#### 1. Préparation de la solution de l'eau régale :

Nous avons utilisé l'eau régale comme solution d'attaque chimique pour la révélation de la micro structure pendant 1 minute et 15 secondes, cette durée précise provient du moment où la couleur de la surface jaunie et des bulles d'air commence à apparaître.

La solution de l'eau régale a été préparée en suivant la formule suivante :

Pour un volume de 100ml, nous avons préparé :

- 36.4ml HCl.
- 27.3ml  $\text{HNO}_3$ .
- 36.4 ml  $\text{H}_2\text{O}$ .

#### 2. Moyens utilisés :

- Béchers.
- Balance électrique.
- Agitateur magnétique.

#### 3. Observation par microscope optique :

L'observation des structures et l'acquisition des photographies ont été réalisées à l'aide d'un microscope optique de la marque **LEITZ MM6** équipé d'une caméra et relié à un système informatique qui permet l'acquisition et le traitement des images, il est illustré dans la figure 4.5 :

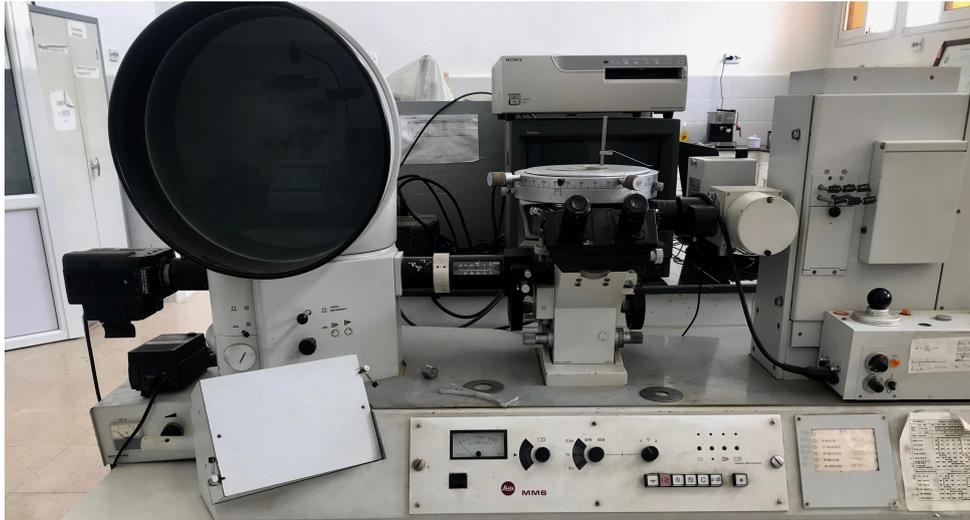


FIGURE 4.5 – Le microscope optique

#### 4. Structures obtenues :

Les structures obtenues après observation par microscopie optique sont représentées dans les figures 4.6 et 4.7 :

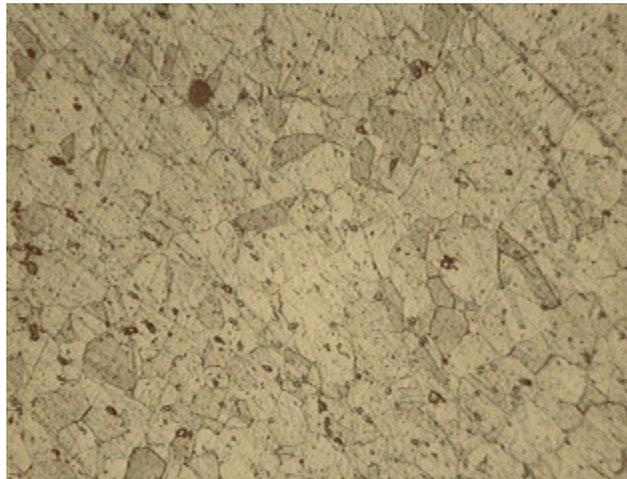


FIGURE 4.6 – Micro-structure des échantillons coupés de la P.T.H(x50)

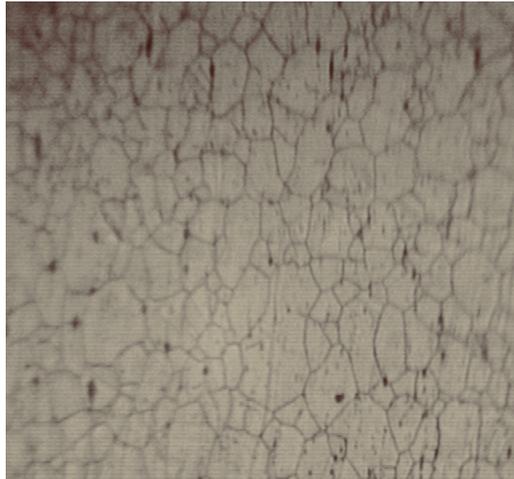


FIGURE 4.7 – Micro-structure de l'échantillon de référence 316L(x50)

D'après les structures métallographiques obtenues, nous remarquons que la structure du biomatériau issu de la P.T.H correspond à la structure austénitique de l'acier inoxydable 316L.

Nous remarquons également que la dispersion des grains est plus homogène dans l'échantillon de référence par rapport à l'échantillon étudié.

### 4.4.3 Attaque électrochimique

Le principe de l'attaque électrolytique est le même que celui de l'attaque chimique, la seule différence est que l'échantillon sert d'anode dans une cellule électrochimique ce qui produit l'enlèvement de matière à sa surface, cette méthode nécessite un échantillon conducteur homogène.

Après avoir appliqué l'attaque chimique, les échantillons sont rincés à l'eau distillée et polis à la pâte diamanté afin qu'ils puissent être attaqués encore une fois.

#### 1. Préparation de la solution de l'acide nitrique :

- La solution qui a été utilisée est l'acide nitrique  $\text{HNO}_3$  à 60%.
- La préparation de cette solution à été effectuée en suivant la formule suivante :  
60 ml  $\text{HNO}_3$  + 40 ml  $\text{H}_2\text{O}$  pour un volume total de 100 ml.

#### 2. Moyens utilisés :

- L'échantillon sert d'anode, tandis qu'un matériau relativement insoluble, mais conducteur tel qu'une plaque en acier inoxydable 316L dans notre cas fait office de cathode.
- Les deux électrodes sont reliées aux deux bornes d'un générateur de courant continu, la tension de travail est de 2.5V.
- L'attaque électrolytique a été effectuée à la température ambiante pendant 1 minute et 15 secondes.

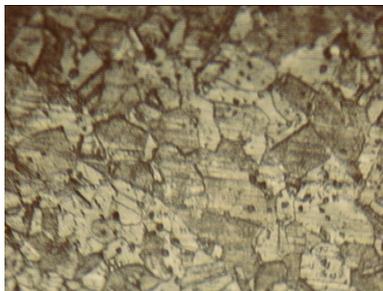
- L'attaque a été effectuée par immersion de l'échantillon dans la solution appropriée, qui en substance provoque une corrosion, le matériel utilisé est montré dans la figure 4.8 :



FIGURE 4.8 – Matériels utilisés pour l'attaque électrochimique

### 3. Structures obtenues :

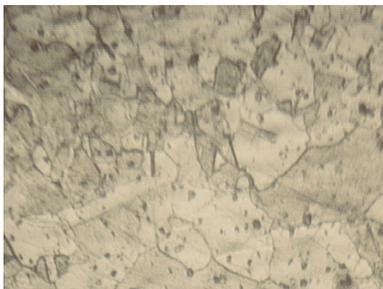
Les structures obtenues après l'attaque électrochimique et observation au microscope optique sont illustrées dans les figures suivantes :



(A) Micro-structure de l'échantillon 1 (x50)



(B) Micro-structure de l'échantillon 2 (x50)



(C) Micro-structure de l'échantillon 3 (x50)

FIGURE 4.9 – Micro-structure des trois échantillons après attaque électrochimique.

#### 4. Interprétations des résultats :

- Les résultats déduites de structures Cette attaque à l'avantage de révéler uniquement les joints de grains, la micro-structure de cet acier est néanmoins caractérisée par la présence de nombreuses macles, cet aspect micro-structural est typique des métaux ayant une structure CFC avec une faible énergie d'empilement.
- Les figures précédentes nous montrent une structure clairement définie après immersion des échantillons dans une solution d'acide nitrique pendant 1 minute et 15 secondes.
- L'attaque électrolytique est généralement utilisée sur les aciers inoxydables, soit pour mettre en évidence les joints de grains sans joints de macle, soit pour colorer la ferrite.

#### 4.4.4 L'analyse par diffraction des rayons X

Parmi toutes les techniques de caractérisation physique des matériaux, la diffraction des rayons X fait partie des moyens d'investigation analytiques puissants et fréquemment utilisés lors des études des matériaux, et permettant de fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide.

##### 1. Principe de la méthode :

La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à regarder l'intensité de rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions; nous parlons alors de phénomène de diffraction. Nous enregistrons l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation  $2\theta$  du faisceau, la courbe obtenue s'appelle le diffractogramme.

L'échantillon utilisé dans notre étude est un solide composé de minuscules cristaux soudés entre eux.

La source de rayons X est un tube sous vide, muni d'un dispositif permettant de ne sélectionner qu'une seule longueur d'onde (filtre, monochromateur) [10].

Du point de vue qualitatif et quantitatif la technique de diffraction des rayons X permet de :

- Tester la cristallinité du matériau.
- Déterminer les phases cristallines existantes dans le matériau, en comparant le spectre obtenu avec ceux contenus dans une base de données.
- Déceler la présence d'impuretés.
- Évaluation des micro-distorsions et tailles de cristallites.

##### 2. Procédure du test :

Pour l'analyse de notre échantillon, nous avons utilisé un diffractomètre disponible au laboratoire du génie chimique de l'École Militaire Polytechnique.

Le diagramme de DRX de l'échantillon d'acier inoxydable type 316L obtenu après le polissage (à l'état brut) est le suivant :

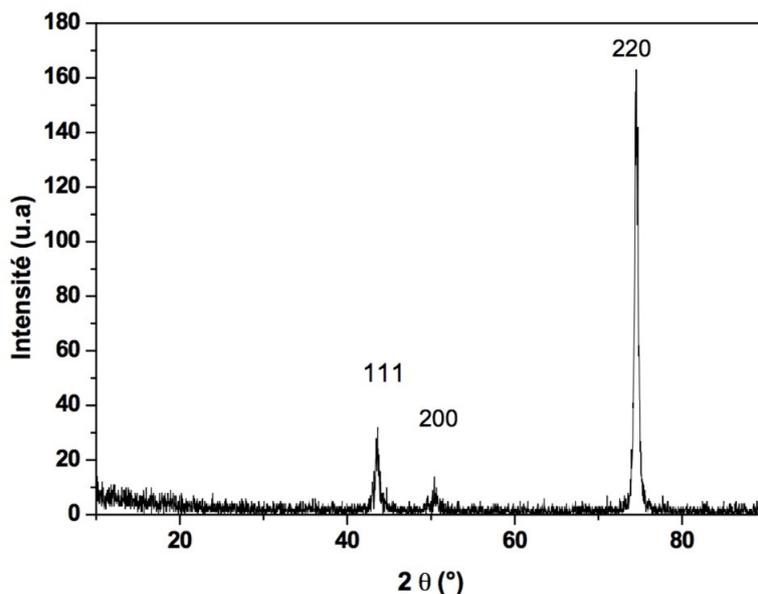


FIGURE 4.10 – Diffractogramme de diffraction des rayons X

### 3. Discussions des résultats :

- Le spectre de diffraction des rayons X de l'échantillon à l'état de réception présenté sur la figure, montre la présence de la phase dont les pics les plus intenses et les plans (Hkl) correspondants sont précisés sur le tableau 4.2 :

TABLE 4.2 – Pics de diffraction X de l'échantillon étudié

<b><math>2\theta</math></b>	43,50	50,57	74,73
<b>Hkl</b>	111	200	220

- Après dépouillement des résultats du tableau 4.2, nous avons constaté que la structure est cubique à faces centrées (CFC), de paramètre de maille :  $a=b=c=3,591 \text{ \AA}$ .
- Nous avons donc effectué des analyses par diffraction des rayons X sur l'échantillon à l'état de réception pour connaître la nature des phases présentes. Le résultat donne le diffractogramme représenté sur la figure 4.10.
- L'indexation du diffractogramme est effectuée par la méthode de Bragg avec l'utilisation des fiches ASTM.
- Ce dernier complète les observations métallographiques et met en évidence l'existence de la seule et unique présence de la phase austénite (réseau cristallin CFC avec  $a=b=c=3,591 \text{ \AA}$ , et les raies considérées (111-200-220), avec la présence de quelques traces de précipités.
- La présence de ces précipités n'a pas pu être mise en évidence du fait que la masse de l'austénite est plus importante par rapport aux précipités. En conséquence les rayons (X) ne sont pas adaptés à l'identification des traces de précipités.

### 4.4.5 Essaie de micro-dureté

#### 1. Principe de l'essai :

L'essai de micro dureté consiste à appliquer sur une éprouvette ou un échantillon un pénétrateur sous une charge d'appui donnée. Les duretés des phases austénétiques ont été mesurées par indentation Vickers sur des échantillons polis et légèrement attaqués pour révéler les phases.

#### 2. Protocole de réalisation de l'essai :

Les mesures de micro-dureté ont été effectuées avec une charge de 2 Kg avec un micro-duromètre de type **HIGHWOOD HWDM-1** montré dans la figure suivante :

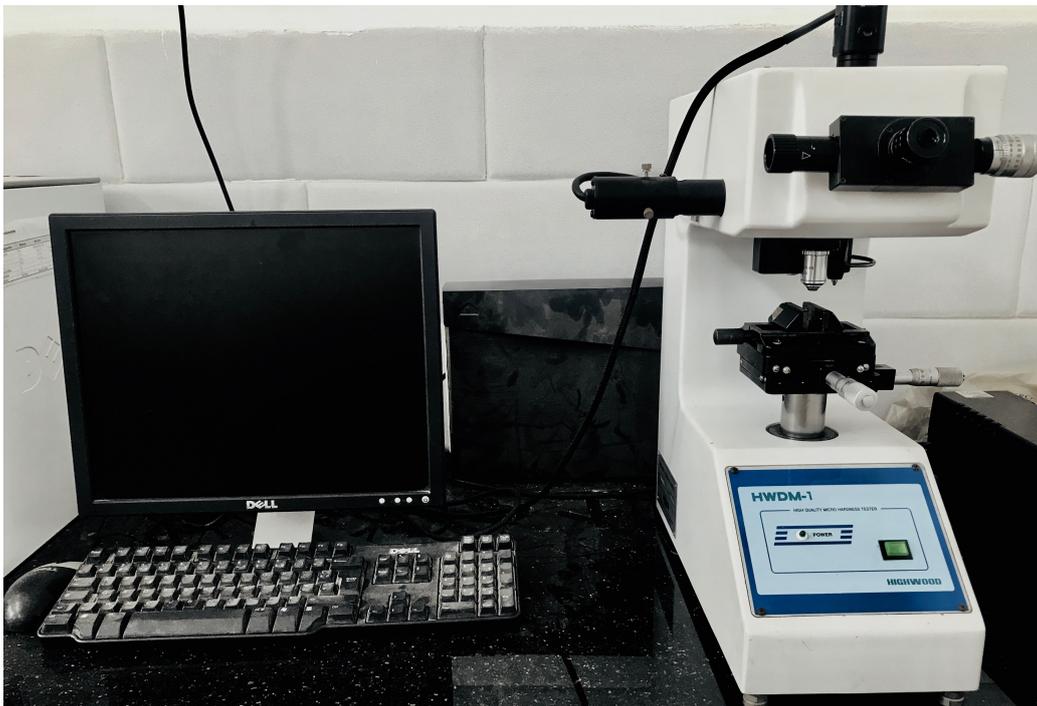


FIGURE 4.11 – Microduromètre HIGHWOOD HWDM-1

#### 3. Procédure du test :

- Les essais ont été réalisés sur les mêmes échantillons déjà attaqués avec un temps de maintien de la charge de 15 secondes.
- Les échantillon étalon sont placés sur la surface de l'appareil de contrôle de dureté Rockwell. Une charge mineure est appliquée et l'écartement est réglé à zéro. La charge importante est appliquée par le déclenchement d'un levier. Après 15 secondes, la charge principale est supprimée, et la diagonale se lit sur le cadran.
- Nous avons réalisé trois essais (trois zones différentes) sur trois échantillons après un étalonnage de l'instrument.
- Les empreintes obtenues lors de l'essai de la micro-dureté aux centres et aux joints de grains pour les 3 échantillons sont illustrés dans les figures suivantes :

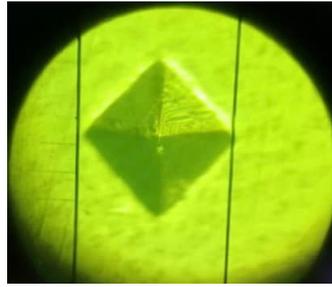


FIGURE 4.12 – Les empreintes prises

Comme illustré dans la figure 4.12, l'empreinte a la forme d'un losange. Nous mesurons donc la diagonale "d" de ce losange en fixant les deux traits noirs dans une des deux extrémités à l'aide de appareil optique. C'est "d" qui sera utilisé pour le calcul de la dureté selon la formule suivante :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{9.80665 \cdot d^2} \approx 0.1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

Tel que :

$$HV = \text{Dureté Vickers}$$

Les paramètres de l'essai sont :

- La charge  $F=2\text{kg}$
- Le temps de maintien : 15 secondes

#### 4. Résultats et discussions :

Les résultats de l'essai sont mentionnés dans le tableau 4.3 :

TABLE 4.3 – Résultats de la micro-dureté (HV)

Essai	Échantillon 1	Échantillon 2	Échantillon 3
Diagonale d1( $\mu\text{m}$ )	91	91	85
Diagonale d2( $\mu\text{m}$ )	89	89	92
Diagonale d3( $\mu\text{m}$ )	87	94	70
La micro-dureté (HV) ( $\text{kgf}/\text{mm}^2$ ) selon d1	447.772	447.772	513.218
La micro-dureté (HV) ( $\text{kgf}/\text{mm}^2$ ) selon d2	468.1227	468.1227	438.0907
La micro-dureté (HV) ( $\text{kgf}/\text{mm}^2$ ) selon d3	489.893	419.6469	480.7347

Nous remarquons que la dureté de l'acier 316L provenant de la P.T.H étudiée est élevée, ainsi que le résultat de la micro-dureté de l'acier 316L (haute teneur en chrome, faible teneur en carbone) atteint approximativement les 480 HV comme valeur maximale.

Nous remarquons que la valeur moyenne de la micro-dureté est égale à :

Pour l'échantillon 1 : 468,59 (HV)

Pour l'échantillon 2 : 445,18 (HV)

Pour l'échantillon 3 : 477,34 (HV)

Donc la micro-dureté moyenne de nos échantillons correspond globalement à celle donnée dans la littérature pour ce type de matériau.

Il est bien connu que les aciers « inoxydables » ont généralement des teneurs élevées en chrome et des teneurs très faibles en carbone.

La valeur de la micro-dureté est un paramètre important pour caractériser la P.T.H et peut s'avérer utile pour la détermination quantitative de la qualité clinique d'un implant orthopédique sur le vieillissement d'un point de vue physique biomédicale et médicale.

## 4.5 Caractérisation mécanique du biomatériau

Les essais de caractérisation mécanique ont été faits au niveau du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

Nous avons passés par la réalisation des éprouvettes afin de caractériser mécaniquement notre biomatériau en acier inoxydable 316 issue de la P.T.H, nous avons effectué deux essais mécaniques courants qui sont : l'essai Charpy et l'essai de traction

Pour cela, nous avons élaboré des éprouvettes de traction et de résilience qui répondent aux normes et aux exigences des machines utilisées.

### 4.5.1 Essai de traction

#### 1. Principe de l'essai :

L'essai de traction est l'un des essais les plus pratiqués et qui permet de déterminer des caractéristiques mécaniques fondamentales des matériaux : limite d'élasticité, charge de rupture, allongement de rupture notamment. Il consiste à réaliser, dans une éprouvette, un champ de contrainte uniforme uniaxiale de traction et à enregistrer l'allongement résultant.

#### 2. L'éprouvette de traction :

Les études et les normes concernant l'éprouvette de traction recommandent en général d'utiliser une éprouvette plate dont la longueur de la section utile est un ordre de grandeur "i.e. 10 fois" supérieure à la largeur. En effet, le rapport largeur-longueur doit prendre une certaine valeur pour dissiper les effets de Saint-Venant "i.e. champ de contraintes complexe au voisinage du lieu d'application de la charge".

Les dimensions de l'éprouvette élaborée sont représentées dans la figure 4.13 :

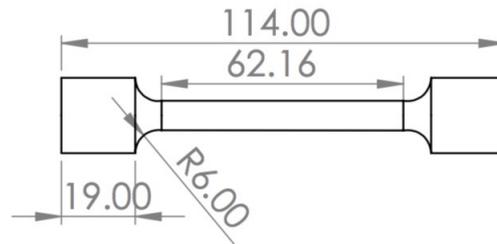


FIGURE 4.13 – Les dimensions de l'éprouvette utilisée

### 3. **Élaboration des éprouvettes de traction :**

L'élaboration des éprouvettes comme déjà indiqué a été réalisé au niveau du laboratoire mécanique de l'EMP.

Nous avons élaboré 3 éprouvettes sur lesquelles nous avons appliqué l'essai de traction.

Une des éprouvettes élaborées est représentée dans la figure 4.14 :



FIGURE 4.14 – L'éprouvette utilisée après élaboration

#### 4. Machine de traction :

La machine de traction qui a servi cet essai est de type MTS Criterion, modèle 45, elle est illustrée dans la figure 4.15 :



FIGURE 4.15 – La machine de traction

#### 5. Résultats de l'essai de traction :

Les résultats obtenus nous donnent une courbe de traction (résistance- allongement). Les différentes dérivées de la courbe de traction obtenues pour notre matériau sont exposées dans ce paragraphe.

L'essai de traction sur l'éprouvette d'acier inoxydable austénitique 316L selon les données suivantes :

- La longueur de l'éprouvette est :  $L_0=50\text{mm}$
- La largeur de l'éprouvette est :  $D_0=7.5\text{mm}$

Cet essai nous fournit les courbes donnant la contrainte appliquée aux 3 éprouvettes en fonction de leur déformation comme indique les graphes ci- dessous :

— Éprouvette 1 :

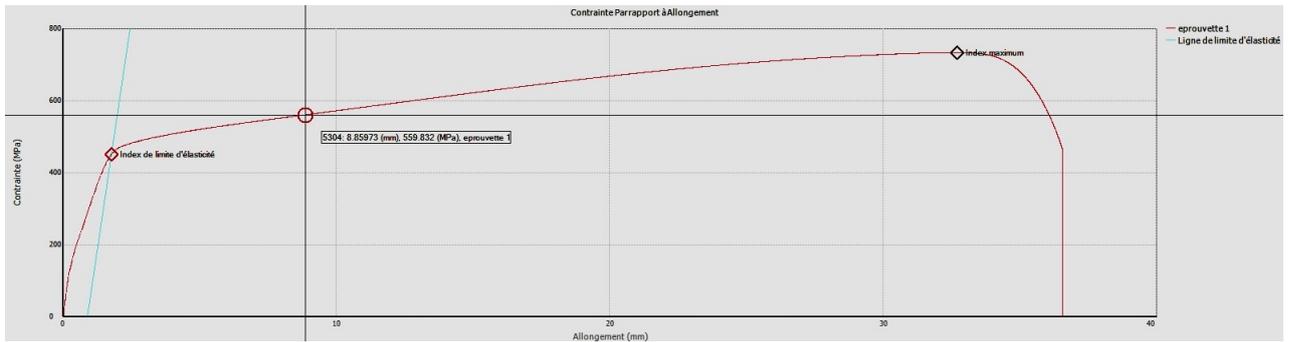


FIGURE 4.16 – Courbe de traction contrainte-déformation pour l'éprouvette 1

— Éprouvette 2 :

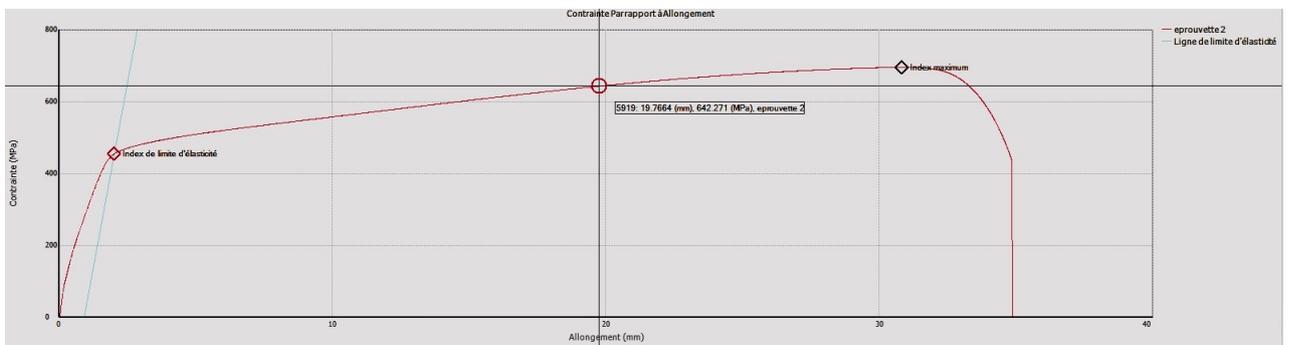


FIGURE 4.17 – Courbe de traction contrainte-déformation pour l'éprouvette 2

— Éprouvette 3 :

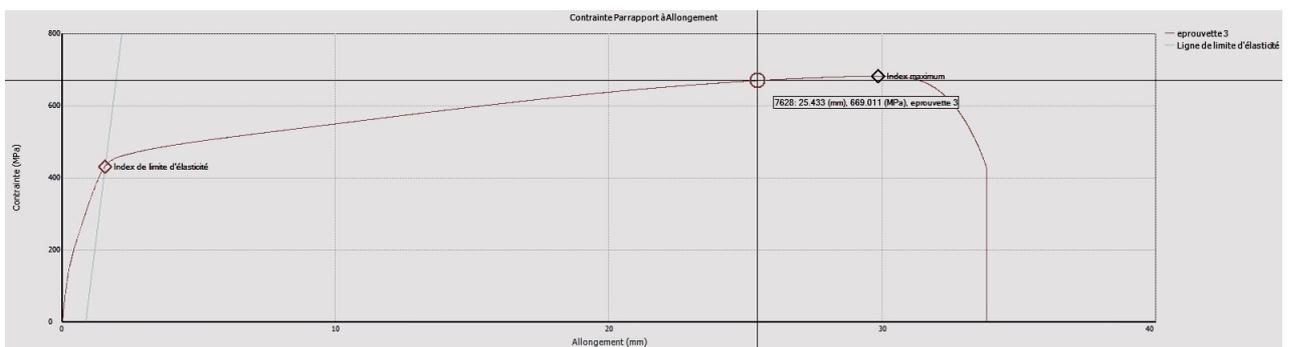


FIGURE 4.18 – Courbe de traction contrainte-déformation pour l'éprouvette 3

Les courbes de traction nous ont permis d'obtenir les valeurs des caractéristiques mécaniques en traction pour le biomatériau étudié qui sont mentionnées dans le tableau 4.4 :

TABLE 4.4 – Résultats de l'essai de traction

Essai	Limite d'élasticité $R_e$ (MPa)	Module de Young $E$ (MPa)	Résistance à la traction $R_m$ (MPa)	Allongement à la rupture (%)	Coefficient de striction (%)
Éprouvette 1	460	200	400	56	56
Éprouvette 2	453	190	694	60	55.2
Éprouvette 3	440	180	550	56	55

L'éprouvette avant et après rupture est montrée dans la figure suivante :



FIGURE 4.19 – Éprouvette de traction : avant rupture(à gauche) - après rupture(à droite)

D'après les résultats ci-dessus, nous constatons que la résistance moyenne à la traction est voisine de 410MPa et l'allongement à la rupture proche de 23%.

Ce matériau présente un bon compromis entre une résistance à la traction suffisante et acceptable accompagnée d'une ductilité (allongement) faible.

Les plupart des valeurs obtenues des différentes caractéristiques mécaniques pour notre matériau utilisé rentrent bien dans les fourchettes de propriétés données dans la littérature.

## 4.5.2 Essai de Charpy-résilience

### 1. Principe de l'essai :

L'essai consiste à déterminer la résistance aux chocs des métaux, ou résilience KCU ou KCV. Il s'agit dans cet essai de rompre au moyen d'un mouton pendule une éprouvette entaillée et de mesurer l'énergie absorbée  $W$ .

L'énergie de flexion par chocs permet de caractériser la ductilité de l'acier et sa sensibilité à la rupture fragile, elle sert de référence pour définir des qualités d'acier normalisés.

Un couteau est fixé sur un marteau oscille dans un plan vertical autour d'un axe  $O$ , ce couteau est écarté de la verticale à une hauteur correspondante à une énergie de départ  $W_0=300J$ , on libère le couteau. Dans sa chute en passant à la verticale, il brise l'éprouvette. On mesure la hauteur à laquelle remonte le pendule pour calculer l'énergie non absorbée  $W_1$ .

L'énergie absorbée  $W$  est exprimée en  $J/cm^2$  et est l'énergie nécessaire pour produire la rupture de l'éprouvette.

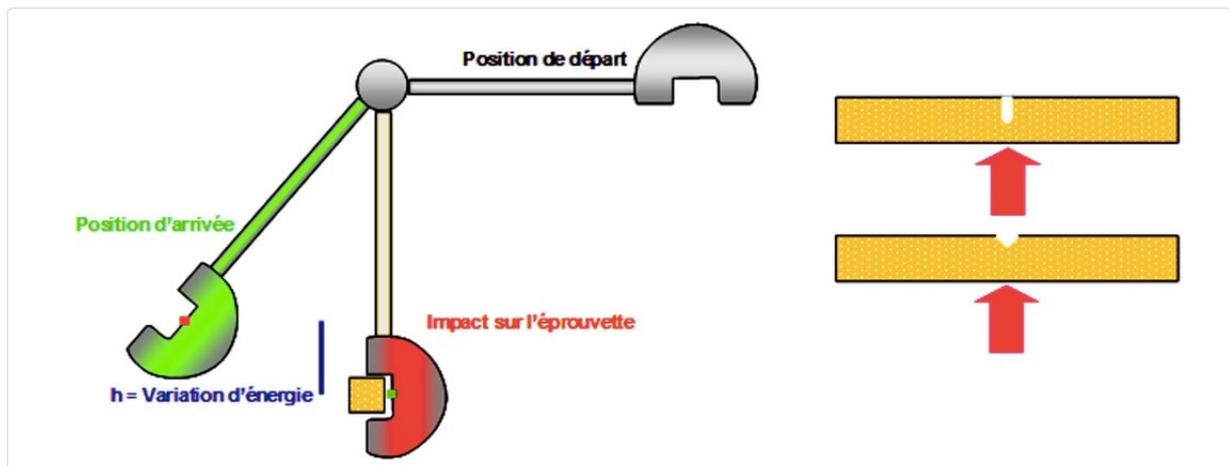


FIGURE 4.20 – Principe de l'essai de résilience

### 2. L'éprouvette de l'essai Charpy :

L'éprouvette est constituée d'un barreau entaillé par usinage en son milieu. La forme de l'entaille la plus fréquente est la forme en V (type A dans la norme ASTM) d'une profondeur de 2 mm. Il existe également une éprouvette avec une entaille en U (type C dans la norme ASTM).

Nous avons utilisé pour nos essais l'entaille de forme en V. Les dimensions de l'éprouvette réalisée sont montrées dans la figure 4.21 :

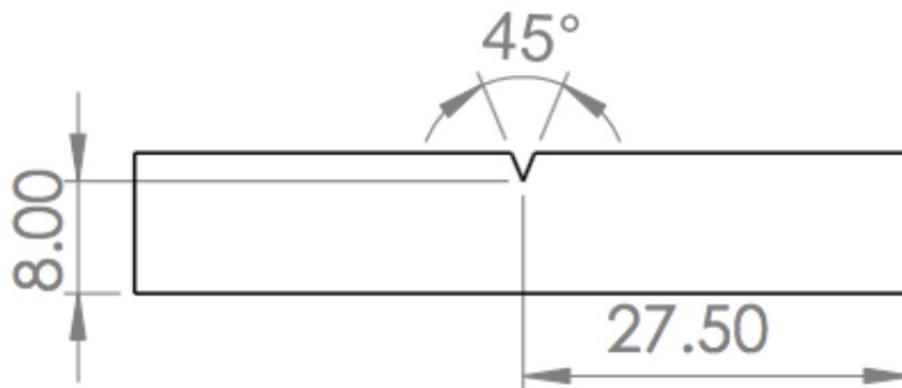


FIGURE 4.21 – Les dimensions de l'éprouvette utilisée

### 3. **Élaboration des éprouvettes de l'essai de Charpy :**

L'élaboration des éprouvettes comme déjà indiqué a été réalisé au niveau du laboratoire CFM (conception et fabrication mécanique) de l'EMP.

Nous avons élaboré 3 éprouvettes sur lesquelles nous avons appliqué l'essai de Charpy, une des éprouvettes est montrée dans la figure 4.22 :

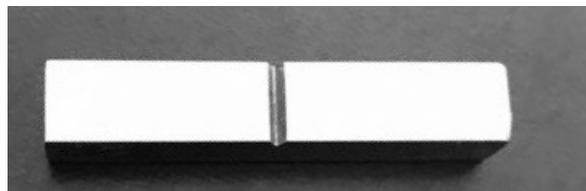


FIGURE 4.22 – L'éprouvette utilisée après élaboration

### 4. **Machine de l'essai de Charpy :**

La machine de l'essai de Charpy qui a servi cet essai est de la marque **HOYTOM**, Elle est illustrée dans la figure 4.23 :

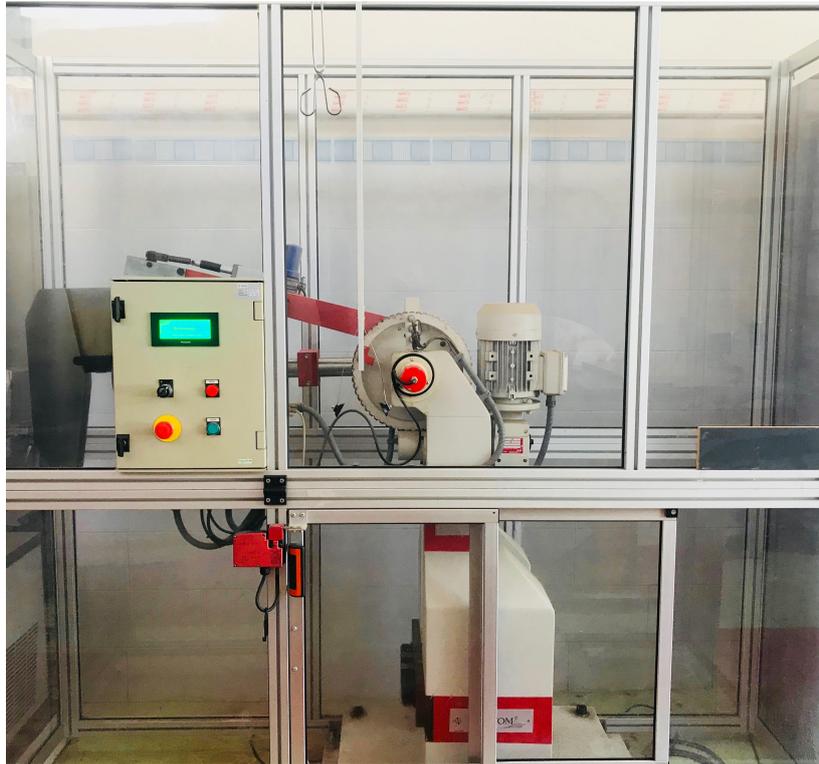


FIGURE 4.23 – La machine de l'essai Charpy

### 5. Résultats de l'essai de résilience :

Les 3 essais ont été réalisés en respectant la position de l'éprouvette sur ses deux points d'appui ainsi que l'absence d'amorce de rupture.

L'éprouvette également ne doit pas comporter d'amorce de rupture.

Nous avons vérifié également la normalisation de l'éprouvette pendant l'essai en plus de la température (dans la salle d'épreuve) qui doit être stable ou conforme.

Les résultats indiqués l'énergie absorbée qui caractérise la résistance aux chocs des matériaux par le cadran sont mentionnés dans le tableau suivant :

TABLE 4.5 – Résultats de l'essai de résilience

Essai	Énergie absorbée (Joule)
Éprouvette 1	203,7
Éprouvette 2	191,9
Éprouvette 3	193,8

### 6. Discussions des résultats :

Nous constatons que notre matériau présente des valeurs de résilience assez élevées donc une bonne résistance aux chocs.

Les résultats sont satisfaisants avec une valeur moyenne de l'énergie absorbée supérieure à 196,46 J.

Les 3 éprouvettes n'ont pas atteint la capacité maximale du mouton pendule "300 J" et la valeur retenue est donc une valeur par défaut.

## 4.6 Conclusion

Les résultats obtenus dans ce chapitre sont consacrés aux différentes méthodes de caractérisation de quelques propriétés physico-chimiques des prothèses totales de hanche et la comparaison de ces propriétés avec les normes internationales.

Toutes les analyses faites montrent que la prothèse totale de hanche étudiée est en conformité avec les normes internationales exigées dans ce domaine régi par les lois strictes, ce qui nous a conduit à dire que la cause de dégradation de ces prothèses est due principalement à l'hétérogénéité dans la matière ainsi qu'aux défauts de matériaux.

# 5

## Caractérisation Electrochimique

---

### Résumé

Ce chapitre est dédié à la présentation et la discussion des résultats expérimentaux de la caractérisation électrochimique de la corrosion de l'acier inoxydable 316L utilisé comme biomatériau dans les prothèses orthopédiques totales de hanche.

### 5.1 Introduction

Afin de réaliser nos expériences, nous avons procédé à l'établissement des courbes potentiel-temps, après ceci nous avons établi les courbes potentiel-dynamiques qui ont été réalisées à base des conditions expérimentales très adéquates.

En donc à travers cette approche expérimentale nous avons étudié la biocompatibilité de l'acier inoxydable type 316L dans une solution simulée du sang (solution de Ringer) et dans d'autres solutions ayant un degré de pH différent afin de tester l'acidité et le taux des chlorures sur le comportement à la corrosion d'une prothèse totale de hanche utilisée en orthopédie-traumatologie.

Pour résumer, les essais électrochimiques réalisés dans ce travail ont pour but la détermination de l'influence des paramètres tels que le milieu électrolytique et le pH sur la résistance du dispositif médical (prothèse orthopédique totale de hanche utilisée en chirurgie orthopédique).

Toutes les techniques de caractérisation électrochimique de corrosion ont été réalisées au niveau du Département de Corrosion du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

### 5.2 Choix des paramètres expérimentaux

Les réactions de corrosion comportent au moins une réaction partielle anodique et une réaction partielle cathodique, impliquant chacune plusieurs étapes, leurs vitesses sont

limitées par la réaction partielle la plus lente.

Le choix de la vitesse de balayage dans une étude électrochimique est très important, et c'est la raison pour laquelle nous avons fixé notre vitesse de balayage à 0.25 mV/s.

L'effet de la diffusion de l'oxygène dans la solution est un facteur qui intervient souvent dans les études de corrosion car favorisant le mouvement des espèces chargées vers l'interface et aussi la formation des films passifs sur la surface métallique.

Dans notre étude, nous avons réalisé des courbes potentiel-temps et courant-potential avec une vitesse de balayage de 0.25 mV/s dans un intervalle de potentiel [-400mV, +400mV], à la température ambiante du corps humain "37°C".

### 5.2.1 La température

#### — La température du corps humain :

Les températures choisies dans cette thèse sont donc la température corporelle normale 37°C.

Les températures sont régulées par courant d'eau chauffée à partir d'un thermostat à circulation du type **WiseCircu** montré dans la figure 5.1 :



FIGURE 5.1 – Thermostat à circulation relié à la cellule thermostatée

#### — La température extérieure :

Lors des tests de laboratoire (climatisé), la température ambiante moyenne relevée avoisine les 25°C.

### 5.2.2 Le facteur temps

La durée selon laquelle les échantillons sont en contact avec l'électrolyte joue un rôle important sur le comportement de l'acier inoxydable 316L vis-à-vis de la corrosion.

De même que l'action a tendance à s'estomper avec le temps, et que le temps d'inflammation est variable dans les conditions biologiques.

En milieux naturelles, la corrosion du aux chlorures est dégouttée régulièrement ou rajouté en quantité contrôlée, les tests de polarisation sont réalisés immédiatement après l'immersion de l'échantillon dans la solution prévue.

Un choix minutieux de la période d'immersion est fait afin de reconstituer fidèlement les conditions d'utilisation de l'acier inoxydable 316L.

### 5.2.3 Le temps d'immersion

Pour les tests hors du corps humain, la plupart des tests de polarisations ont été réalisés après des immersions immédiates à température ambiante.

Ce choix est dicté par le fait que l'acier inoxydable 316L utilisé *in vivo* n'est pas confiné dans un milieu où les conditions initiales demeurent constantes pour une période de temps connu.

Le contact des aciers inoxydables 316L avec les milieux choisis peut être instantané.

### 5.2.4 État de surface des échantillons

Tous les échantillons sont sous forme cylindrique de diamètre  $D= 1.4$  cm donc de surface  $S= 1.53$  cm<sup>2</sup>.

Plusieurs points ont été pris en considération lors de la préparation :

- Les échantillons sont utilisés dans tous les tests après un polissage.
- Tous les échantillons ont suivis la même procédure de polissage afin d'uniformiser les conditions de test.
- Les surfaces sont nettoyées, et dégraissées.
- Un même échantillon n'est pas réutilisé encore une fois, pour cela le nombre d'échantillons préparés est similaires aux nombres de tests faits.

### 5.2.5 Électrolytes

L'électrolyte utilisé pour les tests est composée de l'eau distillée à laquelle nous avons ajouté des composés chimiques comme la solution Ringer, le chlorure de sodium NaCl et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> afin de simuler les fluides constituant les environnements appropriés.

Pour les tests de l'acier 316L biomédical, nous avons choisi d'utiliser la solution Ringer pour simuler le milieu physiologique que nous allons décrire prochainement.

Les solutions salines de substitution 3%NaCl équivalente au sérum salé et d'autres solutions ont été utilisées à titre comparatif des milieux chlorurés, que l'on retrouve dans différents environnements, ces solutions ont été utilisées comme solution de base aux électrolytes.

### 1. La solution Ringer :

La composition chimique de la solution Ringer utilisée est donnée dans le tableau 5.1 :

TABLE 5.1 – La composition chimique de la solution Ringer[12]

Composition	Concentrations (g/L)	Concentrations (mol/L)
NaCl	2.25	0.0384
KCl	0.105	0.0014
CaCl <sub>2</sub>	0.12	0.0010
NaHCO <sub>3</sub>	0.05	0.0005
H <sub>2</sub> O	Fiole jaugée 1000 ml	Fiole jaugée 1000 ml

Le protocole expérimentale suivi est le suivant :

Tous les composés chimiques NaCl, KCl, CaCl<sub>2</sub> et NaHCO<sub>3</sub> sont disponible au laboratoire de corrosion sous forme solide donc nous avons entamé la préparation de la solution par :

- La pesée des quantités exacte de chaque composé à l'aide d'une balance de précision montrée dans la figure 5.2 :



FIGURE 5.2 – Balance de précision

- Mettre les quantités pesées dans une fiole jaugée de 1000ml.
- Faire passer la fiole par un agitateur magnétique afin d'homogénéiser la solution.

## 2. La solution de chlorure de sodium 3%NaCl :

La solution de 3%NaCl est préparée par la dissolution de 30g de NaCl en poudre dans un litre d'eau distillée, puis agitée par un barreau aimanté afin d'avoir une solution homogène.

Le composé NaCl est le plus dominant dans la solution de Ringer, c'est pourquoi nous avons utilisé une solution agressive de 3%NaCl pour mettre en évidence l'influence des chlorures sur le comportement à la corrosion du métal immergé dans la solution chlorurée.

## 3. La solution d'acide sulfurique à 2%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> :

La solution de 2%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> est préparée par la dilution de 30ml d'acide sulfurique commercialisée de densité 37% dans 200ml d'eau distillée, puis agitée par un barreau aimanté afin d'avoir une solution homogène.

Le choix d'un tel milieu acide est fait pour tester la résistance de notre biomatériau à la teneur en oxygène dissous existante dans cet acide ainsi qu'à la présence éventuelle d'ions chlorurées.

## 5.3 Matériels et protocole expérimental suivis

### 5.3.1 L'acier inoxydable biomédical 316L

L'acier inoxydable 316L utilisé comme matériau de base pour les prothèses orthopédiques à priori et est classé comme biomatériau. Nous allons le tester dans les mêmes conditions biologiques.

### 5.3.2 Réalisation des échantillons en acier inoxydable 316L

Les échantillons en acier inoxydable 316L sont obtenus à partir de la matière première procurée de la part du laboratoire du génie des matériaux de l'École Militaire Polytechnique.

La matière première est une barre cylindrique en acier inoxydable 316L, un échantillon a été découpé de cette barre afin de révéler sa composition chimique exacte, les résultats obtenus sont donnés dans le tableau 5.2 :

TABLE 5.2 – La composition chimique de l'acier inoxydable 316L

Eléments	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	Si
% masse	0.03	18.40	12.40	1.90	1.32	0.40	0.30
Eléments	V	Co	W	Nb	Ti	P	S
% masse	0.15	0.11	0.10	0.01	0.01	0.01	0.01

Des échantillons sous forme cylindriques de  $S = 1.53 \text{ cm}^2$  ont été découpés dans le sens de la largeur à partir de la barre cylindrique et auxquels nous avons fait subir les opérations suivantes :

- **Un nettoyage et dégraissage à l'acétone** : Après découpage, les échantillons ont été nettoyés à l'acétone pour que l'adhésion entre l'échantillon et la résine soit la meilleure possible.
- **Un enrobage à chaud** : Les échantillons sont enrobés à chaud afin d'obtenir une taille et forme uniformes et sont représentées dans la figure 5.3 :



FIGURE 5.3 – Échantillons 316L prêts à être utilisés

- **Un polissage mécanique** : Les échantillons sont polis sur une polisseuse mécanique rotative à jet d'eau, le polissage s'est fait avec du papier abrasif ayant différents grades : 500, 600, 800, 1200 seulement.
- **Un dégraissage** : Un dégraissage à l'acétone suivi d'un rinçage à l'eau distillée.
- **Un séchage à l'air chaud.**

À noter que l'enrobage a été fait uniquement pour faciliter le polissage des échantillons, une fois le polissage est fait sur une seule face de l'échantillon, l'enrobage a été enlevé à l'aide d'une perceuse mécanique.

### 5.3.3 Préparation des milieux électrolytiques

Comme déjà indiqué, dans notre étude nous avons utilisé une solution simulée du milieu physiologique du corps humain (solution de Ringer) et d'autres solutions à différent pH, les milieux étudiés sont regroupés dans le tableau suivant :

TABLE 5.3 – Les milieux électrolytiques utilisés pour l'étude électrochimique

	S1	S2	S3	S5
<b>Solution</b>	Solution de Ringer	3%NaCl	2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O
<b>pH initial</b>	6,8	6,28	1,13	7,1

### 5.3.4 Matériels et équipements utilisés

1. **Équipement de pesé** : Une balance électronique de la marque **KERN** et qui a comme référence **ACJ 220-4M** est utilisée pour la pesé de toutes les substances utilisées dans la composition des électrolytes, elle est montrée dans la figure 5.4 :



FIGURE 5.4 – Balance de précision utilisée

2. **Agitateur magnétique** : L'agitation est assurée par un agitateur magnétique qui assure lui même l'homogénéisation de chaque solution.
3. **pH-mètre** : Le pH est mesuré par un pHmètre avec sonde, le pH-mètre est représenté dans la figure 5.5 :



FIGURE 5.5 – pH-mètre utilisé

#### 4. Potentiostat :

L'étude des processus électrochimiques nécessite un appareillage capable de contrôler et mesurer les potentiels et/ou les courants électriques sur une interface électrochimique, pour cela nous avons utilisé un potentiostat piloté par le logiciel **Versa-studio** avec une cellule électrochimique à trois électrodes : électrode de travail, électrode de référence et contre électrode (ou électrode auxiliaire).

Un bain Marie électrique relié à la cellule thermostatée contrôle la température de la solution et régule la température de l'expérience.

Les potentiels de corrosion et les densités de courant de corrosion sont mesurés directement des courbes de polarisation par le logiciel **Versa-studio**.

Le dispositif expérimental utilisé pour les essais est composé de :

- **Dispositif Versa-studio** : Ce montage spécifique a été mis en place pour l'étude électrochimique, il fonctionne en potentiostat et est piloté par un micro-ordinateur qui permet l'acquisition et le traitement des données, il est lié à une cellule électrochimique.

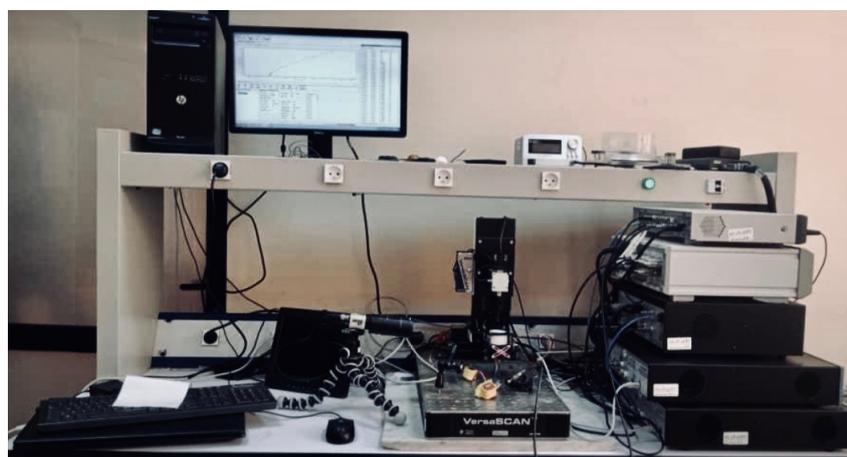


FIGURE 5.6 – Dispositif Versa-studio utilisé

- **Cellule électrochimique** : Nous avons utilisé dans notre étude une cellule électrolytique classique à trois électrodes, c'est une cellule double-enveloppe en verre qui a un volume de 500 ml, la double-enveloppe permet la régulation de la température par l'intermédiaire d'un bain thermostat.

La cellule électrochimique est composée de :

- Une électrode de travail en acier inoxydable 316L.
- Une électrode de référence au Ag/AgCl.
- Une contre électrode en platine.

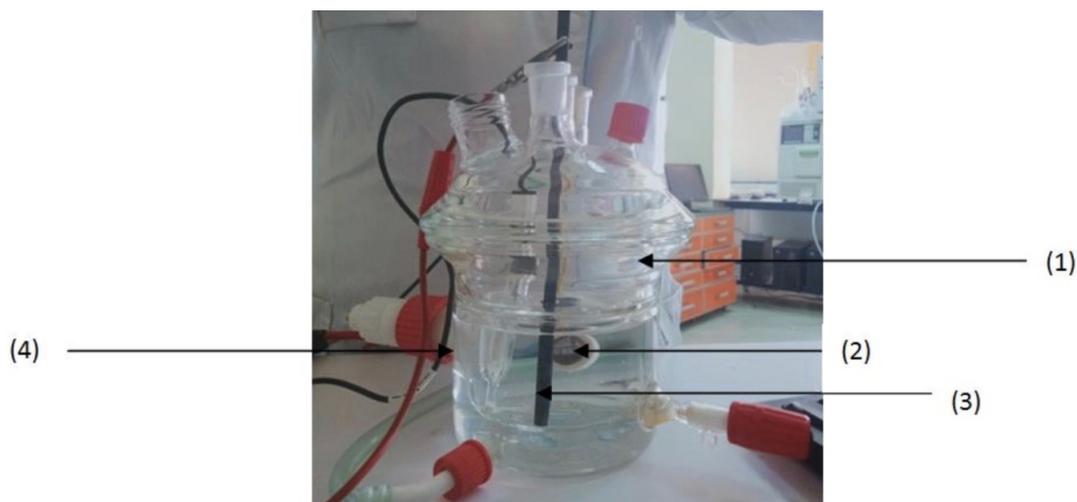


FIGURE 5.7 – Cellule électrochimique utilisée

La cellule électrochimique montrée dans la figure 5.7 est composée de :

- (1) Cellule électrochimique à double enveloppe.
- (2) Électrode de travail en acier inoxydable 316L.
- (3) Contre électrode en platine.
- (4) Électrode de référence au Ag/AgCl.

### 5. Porte-échantillon

L'échantillon en acier inoxydable 316L découpé à partir de la plaque cylindrique possède des dimensions et une forme qui permettent son adaptation au porte échantillon du dispositif après avoir enlevé l'enrobage.

En plus de l'enrobage auquel nous avons pris soin de donner une forme circulaire et la connexion électrique rigidement gainée parallèle à la surface exposée.

Nous avons conçu notre propre porte échantillon en tenant compte des dispositions normalisées de la cellule en utilisant une électrode en platine de 10 cm de longueur.

## 5.4 Techniques et méthodes électrochimiques :

### 5.4.1 Introduction

Les tests potentiostatiques et potentiodynamiques sont effectués afin d'évaluer et de comparer les courants, les potentiels ainsi que les vitesses de corrosion des quatre échantillons immergés dans les électrolytes préparés.

Les échantillons sont testés dans des conditions similaires à celles utilisées *in vivo* et *in vitro*.

Après les tests de polarisation, les variations de la morphologie de la surface de chaque échantillon sont enregistrées et capturées à l'aide d'un microscope optique au niveau du laboratoire de corrosion.

### 5.4.2 Procédure expérimentale

1. Pour tous les tests, une solution de 200 ml d'électrolyte est utilisée, dans les cellules électrochimiques, ce qui assure le recouvrement de l'échantillon d'au moins 15 mm.
2. L'électrolyte est composé de la solution de Ringer ou d'une solution saline.
3. Nous avons aussi tenu compte du temps d'immersion de l'échantillon dans les médias reconstitués et des changements de la température corporelle.
4. Différents cas ont été analysés et plusieurs tests ont été effectués afin d'évaluer le comportement à la corrosion des aciers inoxydables 316L.
5. Le montage expérimental servi au traçage des courbes de polarisation est le suivant :
  - Un bain thermostaté permettant la stabilité de la température de l'électrolyte.
  - Une cellule électrochimique à trois électrodes, possédant une double paroi qui permet la circulation d'eau afin de maintenir la température du milieu réactionnel constante à  $T = 37^{\circ}\text{C} \pm 0,4^{\circ}\text{C}$ .
  - À noter que l'électrolyte se renouvelle pour chaque manipulation
  - Après 2 heures d'immersion (atteinte de l'état stationnaire), les courbes de polarisation sont tracées pour :
    - Un intervalle de surtension  $[-400\text{mV}, +400\text{mV}]$
    - Une vitesse de balayage de  $0,25\text{mV}$ .

Les méthodes électrochimiques de mesure utilisées sont :

#### 1. Potentiel en circuit ouvert (OCP) :

Les tests OCP ont été faits au début de chacun des tests appliqués à chaque échantillon et après l'immersion immédiate de ce dernier.

Les échantillons ont été placés dans les sondes ou porte échantillons de sorte que la surface sur laquelle on veut appliquer le test soit exposée à la solution de l'électrolyte.

La tension a été mesurée sans appliquer de courant externe pendant 3600 s jusqu'à ce que l'équilibre électrochimique soit atteint. Le potentiel qui en résulte se nomme potentiel de corrosion  $E_{corr}$ .

Sachant que le potentiel de corrosion  $i_{corr}$  est un indicateur qualitatif de l'état de corrosion d'un substrat métallique dans un milieu connu.

$E_{corr}$  est relevé en continu à l'aide du logiciel **Versa-studio** qui est lié au potentiostat.

L'évolution du potentiel d'abandon de l'échantillon étudié en fonction du temps, pour de une durée d'immersion d'une heure, permet de suivre l'établissement du régime stationnaire, ces mesures permettent aussi de révéler d'éventuelles transitions d'un état actif à un état passif du métal et inversement.

Cependant, ces tests ne donnent pas des renseignements sur la cinétique de corrosion.

## 2. Polarisation potentiodynamique :

Pour ce qui est du test de PDP, le balayage de potentiel commence à une tension de -400 mV par rapport à la valeur de  $E_{corr}$  et se termine à une tension de +400 mV encore par rapport à la valeur de  $E_{corr}$  obtenue pendant l'OCP, la vitesse de balayage est réglée à 0.25 mV/s.

La détermination de la densité de courant  $i_{corr}$  et du potentiel de corrosion  $E_{corr}$  est effectuée en extrapolant les droites de Tafel anodique et cathodique vers le potentiel de corrosion  $E_{corr}$ .

Le point d'intersection nous donne directement  $\log i_{corr}$  d'où  $i_{corr}$  et  $E_{corr}$ .

Ainsi, la détermination de la vitesse de corrosion et de la résistance de polarisation à partir de la courbe de tafel est possible, la détermination des deux paramètres sont expliqués dans les paragraphes qui suivent.

### — a- La vitesse de corrosion :

$V_{corr}$  exprimée en ( $mm.an^{-1}$ ), et est calculée en appliquant la relation suivante :

$$V_{corr} = \frac{i_{corr}.t.M.10}{n.F.d}$$

Tel que :

$i_{corr}$  = La densité de courant de corrosion ( $A.cm^{-2}$ ).

$t$  = Le temps qui correspond à une année.

$M$  = La masse atomique moyenne de l'alliage étudié ( $g/mol$ ).

$n$  = La valence.

$d$  = La densité du matériau ( $g/cm^3$ ).

### — b- La résistance de polarisation :

L'inverse de la pente de la courbe de polarisation stationnaire est la résistance de polarisation  $R_p$ , mesurée au potentiel de corrosion, Le moyen le plus rapide pour

obtenir  $R_p$  consiste à imposer des petites variations triangulaires  $\Delta V$  autour du potentiel de corrosion, et à mesurer les variations  $\Delta I$  qui en résultent.

La précision des résultats est faible car les courbes I-E obéissent rarement à la loi de Tafel, c'est pourquoi la plupart des dispositifs expérimentaux sont basés sur la détermination de la résistance de polarisation  $R_p$  [11]. Elle s'exprime en fonction des coefficients de Tafel et du courant de corrosion :

$$R_p = \frac{b_a \cdot |b_c|}{2,3 \cdot (b_a + |b_c|) \cdot i_{corr}}$$

Tel que :

$R_p$  = La résistance de polarisation ( $\Omega \cdot cm^2$ ).

$b_a$  = Pente de Tafel anodique (V)

$b_c$  = Pente de Tafel cathodique (V)

$i_{corr}$  = La densité du courant ( $A/cm^{-2}$ ).

## 5.5 Résultats et discussions

Dans cette partie, toutes les valeurs obtenues du potentiel "E" sont prises par rapport à l'électrode de référence Ag/AgCl.

### 5.5.1 Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu de la solution Ringer

#### 1- Courbe Potentiel-Temps :

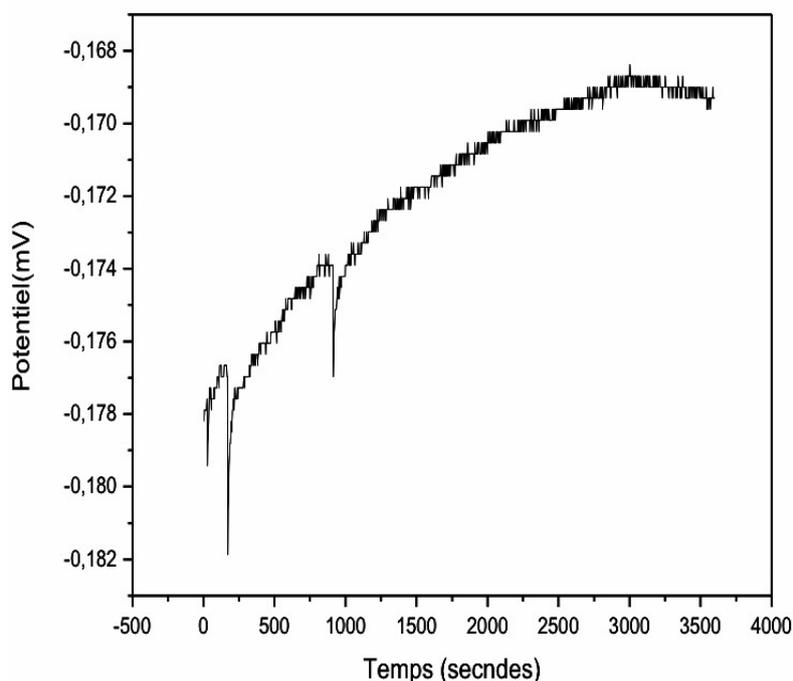


FIGURE 5.8 – Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans une solution de Ringer.

La courbe 5.8 présente l'évolution du potentiel libre en fonction du temps de l'acier inoxydable 316L dans la solution de Ringer.

Cette méthode nous a permis, selon l'évolution du potentiel d'abandon, de prédire le type de comportement mis en jeu à l'interface métal/solution et oxyde /solution.

Plusieurs informations peuvent être tirées de cette courbe :

- Nous observons que le potentiel libre se stabilise au bout d'une heure à une valeur de -0.17 V.
- la présence des pics qui apparaissent sur la courbe peut être interprétée par l'attaque du métal "l'effet de l'oxygène et des agents oxydants".
- D'après la forme de la courbe, l'évolution de la courbe  $E(t)$  montre que, d'une manière générale, le potentiel de l'interface métal/solution s'ennoblit c'est à dire ce

potentiel d'abandon tend vers des valeurs plus positives, cela signifie qu'il y a une formation spontanée d'une couche d'oxyde passive protectrice.

- Les perturbations dans la courbe  $E(t)$  en solution dénotent de la présence d'un phénomène de compétition entre la passivation et la dépassivation du métal.

## 2- Courbe potentiodynamique $\log(i)=f(E)$ :

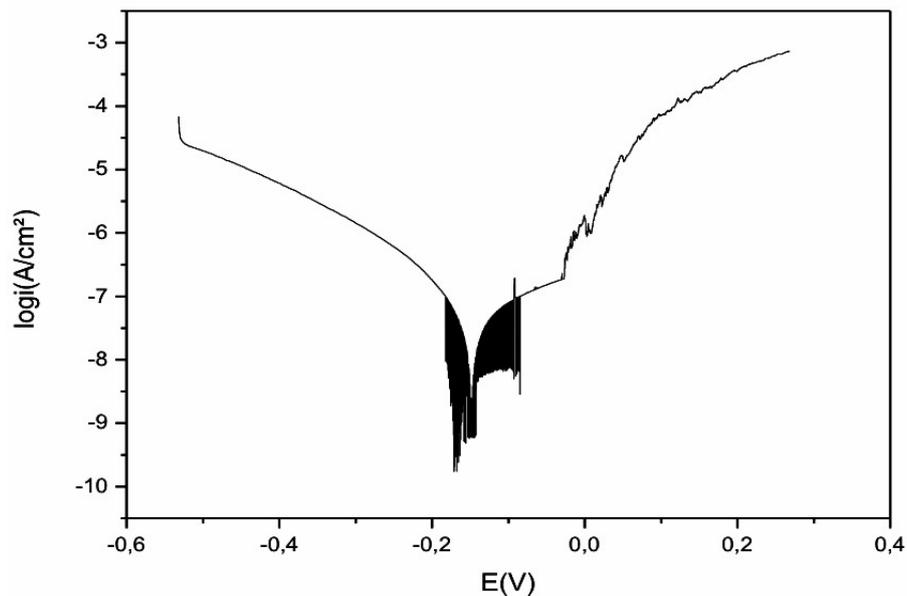


FIGURE 5.9 – Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans une solution de Ringer.

La courbe de polarisation  $\log i=f(E)$  présente l'évolution de la densité du courant en fonction du potentiel d'un acier 316L dans une solution Ringer.

Les valeurs de potentiel de corrosion, du courant de corrosion ainsi que celle de la vitesse de corrosion sont tirées de l'application de la loi de Tafel à l'aide du logiciel **Versa-studio** et sont regroupées dans le tableau suivant :

TABLE 5.4 – Résultats potentiodynamiques pour l'acier inoxydable 316L dans la solution Ringer.

Paramètre de corrosion	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ ( $nA.cm^{-2}$ )	$V_{corr}$ ( $mm.an^{-1}$ )
Valeurs	-123,918	44,544	$3,52.10^{-3}$

D'après les résultats obtenus dans la solution de Ringer (simulée au milieu physiologique), nous avons pu conclure que :

- Le potentiel de corrosion est fixé à une valeur négative dans les alentours de -123,918 mV.

-La densité du courant de corrosion est une valeur positive de  $44,544 nA.cm^{-2}$ .

- La vitesse de corrosion pour l'acier inoxydable 316L dans la solution de Ringer est de  $3,52 \cdot 10^{-3} \text{ mm.an}^{-1}$ , cette vitesse est acceptable dans le domaine de corrosion et montre un meilleur comportement de l'acier 316L vis-à-vis de la corrosion dans une solution de Ringer.
- Le domaine de passivation augmente proportionnellement au temps d'immersion ainsi qu'au potentiel, ceci peut s'expliquer par la construction d'un film passif très résistif à la surface de l'acier inoxydable exposé à la solution Ringer.
- L'ensemble des résultats obtenus sont relatifs aux paramètres électrochimiques mesurés et ils sont aussi parfaitement corrélables entre eux.

### 5.5.2 Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu 3%NaCl

#### 1- Courbe Potentiel-Temps :

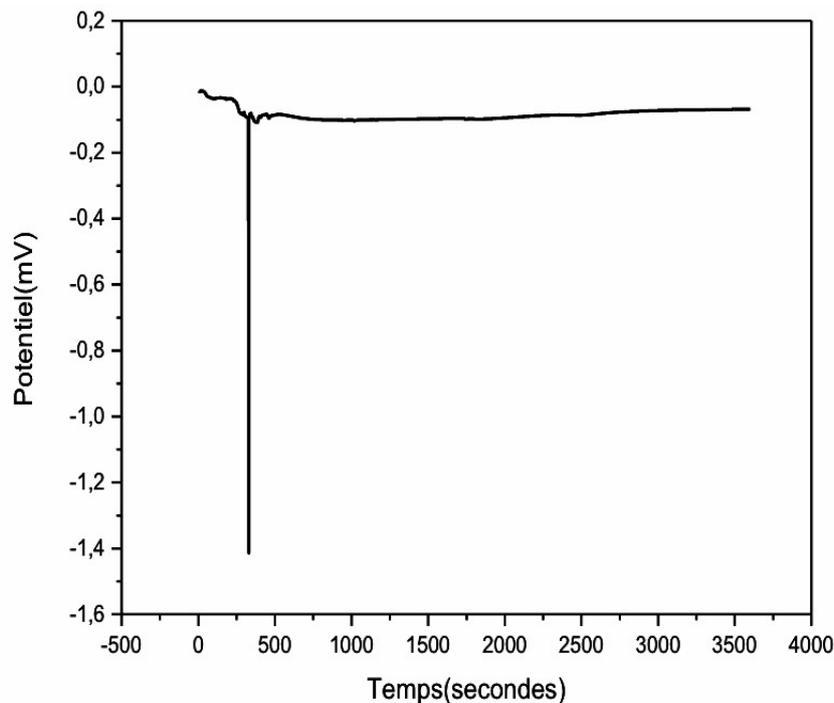


FIGURE 5.10 – Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans le milieu de la solution 3%NaCl.

La courbe 5.10 présente l'évolution du potentiel libre en fonction du temps de l'acier inoxydable 316L dans la solution 3%NaCl.

Cette évolution nous permet de déterminer le degré de stabilité du matériau, lié à l'évolution de l'état de surface. En principe, un état stationnaire est atteint.

Plusieurs informations peuvent être tirées de cette courbe :

- Nous observons que le potentiel libre se stabilise au bout de 500 secondes à une valeur de -0.1 V.

- Un pic d'oxydation au bout de 300 secondes dont lequel le potentiel décroît de -0.09 V jusqu'à -1.4 V et qui correspond à un processus de dégradation du métal qui cherche à trouver son équilibre donc on constate une phase de passivation accompagné d'une réorganisation de la couche passive conduisant à une nouvelle couche passive avec des propriétés protectrices.

## 2- Courbes potentiodynamiques $\log(i)=f(E)$ :

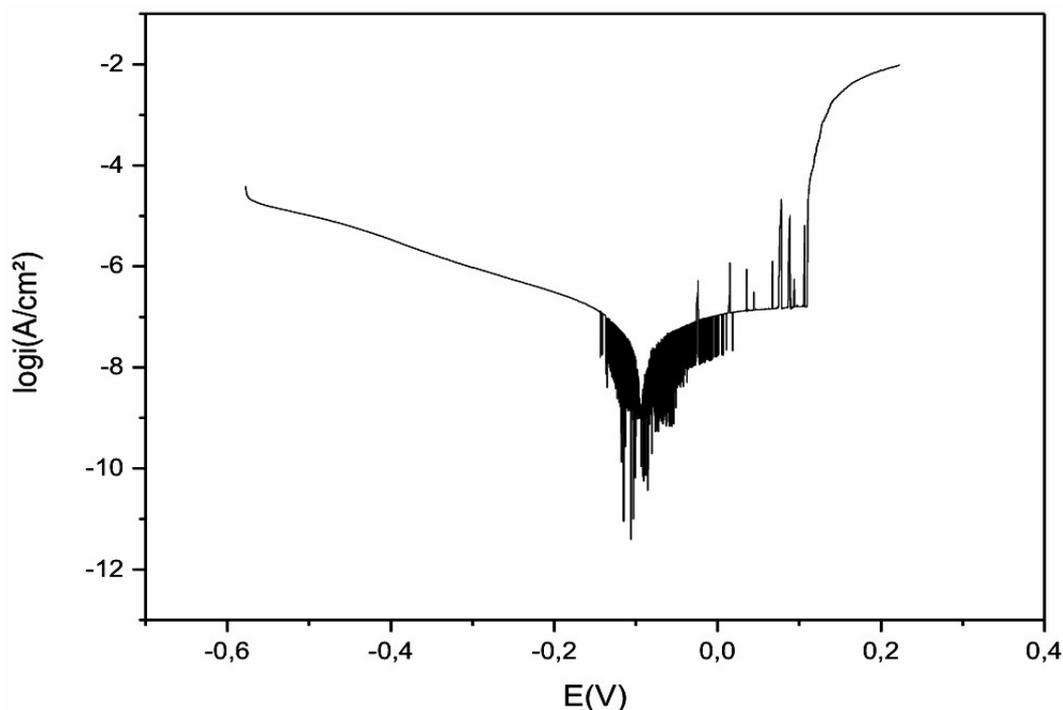


FIGURE 5.11 – Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans la solution 3%NaCl.

La courbe présente l'évolution du logarithme de la densité de courant en fonction du potentiel de l'acier 316L dans une solution 3%NaCl.

Les valeurs de potentiel de corrosion, du courant de corrosion ainsi que celle de la vitesse de corrosion tirées de l'application de la loi de Tafel à l'aide du logiciel **Versa-studio** sont regroupées dans le tableau suivant :

TABLE 5.5 – Résultats potentiodynamiques pour l'acier inoxydable 316L dans la solution 3%NaCl.

Paramètre de corrosion	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ ( $nA.cm^{-2}$ )	$V_{corr}$ ( $mm.an^{-1}$ )
Valeurs	-83,432	115,222	$9,12 \cdot 10^{-3}$

D'après les résultats obtenus dans la solution de 3% NaCl , nous avons pu conclure que :

- Le potentiel de corrosion est fixé à une valeur négative dans les alentours de  $-83,432 \text{ mV}$ .
- La densité du courant de corrosion est une valeur positive de  $115,222 \text{ nA.cm}^{-2}$ .
- La vitesse de corrosion pour l'acier inoxydable 316L dans la solution de NaCl est de  $9,12 \cdot 10^{-3} \text{ mm.an}^{-1}$ , cette vitesse est acceptable dans le domaine de corrosion.
- Nous pouvons conclure d'après l'allure de la courbe que les chlorures  $\text{Cl}^-$  qui se trouvent dans la solution attaquent la surface du métal ce qui fait augmenter la vitesse de corrosion par piqûres, donc le potentiel devient moins noble et le courant de corrosion augmente ce qui ne permet pas d'avoir une bonne résistance à la corrosion.
- L'ensemble des résultats obtenus sont relatifs aux paramètres électrochimiques mesurés, et ils sont aussi parfaitement corrélables entre eux.

### 5.5.3 Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu $2\% \text{H}_2\text{SO}_4$

1-Courbe Potentiel-Temps :

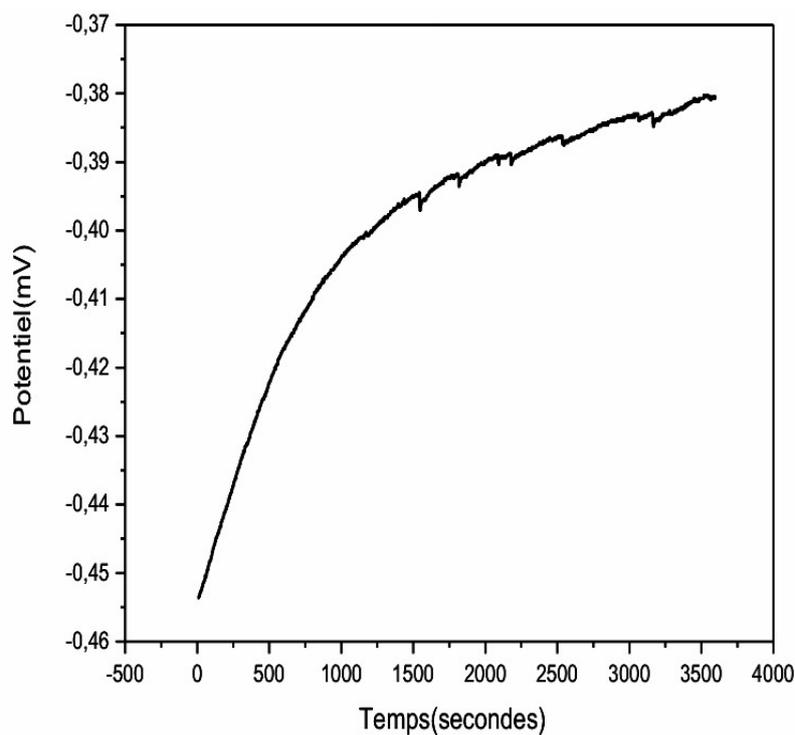


FIGURE 5.12 – Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans le milieu de la solution  $2\% \text{H}_2\text{SO}_4$

La courbe 5.12 présente l'évolution du potentiel libre en fonction du temps de l'acier inoxydable 316L dans la solution  $2\% \text{H}_2\text{SO}_4$ .

Plusieurs informations peuvent être tirées de ces courbes :

- Le potentiel d'abandon tend vers des valeurs plus positives tout en amorçant son augmentation "ennoblissement" pour se stabiliser relativement à -0,38 mV en en 3600 secondes.
- Cette augmentation du potentiel libre s'explique successivement par la dissolution d'une couche d'oxyde préformée à l'air puis re-formation dans l'acide sulfurique d'un film de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  plus adhérent.

## 2- Courbes potentiodynamiques $\log(i)=f(E)$ :

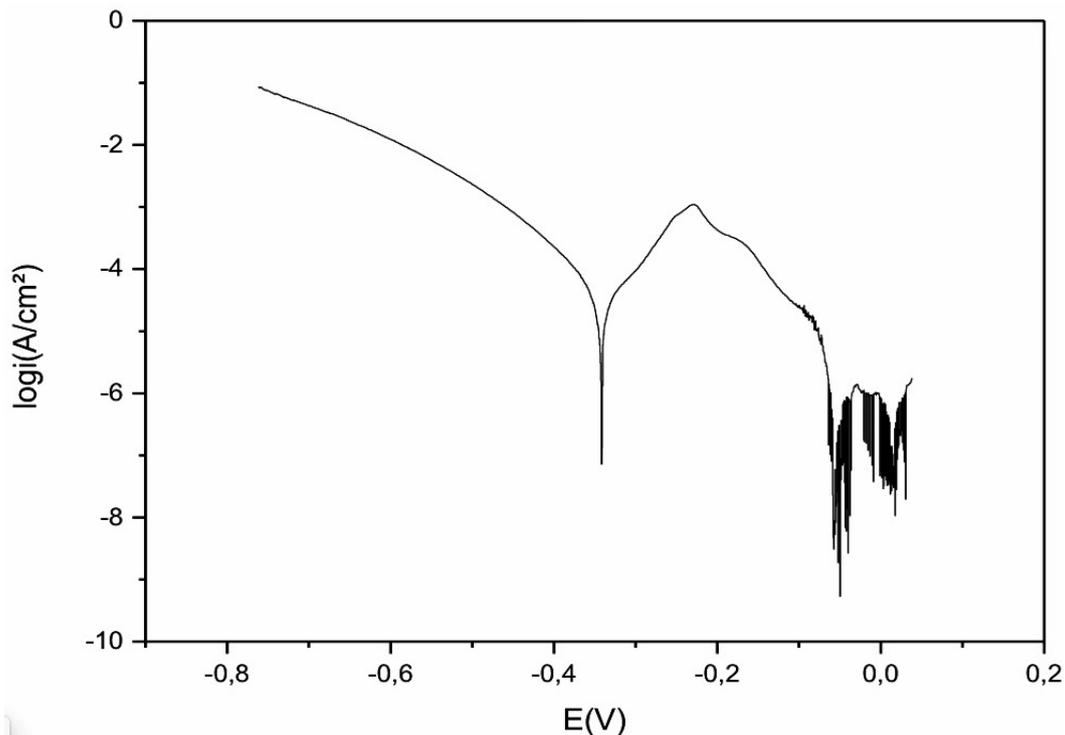


FIGURE 5.13 – Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans la solution 2% $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

La courbe de polarisation  $\log(i)=f(E)$  présente l'évolution du logarithme de la densité de courant en fonction du potentiel de l'acier 316L dans la solution 2% $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Les valeurs de potentiel de corrosion, du courant de corrosion ainsi que celle de la vitesse de corrosion sont tirées de l'application de la loi de Tafel à l'aide du logiciel **Versa-studio**, et sont regroupées dans le tableau suivant :

TABLE 5.6 – Résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable 316L dans la solution 2% $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Paramètre de corrosion	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ ( $\mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ )	$V_{corr}$ ( $\text{mm}\cdot\text{an}^{-1}$ )
Valeurs	-64,752	38,766	3,071

D'après les résultats obtenus dans la solution 2% $\text{H}_2\text{SO}_4$ , nous avons pu conclure que :

- Le potentiel de corrosion est fixé à une valeur négative de -64,752 mV.
- Le densité du courant de corrosion est une valeur positive de  $38,766 \mu A.cm^{-2}$ .
- La vitesse de corrosion pour l'acier inoxydable 316L dans la solution 2% $H_2SO_4$  est de  $3,071 mm.an^{-1}$ , cette vitesse est acceptable dans le domaine de corrosion et montre un meilleur comportement de l'acier 316L vis-à-vis de la corrosion.
- Les données de la littérature [14] révèlent que les nuances de l'acier inoxydable contenant du molybdène comme élément mineur "nuance 316L" sont en mesure de former spontanément une couche passive dans un acide non oxydant.
- Peled et Itzhak [26] ont rapporté que l'existence de molybdène dans le film passif stable indique son rôle important dans la détermination du comportement environnemental des aciers inoxydables dans l'environnement  $H_2SO_4$ , ils ont constaté que le molybdène, l'un des éléments nobles d'alliage inoxydable austénitique, présente un comportement amélioré de passivation lorsqu'il est exposé à une solution de  $H_2SO_4$ .
- L'ensemble des résultats obtenus sont relatifs aux paramètres électrochimiques mesurés ; et ils sont aussi parfaitement corrélables entre eux.

#### 5.5.4 Étude de la corrosion de l'acier inoxydable biomédical 316L dans le milieu $H_2O$

##### 1- Courbe Potentiel-Temps :

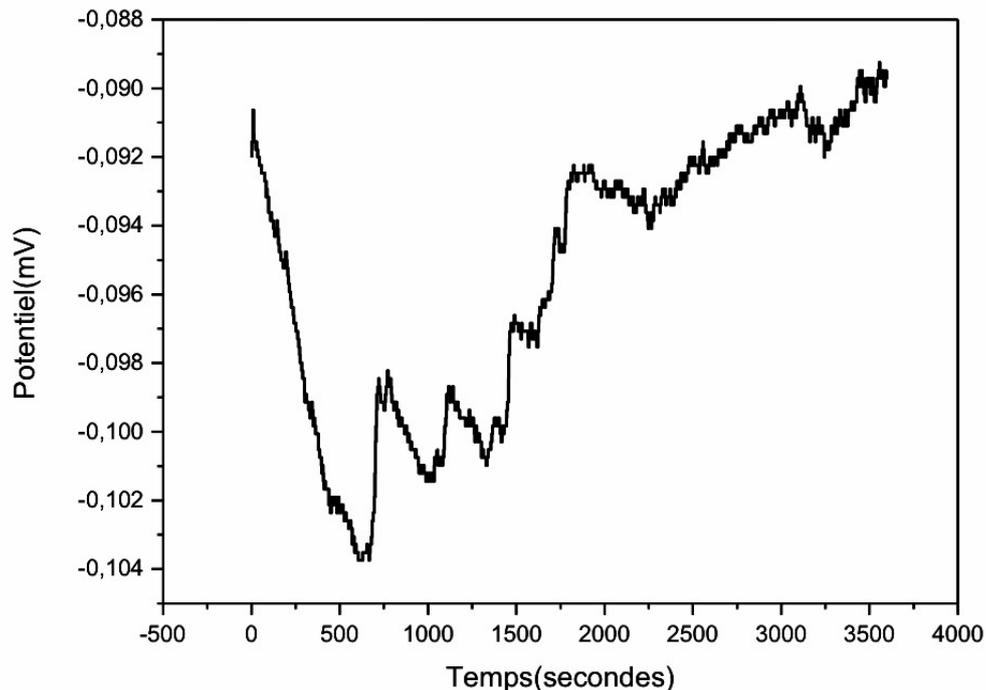


FIGURE 5.14 – Évolution du potentiel de corrosion d'un acier inoxydable 316L dans le milieu de la solution  $H_2O$ .

La courbe 5.14 présente l'évolution du potentiel libre en fonction au temps de l'acier inoxydable 316L dans l'eau distillée H<sub>2</sub>O.

Plusieurs informations peuvent être tirées de cette courbe :

- Nous constatons d'après l'évolution de la courbe  $E(t)$  que le potentiel d'interface métal/solution tend vers des valeurs plus positives jusqu'à ce qu'il arrive au bout de 3600 secondes à  $-0,38$  V.
- Et donc notre matériau passe par un ennoblement, le potentiel est noble, il devient de plus en plus positif.
- L'allure du graphe nous renseigne sur l'agressivité de l'eau distillé vis-à-vis le matériau, d'ailleurs elle est très importante à cause de son déficit en ions dissous et aussi sa teneur en oxygène dissous.
- De plus, la figure montre que le potentiel devient plus noble après 1 heure d'immersion, ce qui s'explique par le fait que le film d'oxyde de chrome Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> devient de plus en plus étanche "impermeable" pour un apport plus important d'oxygène.

## 2- Courbes potentiodynamiques $\log(i)=f(E)$ :

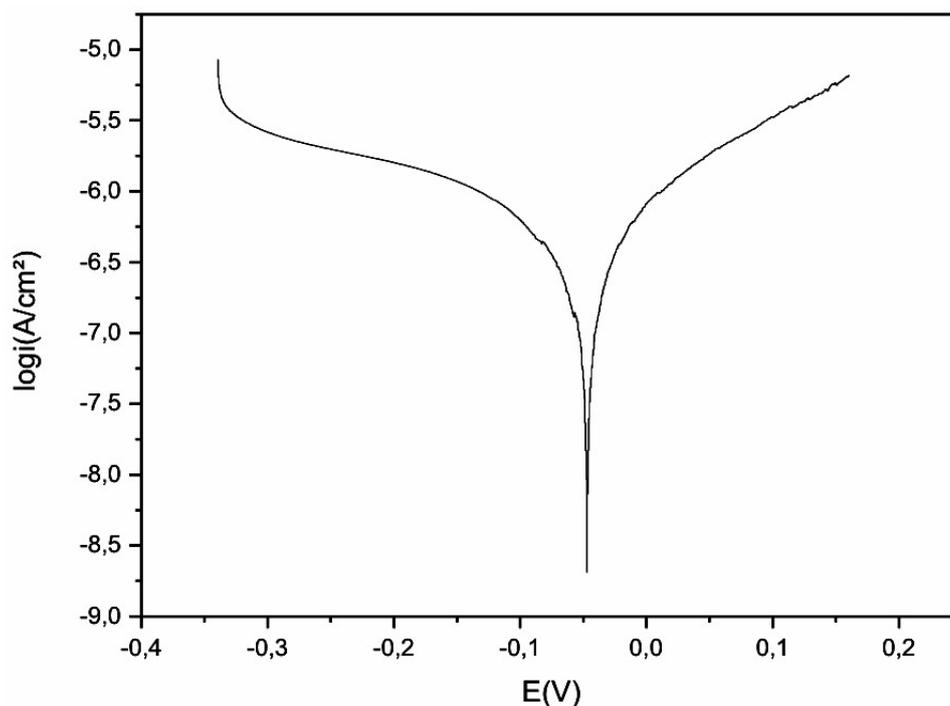


FIGURE 5.15 – Courbe potentiodynamique de l'acier inoxydable type 316L dans une solution de H<sub>2</sub>O.

La courbe présente l'évolution du logarithme de la densité de courant en fonction du potentiel de l'acier 316L dans l'eau distillée.

Les valeurs de potentiel de corrosion, du courant de corrosion ainsi que celle de la vitesse de corrosion tirées de l'application de la loi de Tafel à l'aide du logiciel **Versa-studio**, sont regroupées dans le tableau suivant :

TABLE 5.7 – Résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable 316L dans l'eau distillée.

Paramètre de corrosion	$E_{corr}$ (mV)	$i_{corr}$ ( $\mu A.cm^{-2}$ )	$V_{corr}$ ( $mm.an^{-1}$ )
Valeurs	-47,232	1,677	0,132

D'après les résultats obtenus dans l'eau distillée, nous avons pu conclure que :

- Le potentiel de corrosion est fixé à une valeur négative de -47,232 mV.
- La densité du courant de corrosion est une valeur positive de 1,677  $\mu A.cm^{-2}$ .
- La vitesse de corrosion pour l'acier inoxydable 316L dans la solution de l'eau distillée est de 0,132  $mm.an^{-1}$ , cette vitesse est acceptable dans le domaine de corrosion et montre un meilleur comportement de l'acier 316L vis-à-vis de la corrosion.
- L'ensemble des résultats obtenus sont relatifs aux paramètres électrochimiques mesurés, et ils sont aussi parfaitement corrélables entre eux et ceci pour chacune des solutions étudiées.

### 5.5.5 Détermination de la résistance de polarisation :

Les pentes de Tafel  $b_c$  et  $b_a$  ont été déterminées directement à partir des droites de Tafel du logiciel **Versa-studio**, les valeurs de ces deux paramètres relatifs pour chaque solution sont regroupés dans le tableau 5.8 :

TABLE 5.8 – Valeurs des pentes de Tafel pour chaque solution

Pente de Tafel (mV)	Solution Ringer	3%NaCl	2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O
Pente cathodique $b_c$	127,76	195,24	-431, 53.10 <sup>3</sup>	627,15
Pente anodique $b_a$	83,76	1368	152, 72.10 <sup>3</sup>	260,12

Les résultats des calculs de la résistance de polarisation sont regroupés dans le tableau suivant :

TABLE 5.9 – Valeurs calculées de la résistance de polarisation pour chaque solution

Solution	Solution Ringer	3%NaCl	2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O
$R_p$ ( $\Omega.cm^2$ )	49, 73.10 <sup>7</sup>	64, 21.10 <sup>4</sup>	12, 65.10 <sup>5</sup>	48, 06.10 <sup>6</sup>

D'après les résultats obtenus dans le tableau 5.9, la solution Ringer présente la valeurs la plus élevée de la résistance de polarisation suivie par celle de l'eau distillée.

la valeur la plus basse de la résistance de polarisation est celle obtenue pour la solution 3%NaCl, ceci est dû à la présence des chlorures qui augmentent la vitesse de corrosion et donc diminuent la résistance de polarisation.

### 5.5.6 Comparaison des résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable type 316L dans les différents milieux étudiés :

TABLE 5.10 – Tableau récapitulatif des résultats potentiodynamiques de l'acier inoxydable 316L

Paramètre	Solution Ringer	3%NaCl	2%H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	H <sub>2</sub> O
$E_{corr}(mV)$	-123,918	-83,432	-64,752	-47,232
$i_{corr}(nA.cm^{-2})$	44,544	115,222	$38,766.10^3$	$1,677.10^3$
$V_{corr}(mm.an^{-1})$	$3,52.10^{-3}$	$9,12.10^{-3}$	3,071	0,132
$R_p(\Omega.cm^2)$	$49,73.10^7$	$64,21.10^4$	$12,65.10^5$	$48,06.10^6$

D'après le tableau 5.10 regroupant les paramètres électrochimiques mesurés à partir de l'ensemble des courbes de polarisation obtenues dans les différentes solutions de cette étude, nous remarquons que :

- La solution de Ringer présente les meilleures grandeurs électrochimiques.
- L'échantillon traité dans une cellule électrochimique contenant une solution simulée du milieu physiologique du corps humain "solution de Ringer" présente la plus faible densité de courant de corrosion  $0,044544 \mu(A.cm^{-2})$ , et par conséquent il présente la plus faible vitesse de corrosion  $3,52.10^{-3} (mm.an^{-1})$ , ceci est due à la formation d'une couche passive qui protège le matériau et diminue la vitesse de corrosion.
- Aussi, l'acier inoxydable 316L dans une solution de Ringer présente la résistance de polarisation la plus élevée en comparant avec les autres solutions, sa valeur dans une solution Ringer est de  $49,73.10^7(\Omega.cm^2)$  et cela est dû à la formation d'une couche passive qui protège le matériau et diminue la vitesse de corrosion.
- Le potentiel le plus noble par classement correspond au système :
  1. 316L/solution de Ringer
  2. 316L/H<sub>2</sub>O
  3. 316L/2%H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>
  4. 316L/3%NaCl
- Ces résultats donnent quelques informations sur l'interaction entre l'acier inoxydable 316L et les milieux acides, neutres, chlorurés.
- La variation de la valeur du potentiel avec le temps d'immersion peut être expliquée par la réaction électrochimique qui commence à avoir lieu entre le milieu et la surface exposée du substrat métallique, plus ou moins adhérent, provoquant une stabilité relative du potentiel d'abandon.

- Les aciers inoxydables sont des matériaux passivables sensibles à la corrosion par piqûres en présence d'espèces agressives spécifiques. Ce sont le plus souvent les ions chlorures  $\text{Cl}^-$ , qui sont les plus agressifs et qui jouent un rôle important dans le mécanisme d'amorçage et de développement de la piqûration.
- La corrosion par piqûres est liée aux attaques très localisées d'hétérogénéités dans le film et qui aboutissent à la détérioration locale de la couche passive mettant ainsi à nu le métal sur une surface très faible "zone anodique" par rapport aux zones restant protégées "zones cathodiques". Ce processus de détérioration du matériau conduit généralement à un phénomène de corrosion généralisée pour les aciers ordinaires.

### 5.5.7 Suivi micrographique

Le suivi micrographique des échantillons immergés dans les différentes solutions précédentes : solution Ringer,  $\text{NaCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}$ , a été fait à l'aide d'un microscope optique au niveau du laboratoire corrosion du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI).

L'observation a été faite à l'aide d'un microscope optique montré dans la figure 5.16 et est de la marque **Axiocam** et de référence **ERc5s**.



FIGURE 5.16 – Microscope optique utilisé.

**1- Observation de l'échantillon après immersion dans la solution Ringer :**

L'observation par microscope optique de l'échantillon après immersion dans la solution Ringer ainsi qu'après avoir effectué les tests électrochimiques est montrée dans la figure 5.17 :



FIGURE 5.17 – Structure microscopique de l'échantillon après immersion dans la solution Ringer (x50)

Nous constatons d'après la structure observée que la solution Ringer n'a pas affecté la surface du matériau et n'a pas eu une influence sur son état corrosif.

**2- Observation de l'échantillon après éersion dans la solution 3%NaCl :**

L'observation par microscope optique de l'échantillon après immersion dans la solution 3%NaCl ainsi qu'après avoir effectué les tests électrochimiques est montrée dans la figure 5.18 :

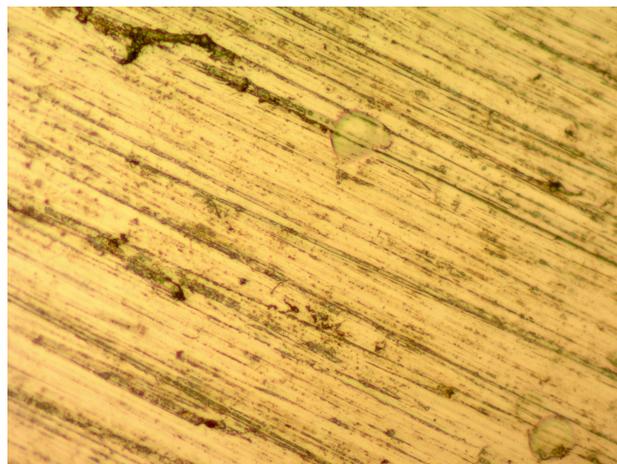


FIGURE 5.18 – Structure de l'échantillon après immersion dans la solution NaCl (x50)

Nous constatons d'après la structure observée que la solution 3%NaCl a affecté la surface de notre matériau légèrement.

### 3- Observation de l'échantillon après émergence dans la solution 2% $H_2SO_4$ :

L'observation par microscope optique de l'échantillon après immersion dans la solution 2% $H_2SO_4$  ainsi qu'après avoir effectué les tests électrochimiques est montrée dans la figure 5.19 :

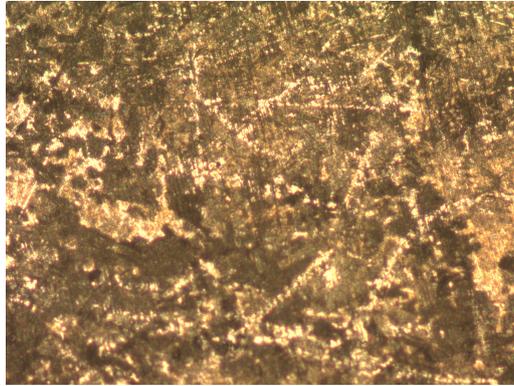


FIGURE 5.19 – Structure de l'échantillon après immersion dans la solution 2% $H_2SO_4$ (x5)

Nous constatons d'après la structure observée que la solution 2% $H_2SO_4$  a affecté la surface de notre matériau fortement.

### 4- Observation de l'échantillon après émergence dans l'eau distillée :

L'observation par microscope optique de l'échantillon après immersion dans l'eau distillée ainsi qu'après avoir effectué les tests électrochimiques est montrée dans la figure 5.20 :



FIGURE 5.20 – Structure de l'échantillon après immersion dans l'eau distillée (x10)

Nous constatons que l'eau distillée n'a presque pas affecté la surface de notre matériau.

## 5.6 Conclusion

D'après cette étude, nous remarquons que nos échantillons présentent un meilleur comportement à la corrosion dans la solution Ringer par rapport aux autres milieux étudiés.

Les grandeurs électrochimiques tirées des essais confirment que notre biomatériau est plus résistant à la corrosion dans la solution Ringer, d'ailleurs, cela se traduit par une grande résistance de polarisation avec une faible densité de courant en présence de cette solution.

La présence des ions carbonates dans la solution Ringer jouent le rôle d'inhibiteur de corrosion par piqûres [33].

La basse teneur en carbone dans l'acier inoxydable 316L permet d'éviter la formation de carbures dans les joints des grains notamment des carbures de chrome  $\text{Cr}_23\text{C}_6$ , qui sont des composé très stables mais qui n'empêchent pas l'oxydation du fer et favorisent la corrosion inter-granulaire du biomatériau.

Une bonne utilisation des aciers inoxydables nécessite donc un métal d'une très grande homogénéité pour éviter des corrosions locales et un passage de l'état actif à l'état passif en tous les points de la surface exposée.

Plusieurs facteurs peuvent influencer sur le transport des ions à travers le film protecteur, tel que : la composition chimique, la structure, l'épaisseur du film, et la présence des défauts.

Principalement, la nature et la stabilité d'un film passif d'un métal ou un alliage particulier dépendra des conditions d'environnement, telles que la composition de l'électrolyte, les conditions redox, l'exposition, le temps et la température [39].

L'allure d'une courbe courant-potentiel d'un acier inoxydable dépend de différents facteurs concernant le matériau et le milieu :

- L'accroissement de la teneur en chrome diminue la densité de courant de passivation et favorise ainsi la passivation de l'acier.
- Une augmentation de la valeur du pH conduit à une diminution de la densité de courant de passivation.

Les atomes de chrome dans l'acier réagissent avec le dioxygène de l'air et forment une couche protectrice d'oxyde de chrome.

La passivation ou passivité représente un état des métaux ou des alliages dans lequel leur vitesse de corrosion est notablement ralentie par la présence d'un film passif naturel ou artificiel, par rapport à ce qu'elle serait en l'absence de ce film.

Dans le cas des aciers inoxydables 316L, ce film passif apparaît spontanément par oxydation, parce que l'oxyde formé sur la surface est insoluble et constitue un obstacle qui ralentit les processus ultérieurs, dans un milieu aqueux, la formation de ce film est liée à un domaine de potentiel électrochimique ainsi qu'à un domaine de pH dans lesquels l'oxyde est stable.

De ce fait, on s'attache à ce que le film passif se forme à l'air avant la mise en service de la prothèse totale de hanche tout en prenant en considération les points suivants :

- En fin de fabrication, la prothèse est décapée afin que rien ne gêne le passage de l'air jusqu'à la surface de la pièce, pour que le film d'oxyde se forme naturellement.
- Élimination des huiles et graisses.
- Élimination des particules d'acier au carbone (non-inox) pouvant provenir des opérations de fabrication.
- Élimination d'une couche d'oxyde épaisse ayant pu se former lors des traitements thermiques et des opérations de soudure (couche colorée, calamine, laitier).
- Utilisation d'un procédé aidant à former la couche passive : traitement à l'acide nitrique pour un acier inoxydable,

## Conclusion et Perspectives

---

Tout au long de la préparation de notre projet de fin d'études, nous avons essayé de mettre en pratique les connaissances acquises durant nos études supérieures et cela dans le but d'améliorer le fonctionnement des prothèses totales de hanche.

Ce mémoire avait pour ambition de faire une caractérisation physico-chimique et électrochimique afin d'étudier la biocompatibilité d'un acier inoxydable du type 316L destiné à la fabrication des prothèses totales de hanche utilisées en chirurgie orthopédique.

Il a fallu dans un premier temps préparer des échantillons qui ont été par la suite utilisés dans l'analyse spectrale de l'identification de la composition chimique ainsi que d'autres caractérisations telles que les caractérisations physico-chimiques, la diffraction par les rayons X, et la caractérisation mécanique de la micro-dureté.

Il a été possible également de se lancer dans la caractérisation mécanique, pour cela, des éprouvettes de traction et de résilience ont été élaborées à partir de la matière première de l'acier inoxydable 316L.

Il convenait ainsi de faire une caractérisation électrochimique ou nous avons étudié l'évolution du potentiel libre et réalisé les courbes de densité de courant en fonction du potentiel d'abandon pour plusieurs échantillons immergés dans différentes solutions afin d'étudier la biocompatibilité et comparer la vitesse de corrosion dans chaque solution.

Nous avons pu conclure d'après les résultats obtenus dans cette étude que les aciers inoxydables doivent leur bon comportement à la corrosion à une couche passive, cette passivité des aciers inoxydables est liée à la présence d'un film protecteur à l'interface entre l'alliage et le milieu, les propriétés de ce film sont dues à la présence du chrome dans le métal, à noter que ce film qui est peu stable, est également très sensible localement à l'action de l'environnement, à la micro-structure de l'acier et aux déformations plastiques.

Ce travail de mémoire se voulait principalement métallurgie, il serait pertinent de procéder à l'amélioration du biomatériau en acier inoxydable 316L, un métallurgiste dispose de certains moyens parmi lesquels il peut intervenir sur la composition de l'acier inoxydable, l'augmentation des teneurs en molybdène, chrome, nickel rend le matériau amagnétique, la réduction des teneurs en soufre, manganèse, aluminium supprime les inclusions "MnS" et améliore ainsi la résistance à la fatigue et à la corrosion localisée (par piqûre), ainsi la réduction de la teneur en carbone évite la corrosion inter-granulaire.

Il peut également intervenir au niveau de la méthode d'élaboration en utilisant notamment la refusions sous vide, qui améliore la propreté vis-à-vis des oxydes et au niveau de la

méthode de transformation par hypertrempe du matériau qui évite la corrosion intergranulaire et la rupture par fatigue ou par écrouissage de façon homogène et forgeage qui augmente les caractéristiques mécaniques, en évitant d'amoinrir la résistance à la corrosion liée à l'écrouissage hétérogène.

En somme, le fabricant des implants orthopédiques peut intervenir au niveau de l'état de surface pour éviter toute amorce de fissure, piqûre etc, pour les implants temporaires, l'acier inoxydable 316L refondu sous vide semble une solution bien confortée par expérience.

En conclusion, pour les implants définitifs, il semble qu'une augmentation de la teneur en molybdène soit une voie à envisager (plus de 3%), les recherches sont orientées vers la mise au point de nouveaux alliages sans chrome, cependant, il faut bien voir que c'est le chrome qui donne le caractère d'inoxidabilité, ainsi que vers la réalisation de traitements de surface appropriés, les techniques d'implantation ionique permettent, par exemple, d'apporter dans les couches les plus superficielles une sur-concentration d'éléments favorables à la surface de travail.

Ce travail offre plusieurs perspectives, à savoir :

- L'optimisation de l'utilisation de l'acier inoxydable 316L en orthopédie.
- L'identification des produits de corrosion résultants de la dégradation de l'acier 316L dans les différents milieux étudiés.
- Traçage des courbes de potentiel et de densité de courant successif pour bien comprendre le mécanisme de corrosion de la plaque à vis en acier 316L.
- La connaissance de la composition chimique des couches passives.
- L'influence d'autres paramètres comme l'effet du pH sur la vitesse de corrosion.
- La modification de la composition chimiques par modification des éléments d'additions en vue d'améliorer la résistance et diminuer les effets secondaires telle que l'allergie au Nickel.

## Bibliographie

---

- [1] Sandy ALBERTINI. « Modélisation Numérique d'une Prothèse Totale de Hanche (PTH) ». In : *Stage de fin d'étude Septembre, Institut Scientifique et Polytechnique Galilée Paris* 13 (2004).
- [2] Latif AYA et al. « L'effet de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques et électrochimique d'un alliage d'aluminium ». In : () .
- [3] Latif AYA et al. « L'effet de la vitesse de refroidissement sur les propriétés mécaniques et électrochimique d'un alliage d'aluminium ». In : () .
- [4] PD BIANCO, P DUCHEYNE et JM CUCKLER. « Local accumulation of titanium released from a titanium implant in the absence of wear ». In : *Journal of Biomedical Materials Research : An Official Journal of The Society for Biomaterials and The Japanese Society for Biomaterials* 31.2 (1996), p. 227-234.
- [5] MV CARDOSO, ST AMARAL et EMA MARTINI. « Temperature effect in the corrosion resistance of Ni-Fe-Cr alloy in chloride medium ». In : *Corrosion Science* 50.9 (2008), p. 2429-2436.
- [6] J CATON et al. « La prothèse totale de hanche ». In : *4th symposium Charnley International Lyon*. 2004, p. 130-135.
- [7] Alberto CIGADA et al. « In vivo behavior of a high performance duplex stainless steel ». In : *Journal of Applied Biomaterials* 4.1 (1993), p. 39-46.
- [8] Béatrice COUTEAU. « Modélisation 3D par la méthode des éléments finis du fémur humain. Application à l'étude des prothèses sur mesure ». Thèse de doct. Toulouse 3, 2031.
- [9] JL DAWSON et MGS FERREIRA. « Electrochemical studies of the pitting of austenitic stainless steel ». In : *Corrosion Science* 26.12 (1986), p. 1009-1026.
- [10] J Ryan DONAHUE et James T BURNS. « Effect of chloride concentration on the corrosion-fatigue crack behavior of an age-hardenable martensitic stainless steel ». In : *International Journal of Fatigue* 91 (2016), p. 79-99.
- [11] ACTES DU. « Abbaye des Prémontrés, Pont-à-Mousson Nancy 2-5 mai 2006 ». In : () .
- [12] JEG GONZALEZ et JC MIRZA-ROSCA. « Study of the corrosion behavior of titanium and some of its alloys for biomedical and dental implant applications ». In : *Journal of Electroanalytical Chemistry* 471.2 (1999), p. 109-115.
- [13] Marie HAÏDOPOULOS. « Étude expérimentale d'optimisation de procédés de modifications de surface de l'acier inoxydable 316 pour application aux dispositifs endovasculaires ». In : (2005).
- [14] A HIGGINSON. « Passivation of cathodically modified alloys ». In : *British Corrosion Journal* 24.4 (1989), p. 297-302.

- [15] Robert G KELLY et al. *Electrochemical techniques in corrosion science and engineering*. CRC Press, 2002.
- [16] M KERBOULL. « Traitement des descellements fémoraux aseptiques des prothèses totales de hanche ». In : *Cahiers d'enseignement de la SOFCOT* 55 (1996), p. 1-17.
- [17] N KHARDORI et M YASSIEN. « Biofilms in device-related infections ». In : *Journal of industrial microbiology and biotechnology* 15.3 (1995), p. 141-147.
- [18] Nataša KOVAČEVIĆ et al. « The Effect of pH Value of a Simulated Physiological Solution on the Corrosion Resistance of Orthopaedic Alloys. » In : *Acta chimica Slovenica* 59.1 (2012).
- [19] Paul LACOMBE, Bernard BAROUX et Gérard BÉRANGER. *Les aciers inoxydables*. Ed. de physique, 1991.
- [20] ALEXIS LOPEZ. « Etude des phénomènes physico-chimique d'un contact céramique : métal soumis à des sollicitations mécaniques dans un environnement corrosif ». Thèse de doct. Paris, ENMP, 1992.
- [21] Badr Eddine MAALEM. « Résistance à la corrosion des joints soudés par le procédé TIG, d'un assemblage hétérogène 304L/A9étamé, dans NaCl 32g/l. » Thèse de doct. Université Badji Mokhtar de Annaba, 2015.
- [22] Alain-Charles MASQUELET. *Chirurgie orthopédique : Principes et généralités*. Elsevier Masson, 2004.
- [23] V MAURICE, WP YANG et P MARCUS. « X-Ray photoelectron spectroscopy and scanning tunneling microscopy study of passive films formed on (100) Fe-18Cr-13Ni single-crystal surfaces ». In : *Journal of the Electrochemical Society* 145.3 (1998), p. 909.
- [24] D MUSTER, JL VOUILLOT et JH DUBRUILLE. « Biomatériaux, biomatériels et bio-ingénierie en chirurgie orale et maxillo-faciale ». In : *I et II). Encycl Méd Chir Stomatologie/Odontologie, Elsevier, Paris* (1999), p. 22-014.
- [25] Malcolm D NEWSON. « Geomorphological concepts and tools for sustainable river ecosystem management ». In : *Aquatic conservation : marine and freshwater ecosystems* 12.4 (2002), p. 365-379.
- [26] E OTERO et al. « Corrosion behaviour of AISI 304L and 316L stainless steels prepared by powder metallurgy in the presence of sulphuric and phosphoric acid ». In : *Corrosion Science* 40.8 (1998), p. 1421-1434.
- [27] JA PLANELL et FJ GIL. « Contribution of metals and alloys to the design and development of biomaterials ». In : *Anales de Química* (1990) 93 (1997).
- [28] Dominique G POITOUT et al. « Biomechanics and biomaterials in orthopedics ». In : (2004).
- [29] V Shankar RAO et LK SINGHAL. « Corrosion behavior and passive film chemistry of 216L stainless steel in sulphuric acid ». In : *Journal of materials science* 44.9 (2009), p. 2327-2333.
- [30] Hichem SALAH et al. « Analyse de la distribution des contraintes dans les prothèses totales de hanche type : «CMK3» & «BM3» ». Thèse de doct. 2012.
- [31] Rainer SCHMIDT. *Comportement des matériaux dans les milieux biologiques : applications en médecine et biotechnologie*. T. 7. PPUR presses polytechniques, 1999.
- [32] Christopher F SCIFERT, Thomas D BROWN et Joseph D LIPMAN. « Finite element analysis of a novel design approach to resisting total hip dislocation ». In : *Clinical Biomechanics* 14.10 (1999), p. 697-703.

- [33] Feth-Allah SETTA, Anne NEVILLE et Huey J CHEN. « A surface kinetic scaling model for CaCO<sub>3</sub> on a stainless steel surface (316 L) ». In : *CORROSION 2012*. OnePetro. 2012.
- [34] MG SHETTLEMORE et KJ BUNDY. « Examination of in vivo influences on bioluminescent microbial assessment of corrosion product toxicity ». In : *Biomaterials* 22.16 (2001), p. 2215-2228.
- [35] Thomas SOURISSEAU. « Influence d'éléments d'alliage sur la résistance à la corrosion par piqûres d'aciers inoxydables austénitiques ». Thèse de doct. Grenoble INPG, 2001.
- [36] Liping TANG et John W EATON. « Fibrin (ogen) mediates acute inflammatory responses to biomaterials. » In : *The Journal of experimental medicine* 178.6 (1993), p. 2147-2156.
- [37] Hiroaki TSUCHIYA et al. « Semiconductive behavior of passive films formed on pure Cr and Fe–Cr alloys in sulfuric acid solution ». In : *Electrochimica Acta* 47.27 (2002), p. 4357-4366.
- [38] Jacques VINCENT-GENOD. *Le transport des hydrocarbures liquides et gazeux par canalisation*. T. 1. Éditions Technip, 1980.
- [39] Sanna VIRTANEN et al. « Special modes of corrosion under physiological and simulated physiological conditions ». In : *Acta biomaterialia* 4.3 (2008), p. 468-476.
- [40] Rachel L WILLIAMS, Stanley A BROWN et Katharine MERRITT. « Electrochemical studies on the influence of proteins on the corrosion of implant alloys ». In : *Biomaterials* 9.2 (1988), p. 181-186.
- [41] E WINTERMANTEL et SW HA. *Biocompatible Materials and Design : Implants for Medicine and the Environment. Biokompatible Werkstoffe und Bauweisen : Implantate für Medizin und Umwelt*. 1996.