



**HAL**  
open science

# Etude biomécanique de substituts osseux en titane poreux destinés à la chirurgie maxillo-faciale

Alexandre Barbas

► **To cite this version:**

Alexandre Barbas. Etude biomécanique de substituts osseux en titane poreux destinés à la chirurgie maxillo-faciale. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2011. Français. NNT : 2011METZ030S . tel-01749065

**HAL Id: tel-01749065**

**<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749065>**

Submitted on 29 Mar 2018

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

# THÈSE

Présentée par

**Alexandre Barbas**

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR**

**De l'Université Paul Verlaine de Metz**

(Spécialité : Science de l'ingénieur)

(Option : Biomécanique)

## **Etude biomécanique de substituts osseux en titane poreux destinés à la chirurgie maxillo-faciale**

Soutenue le 15 novembre 2011

Composition du jury :

<b>A. LODINI</b>	Professeur à l'UFR Sciences exactes et naturelles à Reims	Rapporteur
<b>D. MITTON</b>	Directeur de recherche IFSTTAR à Bron	Rapporteur
<b>G. DUBOIS</b>	Directeur recherche & développement d'OBL	Examineur
<b>E. PATOOR</b>	Professeur à l'ENSAM de Metz	Examineur
<b>R. PESCI</b>	Maître de conférences à l'ENSAM de Metz	Examineur
<b>N. ZWETYENGA</b>	Professeur des universités, Université de Franche Comté CHU de Dijon	Examineur
<b>A.-S. BONNET</b>	Maître de conférences à l'ENIM	Co encadrant de thèse
<b>P. LIPINSKI</b>	Professeur à l'ENIM	Directeur de thèse
<b>P. LONGEPIED</b>	Directeur général d'OBL	Invité



## TABLE DES MATIERES

<b>CHAPITRE I : INTRODUCTION A LA RECONSTRUCTION PAR SUBSTITUTS OSSEUX EN TITANE POREUX POUR LA CHIRURGIE MAXILLO-FACIALE</b>	<b>7</b>
<b>A. Intérêt des substituts osseux</b>	<b>9</b>
<b>B. Les implants en titane poreux sur mesure</b>	<b>12</b>
1. Les substituts osseux poreux	12
2. Le titane poreux	12
3. Le concept du « sur mesure »	13
4. OBL et le « sur mesure »	14
<b>C. Le squelette et la sphère maxillo-faciale</b>	<b>15</b>
1. Présentation du squelette humain	15
2. La sphère cranio-maxillo-faciale	15
<b>D. Les conditions d'ostéointégration des substituts osseux</b>	<b>18</b>
1. Point de vue mécanique	18
a. le remodelage osseux	18
b. l'os et ses propriétés mécaniques	19
2. Point de vue chimique	21
<b>E. Contenu de la thèse</b>	<b>22</b>
<b>CHAPITRE II : CHOIX D'UN PROCEDE DE FABRICATION ET CARACTERISATION DES PROPRIETES MECANQUES DU TITANE GRADE 2</b>	<b>23</b>
<b>A. Choix d'un procédé de fabrication</b>	<b>25</b>
1. Titane grade 2	25
2. Procédés de fabrication de pièces en titane poreux	26
a. le frittage de poudres	26
b. la fabrication additive	29
c. les procédés mixtes	33
d. la projection plasma	34
3. Sélection du procédé adéquat	36
<b>B. Caractérisation du titane grade 2 obtenu par SLM</b>	<b>37</b>
1. Métallographie	37
a. étude de la composition chimique du matériau	37
b. étude de l'anisotropie de la texture	38
c. étude des contraintes résiduelles engendrées par le procédé	40
2. Essais de traction	42
a. définition des éprouvettes	42
b. réalisation des essais	43

<b>C.</b>	<b>Conclusion partielle</b>	<b>48</b>
<b>CHAPITRE III : DEFINITION ET CARACTERISATION DU MOTIF ELEMENTAIRE</b>		<b>49</b>
<b>A.</b>	<b>Travaux existants sur les matériaux poreux</b>	<b>51</b>
	1. Propriétés mécaniques, stress shielding et résistance	51
	2. Caractéristiques des porosités	54
	3. Structures existantes	57
	4. Propriétés mécaniques des structures poreuses en titane obtenues par fabrication additive	59
<b>B.</b>	<b>Conception du motif élémentaire</b>	<b>60</b>
	1. Critères de dimensionnement	60
	2. Définition et optimisation du motif	61
<b>C.</b>	<b>Propriétés mécaniques de la structure poreuse</b>	<b>68</b>
	1. Essais de traction	68
	a. définition des éprouvettes de traction	68
	b. réalisation des essais de traction	68
	2. Dimensionnement des implants en titane poreux	73
	a. modélisation des éprouvettes	73
	b. définition d'un critère de rupture	76
<b>D.</b>	<b>Essais de fatigue</b>	<b>79</b>
	1. définition des éprouvettes	79
	2. réalisation des essais	85
<b>E.</b>	<b>Conclusion partielle</b>	<b>88</b>
<b>CHAPITRE IV : ETUDE DE LA BIOACTIVITE DES IMPLANTS EN TITANE POREUX</b>		<b>89</b>
<b>A.</b>	<b>Méthodes d'optimisation et analyse de la bioactivité</b>	<b>91</b>
	1. Introduction sur la bioactivité	91
	2. Le SBF	92
	3. Les phosphates de calcium	93
	4. Biocompatibilité du titane pur	93
	5. Les principaux traitements de surface	94
	a. dépôt d'apatite	94
	b. anodisation	96
	c. traitement au NaOH	97
<b>B.</b>	<b>Développement d'un dispositif expérimental</b>	<b>102</b>
<b>C.</b>	<b>Amélioration du traitement à la soude</b>	<b>104</b>
	1. Plan d'expériences	104
	2. Analyses des échantillons après immersion dans le SBF	105
	a. analyses chimiques	105
	b. observations au microscope électronique à balayage	106

c. dépouillement du plan d'expériences	107
d. étude de l'homogénéité du dépôt	108
<b>D. Influence des paramètres liés au conditionnement des substituts et à leur implantation</b>	<b>112</b>
1. Plan d'expériences	112
2. Analyse des échantillons	113
a. influence du type de décapage	113
b. influence du nettoyage standard	113
c. influence de la stérilisation	115
<b>E. Définition d'un nouveau traitement</b>	<b>117</b>
1. Plan d'expériences	117
2. Analyse des échantillons	118
a. résultats des analyses chimiques	118
b. définition du traitement optimal	118
<b>F. Conclusion partielle</b>	<b>120</b>
<b>CHAPITRE V : APPLICATION A UN CAS REEL : INFLUENCE DE L'ENVIRONNEMENT SUR LA TEMPERATURE DU CRANE</b>	<b>121</b>
<b>A. La tête et sa régulation en température</b>	<b>124</b>
1. Régulation de la température	124
2. Equation de Pennes	125
3. Modèles thermiques de la tête	126
4. Modélisation d'un crâne d'après la géométrie d'un patient obtenue par examen scanner	132
a. récupération des données scanner	132
b. génération du volume	133
c. maillage du crâne	134
d. maillage de l'implant en titane poreux sur mesure	135
<b>B. Simulations du comportement thermique de la tête</b>	<b>137</b>
1. Définition des conditions aux limites et des chargements thermiques	137
2. Etude de l'influence de l'implant sur le comportement thermique du crâne lors d'un changement brutal de température	143
a. définition de l'étude	143
b. détermination des conditions aux limites	143
c. détermination des propriétés de l'implant	146
d. simulations avec le modèle simplifié	147
e. simulations avec le modèle propre au patient	151
<b>C. Conclusion partielle</b>	<b>157</b>
<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</b>	<b>159</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES</b>	<b>165</b>



# **Chapitre I**

## **Introduction à la reconstruction par substituts osseux en titane poreux pour la chirurgie maxillo-faciale**



## A. Intérêt des substituts osseux

Les pathologies et les traumatismes au niveau de la sphère maxillo faciale sont rencontrés fréquemment dans notre société. En effet, les accidents de la circulation ou les tumeurs par exemple peuvent affecter cette partie du corps humain et leur répercussion sur la vie du patient peut être très lourde. Cette région assure de nombreuses fonctions vitales telles que la protection du cerveau par le crâne ou bien encore l'alimentation, la respiration et l'élocution par le maxillaire et la mandibule. En plus de ces différentes fonctions vitales, cette partie du corps humain est particulièrement visible et l'esthétique peut être grandement affecté, ce qui peut aussi influencer sur la vie du patient et son état psychologique. La chirurgie faciale est donc très importante dans le domaine médical et l'élaboration de nouveaux traitements ou la recherche de leur optimisation est indispensable.

La reconstruction au moyen de substituts osseux a débuté il y a des centaines d'années. En effet, les substituts osseux étaient réalisés à partir d'ivoire ou d'os provenant d'animaux. A partir du début du 20<sup>ème</sup> siècle, les premiers substituts en matières inorganiques ont été utilisés, mais les infections et les rejets étaient nombreux<sup>1</sup>.

Les techniques de reconstruction actuelles les plus utilisées sont les greffes (allogreffes et autogreffes), la distraction ostéogénique et les comblements par substituts osseux. Bien que les autogreffes soient considérées comme étant le meilleur moyen de substituer une perte osseuse, celles-ci sont limitées par la quantité d'os disponible au niveau du donneur et sont parfois responsables de complications ainsi que d'une morbidité importante pour le donneur<sup>2,3,4</sup>. Les greffes d'os cortical permettent un chargement immédiat et donc une restauration de la fonction rapide. Les greffes d'os spongieux, quant à elles, n'atteignent leur résistance maximale qu'au bout de 6 à 12 mois, ce qui ne permet pas de faire appel à elles afin de refunctionaliser immédiatement une zone chargée mécaniquement<sup>5</sup>. En ce qui concerne les allogreffes, elles peuvent provoquer la transmission de maladies virales et d'infections bactériennes<sup>3,4</sup>.

Le traitement par distraction ostéogénique est très efficace dans le cas de defects multi tissulaires. Il est parfois utilisé dans le cas de perte osseuse uniquement, mais il présente l'inconvénient d'être particulièrement long par rapport aux autres techniques de reconstruction.

L'utilisation de substituts osseux est en revanche idéale dans le cas de perte de tissu dur uniquement car ceux-ci vont permettre de refunctionaliser immédiatement la partie de l'anatomie lésée sans risque de transmission de maladie. Il existe de nombreux types de substituts osseux et les équipes de recherches ne cessent de travailler sur l'optimisation de ceux-ci.

Les substituts osseux peuvent être classés en trois catégories différentes en fonction du matériau utilisé pour leur fabrication. On y trouve les céramiques, les polymères et les matériaux métalliques.

Les implants céramiques sont pour la plupart constitués d'hydroxyapatite (HaP), de phosphate tricalcique (TCP) ou d'un mélange de ces deux matériaux<sup>6</sup>. Ils sont utilisés dans les domaines dentaire et orthopédique depuis les années 1980<sup>2</sup>. Ce type de substitut présente la particularité d'être biorésorbable. En effet, l'os va pouvoir, petit à petit, remplacer le substitut. Le temps de résorption est estimé à un an pour le phosphate tricalcique et entre 2 à 5 ans pour l'hydroxyapatite<sup>3</sup>. Ces substituts proposent une excellente biocompatibilité et sont bioactifs, ce qui signifie qu'ils sont capables de créer des liens chimiques avec l'os<sup>7</sup>. Les substituts osseux en céramique sont souvent très fragiles, ce qui rend inappropriée leur utilisation pour la substitution d'un os chargé mécaniquement. La reconstruction de parties anatomiques telles que le crâne avec ce type de matériau peut aussi être dangereuse en cas de choc. De plus, la manipulation par les chirurgiens peut s'avérer délicate<sup>4</sup>.

Les implants réalisés en matériaux polymères, de par leurs propriétés mécaniques, sont beaucoup moins fragiles que les substituts en céramique. Cependant, leur résistance mécanique est, pour certains polymères, insuffisante pour leur permettre d'être chargés mécaniquement. D'autres peuvent être dégradés par les fluides biologiques et être toxiques pour l'organisme<sup>8</sup>. Des substituts en polymère sont donc essentiellement fabriqués afin de reconstruire des manques osseux non chargés mécaniquement comme on peut le voir sur la figure I-1.

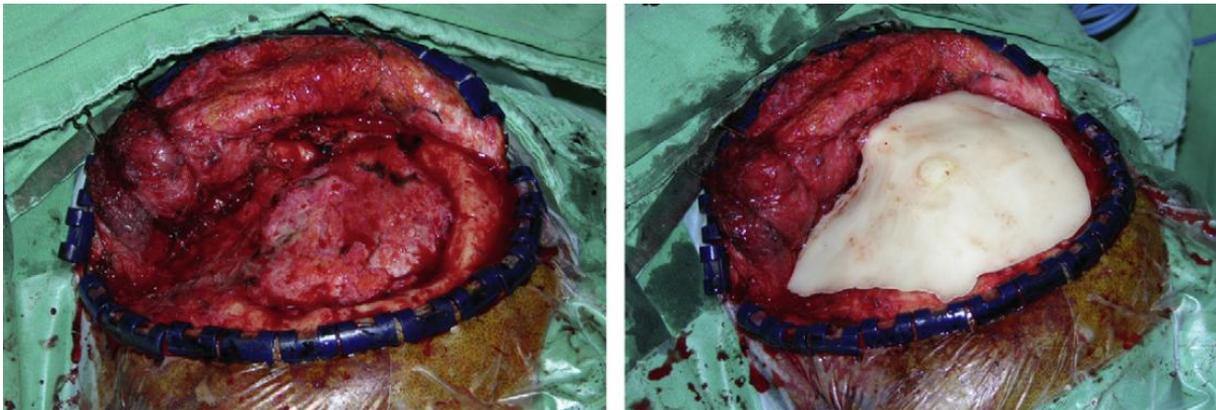


Figure I-1 : Photographies d'un crâne lésé (à gauche) et réparé grâce à un implant sur mesure en méthacrylate de méthyle (à droite)<sup>9</sup>

Les implants métalliques en acier inoxydable ou en titane sont biocompatibles et ont pour particularité d'afficher une résistance très élevée. Les inconvénients principaux de ces matériaux sont leur grande rigidité et le fait qu'ils ne soient pas biodégradables<sup>7</sup>. Des matériaux de ce type ont été utilisés pour des reconstructions du crâne comme on peut le voir sur la figure I-2, mais ils sont surtout utilisés pour les implants dentaires, les éléments de fixation et les prothèses de tout type.

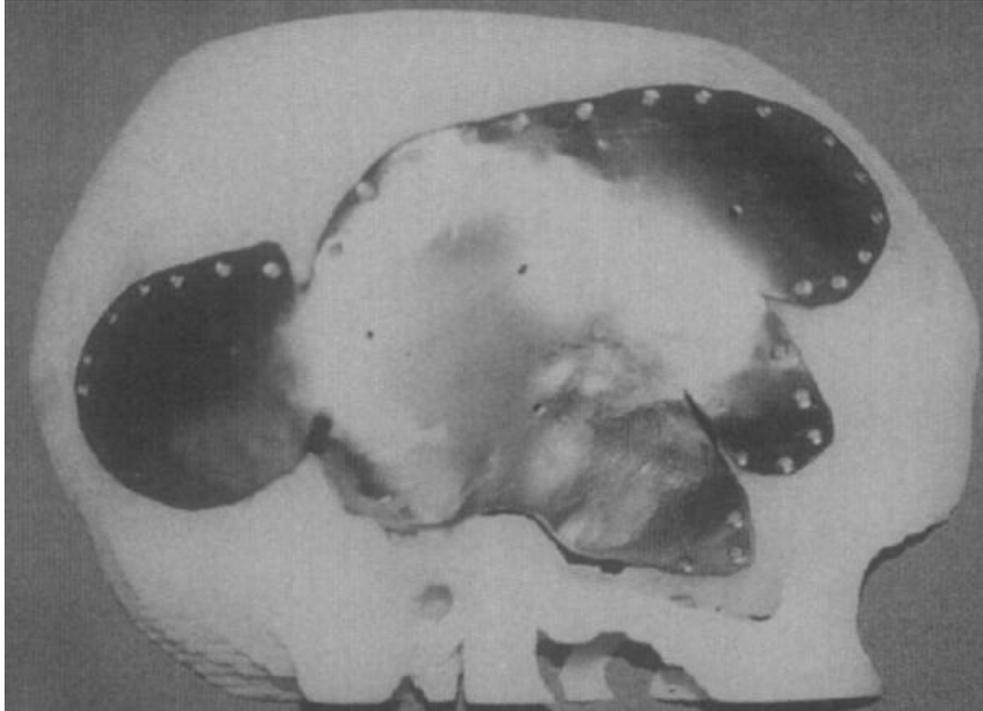


Figure I-2 : Substitut osseux en titane mis en place sur un modèle en nylon<sup>10</sup>

En résumé, la manipulation de substituts osseux en céramique est particulièrement délicate et leur utilisation en une zone chargée mécaniquement est impossible. Les polymères sont moins fragiles mais ne peuvent subir de chargements mécaniques importants. Les alliages métalliques, quant à eux, proposent une résistance mécanique élevée et peuvent supporter les chargements mécaniques appliqués à l'os.

La tendance de ces dernières années est de générer des structures poreuses à l'intérieur desquelles l'os va pouvoir croître<sup>11</sup>. Ceci engendre une ostéointégration importante qui permet une bien meilleure tenue de l'implant. La réalisation d'une structure poreuse en polymère affaiblirait de façon trop importante ce type de matériau et rendrait son utilisation inadaptée en cas de chargements mécaniques. Le même constat peut être fait à propos des matériaux céramiques à cause de leur fragilité. La solution est donc d'utiliser un matériau métallique dont les propriétés sont très élevées. Créer des porosités dans ce type de matériau permet à la fois à l'os de croître à l'intérieur de la structure et d'adapter ses propriétés mécaniques à celles de l'os afin d'éviter le phénomène appelé stress-shielding dû à la modification de la répartition des contraintes dans l'os et conduisant à une résorption osseuse et à la perte de l'implant<sup>12</sup>.

## B. Les implants en titane poreux sur mesure

### 1. Les substituts osseux poreux

Les premières découvertes quant à l'intérêt de l'implantation de structures poreuses dans l'os ont été effectuées au début du 20<sup>ème</sup> siècle. Il s'agissait de la mise en place d'un treillis métallique autour d'une racine de dent artificielle. Ensuite, à partir des années 1950, d'autres investigations ont eu lieu sur des matériaux polymères. Les matériaux métalliques poreux ont ensuite servi à recouvrir des prothèses afin d'améliorer leur ostéointégration. La figure I-3 illustre le phénomène de croissance osseuse dans la couche poreuse. Puis au cours des années 1980 sont apparus les premiers implants en titane intégralement poreux. A cette époque, les procédés de fabrication ne permettaient pas de fabriquer des substituts osseux poreux avec des propriétés géométriques propices à la croissance osseuse, tout en garantissant des propriétés mécaniques suffisantes<sup>13</sup>. Comme nous allons le voir dans la suite de cette thèse, l'évolution des procédés de fabrication permet aujourd'hui de réaliser ce genre de substituts.

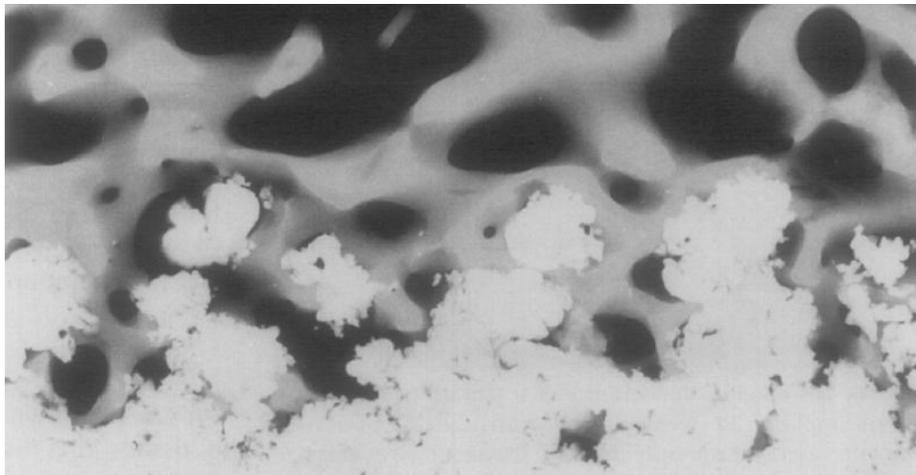


Figure I-3 : Microradiographie de contact afin de visualiser la formation osseuse sur un implant recouvert d'une couche de titane poreux, 4 semaines après la chirurgie<sup>14</sup>

### 2. Le titane poreux

Le titane est un matériau de choix parmi les métaux utilisés en milieu vivant grâce à son excellente biocompatibilité. Bien que les implants pleins en titane soient largement utilisés dans le domaine de la médecine, les recherches se tournent depuis plusieurs années sur le développement de nouveaux implants en titane possédant une structure poreuse. Ce nouveau type de substitut osseux, dont on peut voir un exemple sur la figure I-4, n'est pour le moment pas utilisé pour la reconstruction de zones anatomiques chargées mécaniquement.

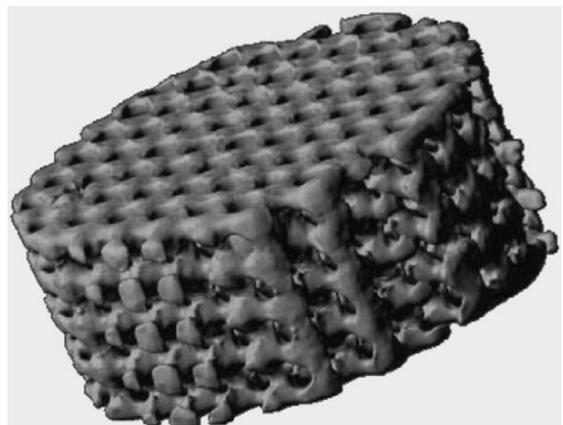


Figure I-4 : Reconstruction 3D d'un implant en titane poreux<sup>15</sup>

### 3. Le concept du « sur mesure »

En orthopédie, pour la restauration d'articulations par exemple, les prothèses sont universelles. En effet, il existe quelques tailles de prothèses, mais celles-ci peuvent être adaptées à un grand nombre d'individus.

La reconstruction des défauts osseux nécessite la fabrication d'implants spécifiques dits « sur mesure », c'est-à-dire parfaitement adaptés à la morphologie des patients, particulièrement en chirurgie maxillo-faciale. En effet, l'aspect esthétique étant très important dans ce cas, il est nécessaire de proposer des implants respectant à la fois des critères de fonctionnalité mais aussi des critères esthétiques.

On peut voir sur la figure I-5 les photographies avant et après reconstruction d'une patiente présentant un manque osseux au niveau du crâne. Ce manque a pu être comblé grâce à un implant sur mesure.

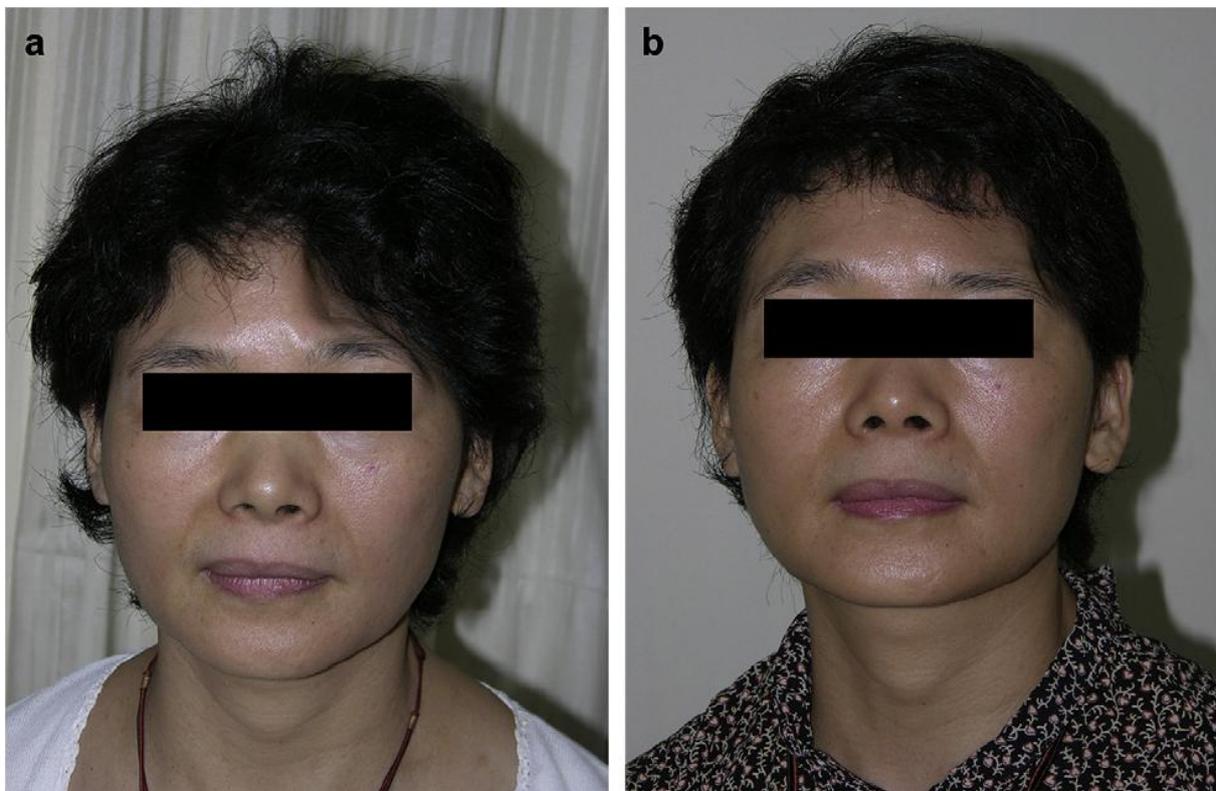


Figure I-5 : Images d'une personne ayant un manque osseux dans la région temporo-frontale gauche. Avant (image de gauche) et après implantation (image de droite)<sup>9</sup>

#### 4. OBL et le « sur mesure »

La société OBL est localisée à Châtillon (France). Cette société créée en 1996 avait pour activité principale la commercialisation de matériel d'ostéosynthèse pour la chirurgie de la face. OBL est aujourd'hui leader dans la conception et la commercialisation d'implants et de dispositifs sur mesure pour la chirurgie maxillo-faciale, et certifiée ISO 9001 et ISO 13485.

Les implants tels que les plaques à réglage sur site étaient jusqu'alors conçus afin de pouvoir être déformés pendant l'acte chirurgical pour être adaptés aux patients. Grâce aux avancées technologiques en matière de conception et de fabrication, il est désormais possible de fabriquer ce type d'implant sur mesure directement. Ceci permet d'améliorer la qualité du traitement tout en réduisant la durée de la chirurgie.

OBL conçoit et commercialise également des dispositifs de distraction ostéogénique pour la face adaptés à la morphologie de chaque patient. La figure I-6 illustre un exemple de reconstruction grâce à un distracteur ostéogénique externe sur mesure (DEOS) conçu par la société OBL. Le rail de guidage des chariots mobiles est fabriqué sur mesure d'après la morphologie du patient à traiter. Cette démarche permet d'obtenir des résultats très proches de l'anatomie présente avant le traumatisme comme le montre la figure I-6.



Figure I-6 : A gauche : patient après tentative d'autolyse par fusil de chasse, au centre : reconstruction à l'aide d'un DEOS, à droite : après distraction et réhabilitation occlusale<sup>16</sup>

La société OBL souhaite renforcer son activité dans le domaine du sur mesure afin de s'imposer comme leader sur le marché international. L'activité de recherche sur les substituts osseux en titane poreux couplée au savoir faire de l'entreprise doit permettre de proposer une solution innovante de traitements aux patients.

Nous venons de justifier notre choix de développer des substituts osseux en titane poreux pour la chirurgie maxillo-faciale. Ce type d'implant étant destiné à remplacer l'os, nous allons dans la suite de ce chapitre présenter les particularités de l'os humain et particulièrement de la zone maxillo-faciale.

## **C. Le squelette et la sphère maxillo-faciale**

### **1. Présentation du squelette humain**

Le squelette humain comporte environ 206 os qui constituent une charpente rigide servant de soutien et participant au mouvement. Le squelette intervient aussi dans la formation des cellules sanguines, le métabolisme du calcium et le stockage des minéraux. Le squelette est en effet une énorme réserve de calcium et de phosphore. Il joue aussi le rôle de protection des organes internes.

Les différents os du squelette sont assemblés au niveau des articulations par des ligaments, et leur mouvement est assuré par les muscles qui agissent sur le squelette à travers les tendons. Cet ensemble est appelé appareil locomoteur.

On peut distinguer différents types d'os dans le squelette humain. On trouve les os longs, pour lesquels une dimension est bien plus importante que les deux autres avec comme exemples le fémur et le tibia. Les os courts ont leurs trois dimensions dans le même ordre de grandeur. Les os de la main tels que le carpe et le tarse en sont un bon exemple. Les os plats ont une dimension bien plus faible que les deux autres. Parmi ceux-ci on trouve les os du crâne tels que l'os pariétal. Enfin il existe une dernière catégorie où sont classés les os qui ne correspondent pas exactement aux définitions ci-dessus. On y trouve des os tels que la mandibule, les vertèbres, les sinus...

Le crâne joue également un rôle de protection. Bien qu'il ne subisse aucun chargement mécanique, la paroi du crâne est assez épaisse pour protéger le cerveau des agressions extérieures telles que les chocs.

### **2. La sphère crano-maxillo-faciale**

La tête est constituée de deux parties qui sont le neurocrâne et le viscérocrâne (ou massif facial).

Le crâne est l'os le plus solide du corps humain et joue, entre autres, le rôle de protection pour le cerveau qui en est l'organe central. Il est constitué de la voûte crânienne, que nous allons présenter ci-dessous, et du plancher crânien.

La voûte est constituée de plusieurs os soudés entre eux qui sont recensés dans le tableau I-1. Ces os sont constitués de quatre couches appelées le périocrâne, la lame externe, le diploé et la lame interne. Ces os et les sutures qui les lient peuvent être aperçus sur les figures I-7, I-8 et I-9. A la naissance, les os de la voûte crânienne sont séparés par des fontanelles permettant la croissance de la boîte crânienne. Les soudures s'opèrent au cours de la croissance afin de figer la géométrie du crâne et de le rendre résistant.

Dénomination	Quantité
Os frontal	1
Os pariétaux	2
Os temporaux	2
Os occipital	1
Os sphénoïde	1

Tableau I-1 : Liste des os composant la voûte crânienne<sup>17</sup>

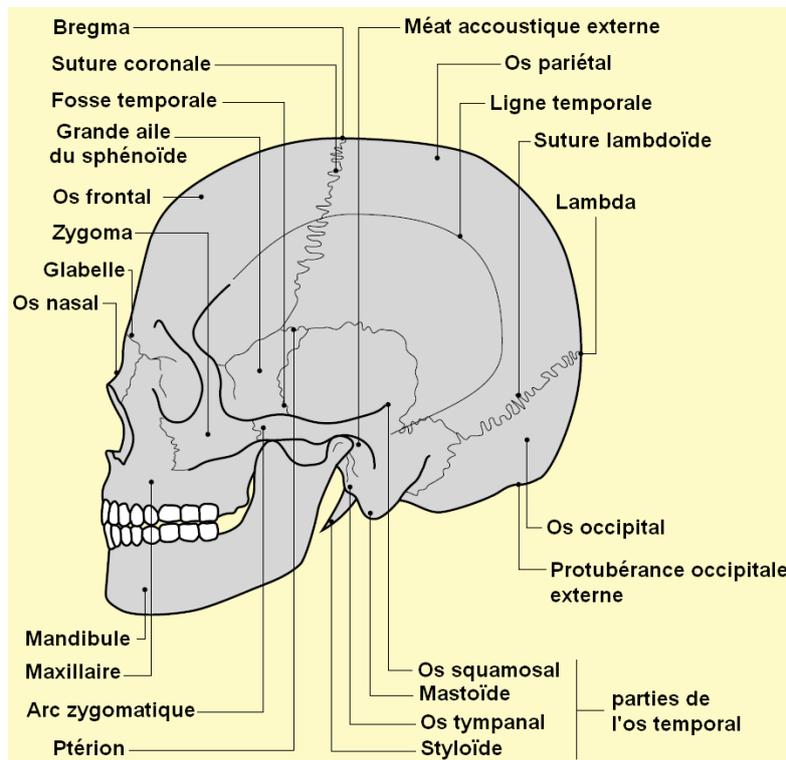


Figure I-7 : Vue latérale du crâne<sup>18</sup>

Le massif facial, quant à lui, est composé de 13 os, soudés entre eux grâce à des sutures, et de la mandibule qui est mobile. Ils sont visibles sur les figures I-7, I-9 et I-10. Sept sutures sont présentes. Ainsi on trouve la suture fronto-nasale, les deux sutures fronto-zygomatiques, les deux sutures fronto-maxillaires et les deux sutures maxillo-zygomatiques. Les os maxillaires et la mandibule supportent respectivement les dentitions supérieure et inférieure. La mandibule est le seul os mobile de la face et s'articule de chaque côté sur le crâne par les articulations temporo-mandibulaires. Celles-ci sont composées des condyles de la mandibule s'articulant dans les fosses temporales. Le massif facial contient des cavités aériennes appelées sinus. Ceux-ci comprennent les sinus frontaux, les sinus maxillaires, les sinus sphénoïdaux et les sinus ethmoïdaux.

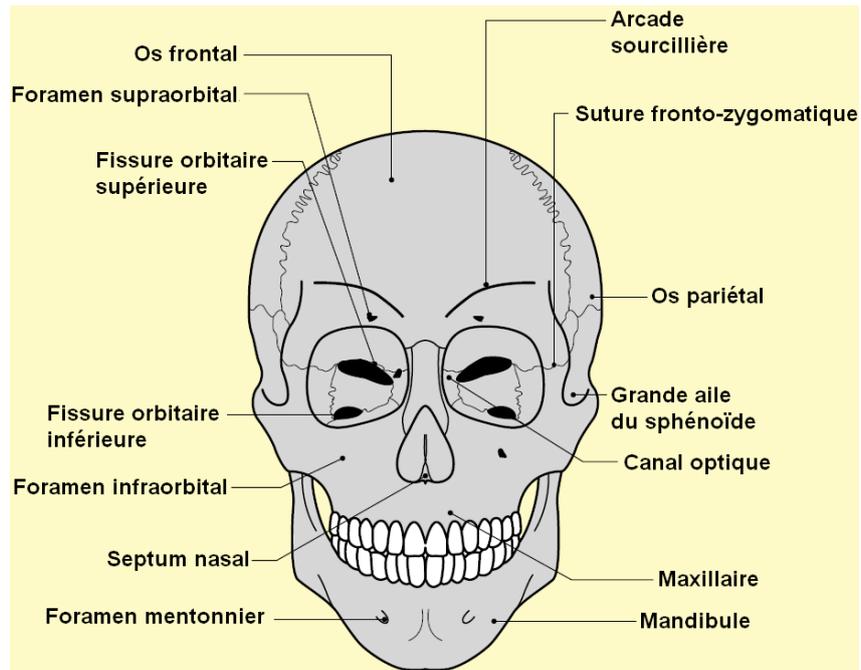


Figure I-8 : Vue de face de la tête<sup>18</sup>

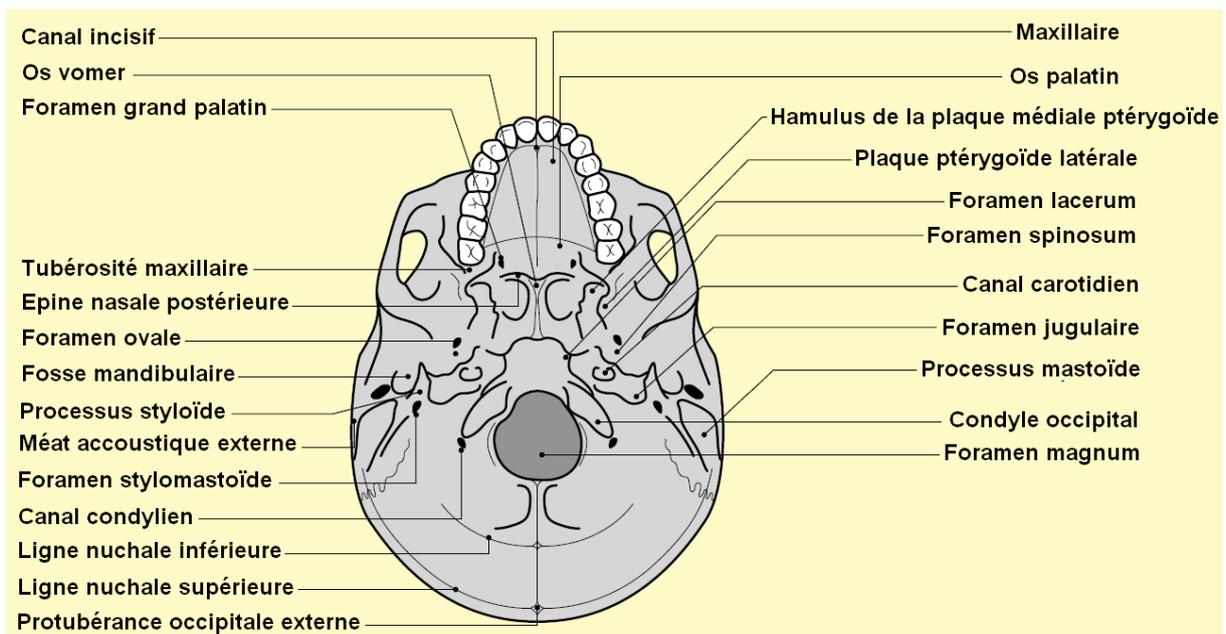


Figure I-9 : Vue inférieure du crâne<sup>18</sup>

Nous avons présenté l'intérêt qu'apportent les substituts osseux par rapport à d'autres méthodes de reconstruction. Une introduction sur les implants en titane poreux, le concept du « sur mesure » et l'anatomie de la tête ont été effectuées. Nous allons nous intéresser dans la suite de ce chapitre à l'ostéointégration de ce type de substituts à travers deux phénomènes. Tout d'abord nous allons présenter le principe du remodelage osseux qui dépend de l'environnement mécanique dans lequel se trouve l'os. Il est utile de comprendre ces phénomènes et de connaître les propriétés mécaniques de l'os humain afin de pouvoir réaliser des substituts osseux assurant un rétablissement des chargements mécaniques appliqués à l'os. Ensuite nous nous pencherons sur les phénomènes chimiques qui apparaissent entre la surface d'un implant et l'os lors de la pose d'un substitut.

## **D. Les conditions d'ostéointégration des substituts osseux**

### **1. Point de vue mécanique**

#### **a. le remodelage osseux**

Un effet de l'environnement mécanique sur la structure de l'os a été observé par Wolff à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle<sup>19</sup>. Cet effet influence le phénomène de remodelage osseux. Le remodelage permet à l'os de s'adapter à son environnement en optimisant sa structure. Il en résulte donc des propriétés mécaniques adaptées pour une masse la plus faible possible. En dessous d'un certain seuil de stimulus s'opère une résorption osseuse plus importante que l'apposition. Une zone morte ou d'équilibre existe dans laquelle la densité osseuse ne varie pas. Puis, pour des stimuli importants la phase d'apposition prédomine, il y a donc augmentation de la densité de l'os.

Les processus de remodelage osseux sont effectués grâce aux quatre types de cellules suivants : les ostéoclastes qui résorbent l'os, les ostéoblastes qui forment l'os, les ostéocytes qui sont des ostéoblastes piégées dans l'os qu'elles ont construit, et les cellules bordantes qui sont des ostéoblastes inactifs en surface du tissu osseux<sup>20, 21</sup>. Cette transformation est effectuée par des groupes de cellules appelés Basic Multicellular Units (BMU), composés d'une dizaine d'ostéoclastes et de plusieurs centaines d'ostéoblastes qui travaillent ensemble afin de résorber l'os existant et de générer un nouveau tissu<sup>22</sup>. La figure I-10 schématise le processus de remodelage osseux. La séquence Apposition Résorption Formation y est présentée. En effet, le remodelage osseux est décomposé en plusieurs phases. Le processus est activé lorsqu'un signal chimique ou mécanique engendre la formation d'ostéoclastes. Celles-ci débutent alors la phase de résorption osseuse. Un tunnel est alors créé et les ostéoblastes, qui sont des cellules mésenchymateuses différenciées, peuvent alors apposer de l'os afin de remplacer le tissu résorbé. La période de résorption dure approximativement trois semaines alors que le temps nécessaire à l'apposition est de trois mois. Un cycle de remodelage osseux a donc une durée approximative de quatre mois.

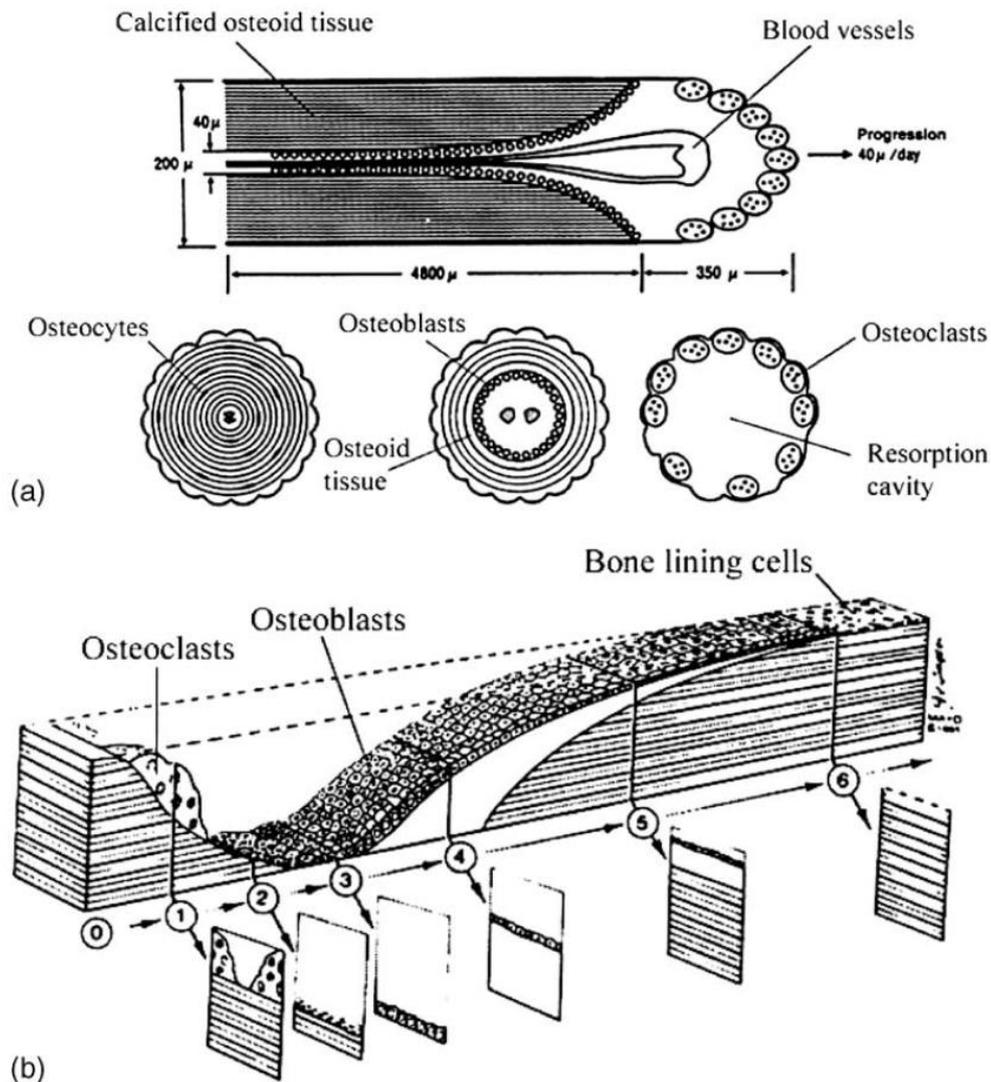


Figure I-10 : Schématisation du remodelage osseux par la séquence Apposition, Resorption, Formation (ARF)<sup>20</sup>

Cette introduction sur le remodelage osseux met en évidence l'intérêt de substituts osseux permettant à l'os d'évoluer dans un environnement mécanique proche de celui présent avant la perte osseuse. En effet si les stimuli appliqués à l'os changent, il peut y avoir résorption dans le cas de déchargement de l'os, ou fracture si les chargements sont beaucoup trop importants.

### b. l'os et ses propriétés mécaniques

Nous venons de constater que les cycles de remodelage osseux dépendent fortement de l'environnement mécanique dans lequel l'os évolue. Ses propriétés mécaniques sont donc différentes selon sa fonction et son emplacement. Le tableau I-2 donne les propriétés élastiques d'os compact provenant de la mandibule et des os longs. On constate une légère différence des propriétés entre ces deux types d'os totalement différents, ce qui montre que celles-ci dépendent du mode de sollicitation. Nous pouvons remarquer sur ce tableau que l'os long dispose d'une isotropie transverse. En effet ses propriétés mécaniques sont équivalentes dans les directions transversales et bien plus élevées dans la direction longitudinale. De plus, selon le tableau I-3, l'os n'a pas le même

comportement en traction et en compression. On peut observer que sa résistance en compression est 47% plus élevée dans la direction longitudinale et 160% plus importante dans la direction transversale par rapport à la traction.

Constantes élastiques	Unités	Mandibule	Os longs
$E_x$	(MPa)	22900	20000
$E_y$		14200	13400
$E_z$		10500	12000
$\nu_{xy}$	-	0,19	0,35
$\nu_{yz}$		0,31	0,42
$\nu_{xz}$		0,29	0,37
$G_{xy}$	(MPa)	6000	6200
$G_{yz}$		3700	4500
$G_{xz}$		4800	5600

Tableau I-2 : Propriétés élastiques de l'os cortical de la mandibule<sup>23</sup> et des os longs<sup>24</sup>, x étant la direction longitudinale de l'os.

	Os cortical			
	Traction		Compression	
	Long.	Trans.	Long.	Trans.
E (MPa)	17400	9600	17400	9600
Rp <sub>0.2</sub> (MPa)	115	-	182	121
Rm (MPa)	133	51	195	133
A%	2,93	3,24	2,20	4,62

Tableau I-3 : Propriétés mécaniques usuelles de l'os cortical en traction et en compression<sup>25</sup>

Lors de la mise en place d'un implant, l'environnement dans lequel se trouve le tissu vivant change. L'évolution de l'os va donc se faire en fonction de nouveaux paramètres. En effet, un substitut osseux va modifier la transmission des efforts dans la zone autour de l'implant. La façon de concevoir l'implant est donc primordiale car les signaux mécaniques modifiés vont affecter la différenciation des cellules osseuses<sup>26</sup>. D'un point de vue mécanique il est donc indispensable de proposer des implants dont les propriétés sont adaptées. Tout d'abord les propriétés élastiques doivent être proches de celles de l'os afin d'éviter tout phénomène de résorption osseuse que l'on trouve fréquemment autour des implants trop rigides<sup>12</sup>. Enfin, la résistance des implants doit être suffisante pour pouvoir supporter les chargements auxquels est soumis le squelette humain.

## 2. Point de vue chimique

Nous venons de nous intéresser à la nécessité de proposer des substituts osseux dont les propriétés mécaniques sont proches de celles de l'os humain. Un autre point important est l'aspect chimique de l'interface os-implant. En effet, pour que l'implant soit totalement intégré au corps humain et que sa durée de vie soit la plus longue possible, il est indispensable que celui-ci soit capable de créer des liens avec les tissus vivants environnants. Pour cela, le matériau utilisé pour la fabrication des substituts doit être choisi avec précaution. Dans cette étude nous allons travailler sur le titane grade 2 largement utilisé dans le domaine biomédical. Nous verrons dans la suite de cette thèse que les tissus vivants peuvent aisément créer des liens chimiques avec ce matériau. La figure I-11 schématise les phénomènes présents à l'interface os-biomatériau. Nous pouvons voir que des phénomènes d'adsorption et de désorption de protéines ont lieu, ce qui génère une modification de la surface du matériau prothétique. Les cellules inflammatoires et du tissu conjonctifs approchent l'implant. S'en suit une adsorption de protéines qui composent la matrice extra cellulaire puis une adhésion de cellules ostéogéniques. De l'os est apposé sur le biomatériau et sur l'os existant pour générer le remodelage osseux.

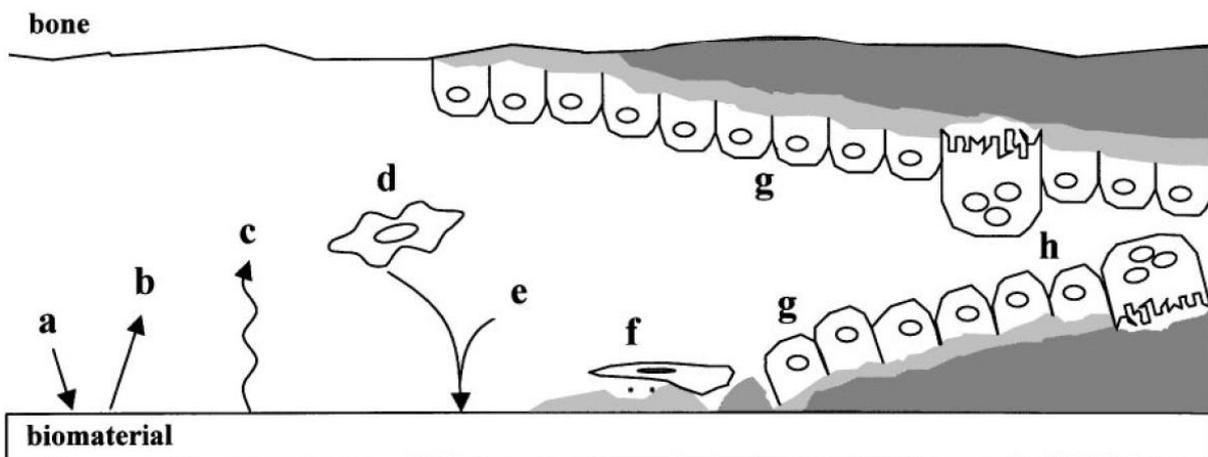


Figure I-11 : Phénomènes présents à l'interface os-implant<sup>27</sup>. (a) : adsorption de protéines provenant du sang et des fluides biologiques ; (b) : désorption de protéines ; (c) modification de la surface et largage de biomatériau ; (d) : approche des cellules inflammatoires et des cellules du tissu conjonctif ; (e) : largage de protéines de la matrice osseuse possible et adsorption de protéines de la matrice extra cellulaire ; (f) : adhésion des cellules ostéogéniques ; (g) : apposition d'os sur le biomatériau et l'os ; (h) : remodelage osseux

## E. Contenu de la thèse

Ce chapitre nous a donné un aperçu des différentes techniques de reconstruction applicables à l'os. L'utilisation d'un substitut osseux est l'une de ces techniques. Nous avons remarqué que différents matériaux peuvent être utilisés pour élaborer ce type de matériel. Cependant nous avons choisi de nous tourner vers le titane grade 2. En effet, de nombreux implants sont fabriqués avec ce matériau et sa biocompatibilité n'est plus à démontrer. De plus ses propriétés mécaniques sont élevées ce qui laisse une grande liberté dans la conception de substituts osseux poreux.

Les implants étant principalement dédiés, dans notre travail, à la sphère cranio-maxillo-faciale, un rappel sur l'anatomie de cette zone a été réalisé et nous a montré la complexité de la géométrie des os dans cette partie du corps. Etant donné que la présence d'un defect osseux au niveau de la face a un effet extrêmement négatif sur la qualité de vie des patients, il s'avère judicieux de reconstruire la zone lésée à l'aide d'un substitut osseux sur mesure, car cette technique permet au patient de retrouver rapidement une vie normale. Le chapitre 2 de cette thèse est dédié à la sélection d'un procédé de fabrication permettant la réalisation de tels implants. Le matériau obtenu par ce procédé sera ensuite entièrement caractérisé mécaniquement. Connaître les propriétés mécaniques du matériau plein nous permettra de concevoir une structure poreuse dont nous maîtrisons les propriétés mécaniques.

Nous avons dans la suite du présent chapitre évoqué la nécessité de créer des substituts dont les propriétés mécaniques sont voisines de celles de l'os afin d'assurer la pérennité de la reconstruction. La détermination et la conception d'un type de substitut osseux répondant à ce critère est décrite dans le chapitre 3. Ainsi nous allons développer une structure en titane poreux dont les propriétés élastiques sont proches de celles de l'os tout en respectant un caractère isotrope transverse. Sa résistance mécanique devra être au moins égale à celle de l'os.

Nous nous sommes enfin, dans ce chapitre, penchés sur les phénomènes biologiques ayant lieu lors de la mise en place d'un substitut osseux. Ces informations donnent des indications sur le processus de formation d'os autour d'un implant. Afin d'assurer la rapidité de la reconstruction, nous désirons accélérer le processus de colonisation osseuse. Pour cela, le quatrième chapitre de cette thèse propose un état de l'art des traitements existants afin d'améliorer la biocompatibilité du titane. Nous proposerons ensuite l'élaboration de nouveaux traitements basés sur la modification de la surface du titane au niveau chimique. Des expériences *in vitro* serviront à élaborer puis à valider ces traitements grâce à un dispositif que nous avons conçu.

Enfin, au sein du cinquième et dernier chapitre, un cas de reconstruction du crâne avec un implant en titane poreux développé grâce aux travaux de cette thèse sera présenté. Dans ce chapitre, nous nous intéresserons au confort du patient notamment lors de l'exposition de la zone implantée à des variations de températures. Pour cela, une étude du comportement thermique du crâne et de son rôle sera effectuée. Nous développerons par la suite un modèle original spécifique à un patient possédant un implant en titane poreux afin de comprendre ces phénomènes. Une analyse comparative sera effectuée avec des substituts en titane plein et en polymère tels que ceux présentés au début du premier chapitre.

Nous clôturerons cette thèse par une conclusion présentant les avancées réalisées dans le domaine de l'implantologie sur mesure ainsi que les perspectives suites aux travaux réalisés.

# **Chapitre II**

## **Choix d'un procédé de fabrication et caractérisation des propriétés mécaniques du titane grade 2**



## A. Choix d'un procédé de fabrication

Le premier chapitre a été consacré à définir les bases de la reconstruction. Nous connaissons désormais les phénomènes biologiques et mécaniques présents lors de l'implantation de substituts osseux.

Ce chapitre expose différentes technologies susceptibles de permettre la fabrication d'implants en titane poreux. Dans une première partie, les informations trouvées dans la littérature nous permettent de lister les procédés de fabrication les plus intéressants. Un tri sera effectué parmi ceux-ci afin de sélectionner le procédé de fabrication correspondant à nos attentes. En effet la réalisation d'implants poreux sur mesure nécessite une grande précision et une grande liberté de conception. De plus, pour réaliser des implants dont les propriétés mécaniques sont très proches de celles de l'os humain, le procédé de fabrication que nous choisirons doit permettre la réalisation d'implants de géométrie spécifique et complexe munis d'une architecture interne totalement contrôlée.

### 1. Titane grade 2

Le titane grade 2 est très utilisé dans le domaine biomédical en particulier pour son excellente biocompatibilité. C'est un titane commercialement pur possédant un taux de titane proche de 100% et est donc parfait pour une implémentation dans le corps humain. La teneur en impuretés de ce titane est très faible comme on peut le voir sur le tableau II-1.

Élément	C	Fe	H	N	O	Ti
% massique	Max 0,080	Max 0,300	Max 0,015	Max 0,030	Max 0,250	Balance

Tableau II-1 : Composition chimique du titane grade 2 donnée par la norme ASTM F 67<sup>28</sup>

Bien que ce soit un titane non allié, cette nuance possède des propriétés mécaniques assez intéressantes, indiquées dans le tableau II-2.

Propriété	ISO 5832-2 <sup>29</sup>
Rp0.2(MPa)	230
Rm(MPa)	345
A%	20

Tableau II-2 : Propriétés mécaniques du titane grade 2 données par la norme ISO 5832-2<sup>29</sup>

## 2. Procédés de fabrication de pièces en titane poreux

Il existe de nombreux procédés de fabrication permettant la réalisation de pièces en titane poreux. Le choix du procédé que nous allons utiliser pour réaliser notre structure poreuse doit se faire en comparant tous les procédés existants afin de trouver celui qui convient le mieux à notre application. Pour cela un état de l'art des procédés existants avec leurs avantages et leurs inconvénients est fait. Ensuite nous nous intéressons aux propriétés mécaniques que permettent d'obtenir ces différents procédés. Malgré le fait que seul le titane commercialement pur grade 2 est étudié dans ce travail, les informations tirées de la littérature feront souvent référence à l'alliage de TA6V car les techniques de fabrication présentées concernent principalement ce matériau.

Les procédés de fabrication permettant l'élaboration de pièces en titane poreux sont nombreux. Cependant il est possible de les classer en différentes familles telles que le frittage de poudre et la fabrication additive qui sont présentées ci dessous.

### a. le frittage de poudres

La technique de frittage de poudres est très simple à mettre en œuvre. Un moule ayant la forme extérieure de la pièce à réaliser doit être rempli de poudre de titane. La température est élevée suffisamment pour qu'il y ait frittage de la poudre. Plusieurs méthodes sont utilisées pour réaliser des pièces poreuses.

Le procédé le plus simple consiste à exploiter les espaces se trouvant entre chaque grain de poudre. Comme le montre la figure II-1, la pièce comportera des porosités si le frittage n'est pas trop important. Il est possible de faire varier le taux de porosité et la taille des pores en jouant sur la taille des particules de poudre ainsi que le temps et la température de frittage.

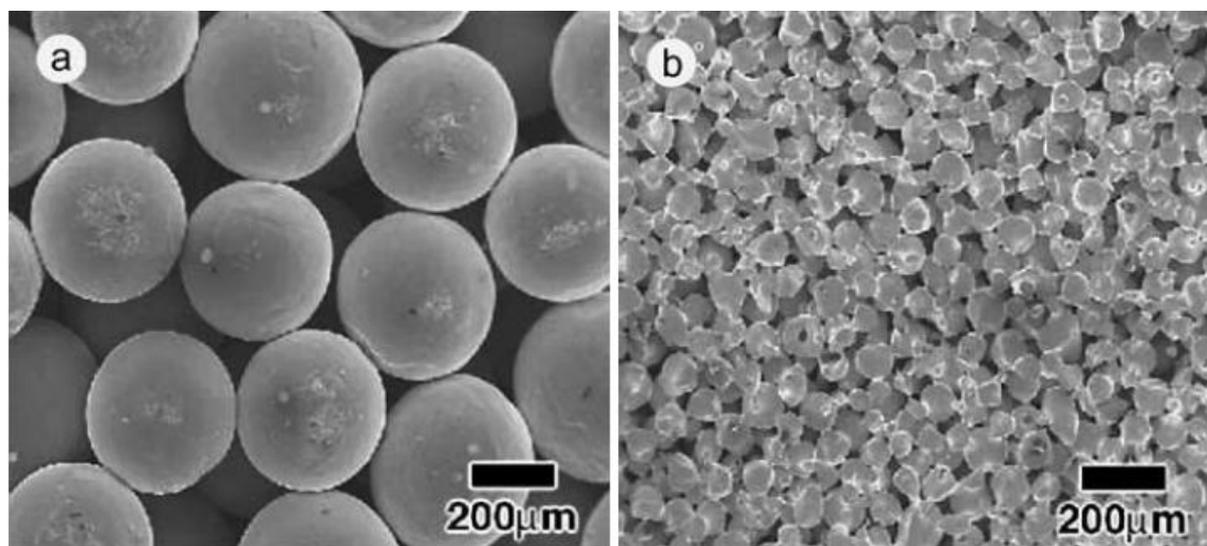


Figure II-1 : Porosités dues au frittage de poudre (à gauche frittage de poudres de 374µm à 1300°C, à droite frittage de poudre de 63µm à 1100°C)<sup>30</sup>

Une autre technique consiste à mélanger à la poudre de titane des particules de polymère par exemple qui vont permettre d'occuper un certain espace pendant le frittage de la poudre de titane. Le frittage détruit alors ces particules qui vont laisser place à des pores comme on peut le voir sur la figure II-2. Le taux de porosité et la taille des pores dépendent directement de la quantité et de la taille des particules ajoutées à la poudre de titane.

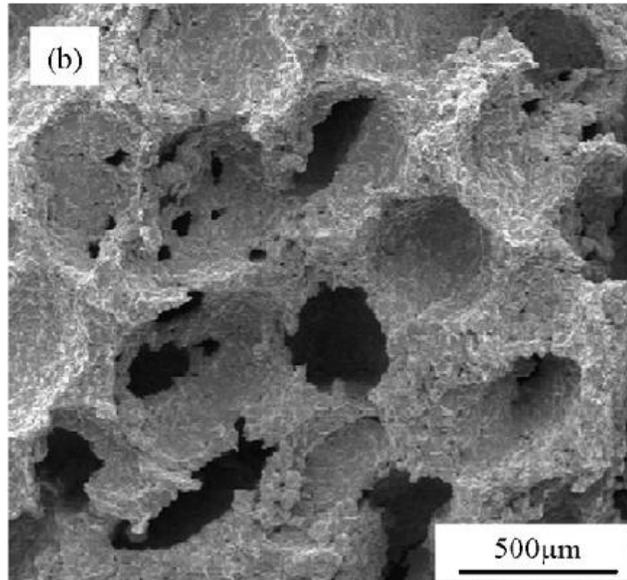


Figure II-2 : Pièce poreuse obtenue après destruction des particules permettant la formation de pores<sup>31</sup>

La dernière technique faisant appel uniquement au frittage de poudre est la technique de l'éponge polymère. Cette méthode consiste à imbiber une éponge d'une pâte contenant de la poudre de titane. Le frittage de la poudre engendre la destruction de l'éponge et l'obtention du négatif de celle-ci.

Les techniques de frittage de poudre ont toutes pour point commun de faire chuter rapidement les propriétés mécaniques du titane fritté. La figure II-3, représentant l'évolution de la limite élastique conventionnelle en compression et de la résistance en flexion en fonction de la porosité d'un titane fritté, illustre cette remarque. Il apparaît en effet sur cette figure que la limite élastique et la résistance à la flexion sont quasiment nulles pour un taux de porosité de 40%. Par conséquent, la fabrication de pièces comportant des taux de porosité importants (i.e. supérieurs à 50%) ne peut être réalisée avec ces technologies.

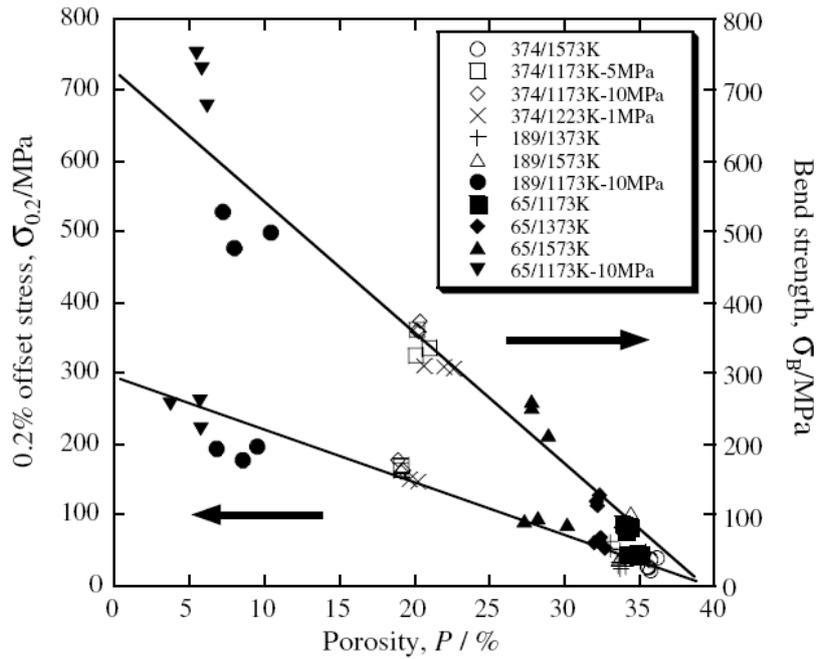


Figure II-3 : Évolution de la limite élastique conventionnelle en compression et de la résistance en flexion en fonction de la porosité d'un titane fritté<sup>30</sup>

De plus même si les valeurs de limite élastique et de limite à la rupture peuvent être convenables dans la littérature, elles sont souvent données en compression. Les défauts présents au sein du matériau engendreraient un comportement en traction très médiocre. On voit en effet sur la figure II-4 montrant la propagation d'une décohésion au sein d'un échantillon de titane réalisé par frittage de poudre de porosité 35,6% que même pour un très faible taux de porosité le frittage ne permet pas d'obtenir un lien fort entre les grains de poudre.

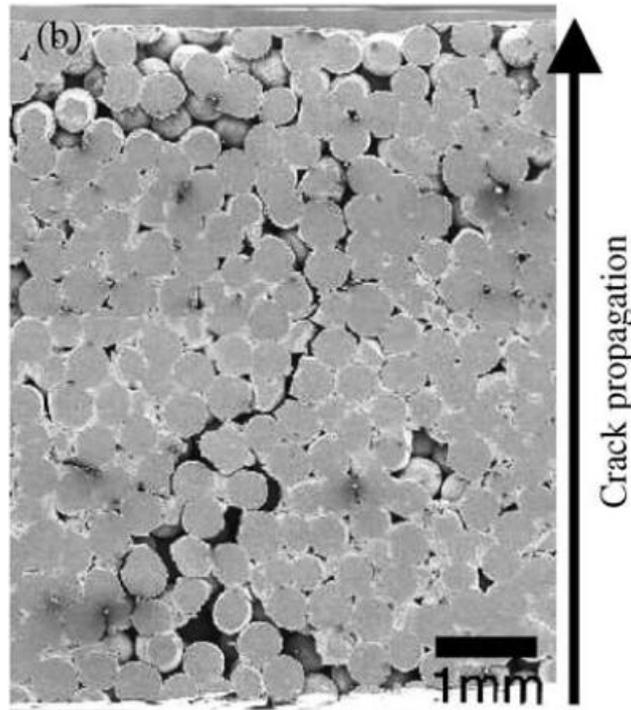


Figure II-4 : Vue en coupe d'un échantillon de titane de 35,6% de porosité réalisé par frittage de poudre<sup>30</sup>

## b. la fabrication additive

Les procédés de fabrication additive sont de plus en plus utilisés notamment dans l'industrie aéronautique car ils permettent de réaliser des pièces de géométrie extrêmement complexe et de taux de porosité élevé, impossibles à fabriquer par les procédés conventionnels (cf figure II.5). Ce type de procédé est basé sur la fusion de poudre. Pour cela, certaines machines utilisent un faisceau d'électrons, d'autres un faisceau laser. Le laser permet d'obtenir une précision bien meilleure que le faisceau d'électrons, mais est plus lent. Le faisceau d'électrons est alors utilisé pour réaliser des pièces assez massives alors que les procédés faisant appel au faisceau laser sont utilisés pour des pièces nécessitant une grande précision.

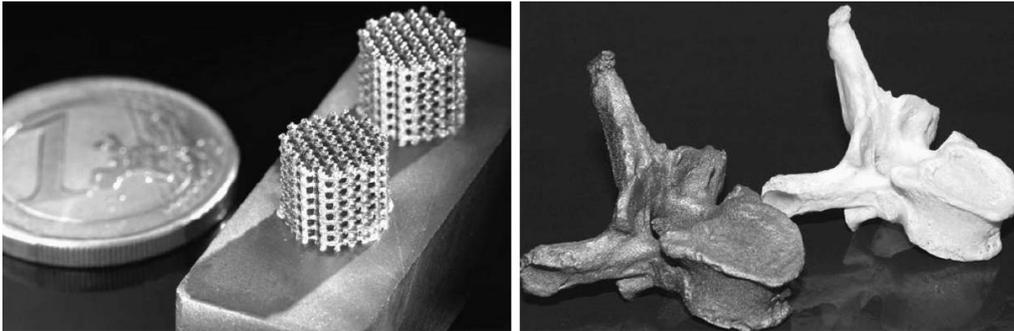


Figure II-5 : Exemple de géométries obtenues par fabrication additive (à gauche des échantillons poreux, à droite en blanc une vertèbre humaine et en gris sa réplique fabriquée par Direct Laser Sintering)<sup>32</sup>

### Fusion par faisceau d'électrons

Le fonctionnement de cette technologie appelée Electron Beam Melting (EBM) est détaillé sur la figure II-6. La géométrie de la pièce à réaliser est fournie à la machine par un fichier CAO traditionnel. La pièce est discrétisée en couches de 100 $\mu$ m d'épaisseur. Chaque tranche est réalisée par le dépôt d'une couche de poudre suivi par sa fusion sélective. Une nouvelle couche est déposée sur la précédente et fusionnée à nouveau et ainsi de suite jusqu'à obtention de la pièce complète.

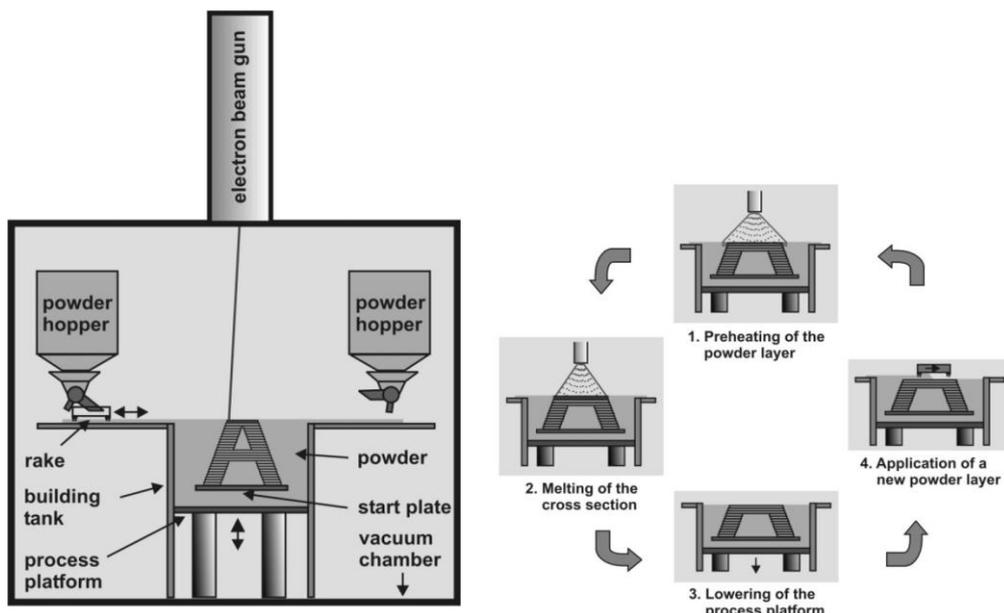


Figure II-6 : Fonctionnement de l'Electron Beam Melting<sup>33</sup>

## Fusion par faisceau laser

Deux principaux procédés utilisent la technologie laser. Le Selective Laser Melting (SLM), parfois nommé Direct Laser Forming (DLF) ou Selective Laser Sintering (SLS), et le Laser-Engineered Net Shaping (LENS).

Le SLM est un procédé équivalent à l'EBM hormis que la fusion de la poudre s'effectue grâce à un faisceau laser. Ces deux procédés diffèrent aussi de par leurs caractéristiques. En effet, le SLM est plus précis que l'EBM et permet de réaliser des tranches d'environ 30 $\mu$ m.

Le LENS est très proche du SLM, mais l'apport en poudre n'est pas effectué de la même façon. En effet, comme on peut le voir sur la figure II-7, la poudre est ici déposée à l'endroit où le faisceau laser est focalisé.

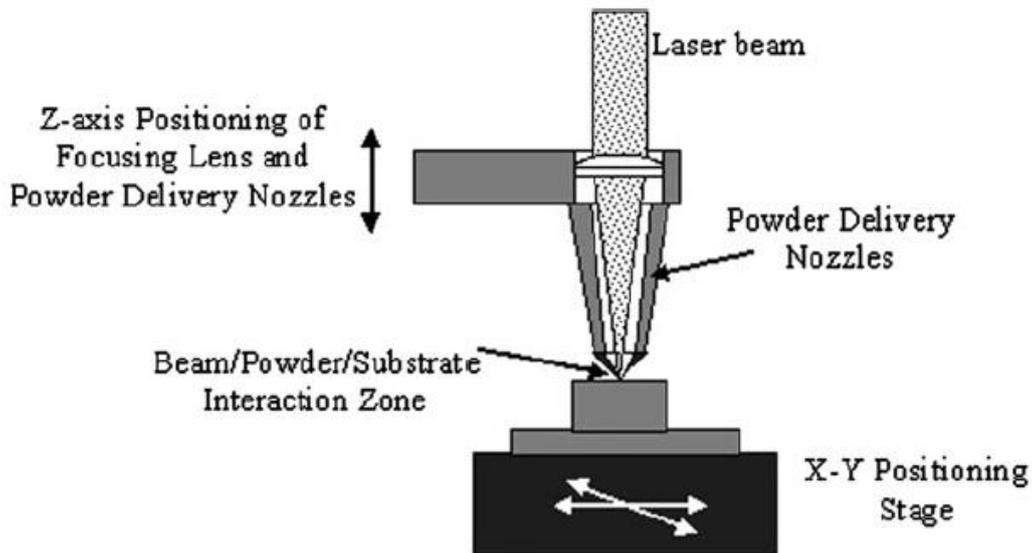


Figure II-7 : Schématisation du LENS<sup>34</sup>

L'un des autres avantages majeurs de la fabrication additive est que, contrairement aux procédés de frittage, cette technologie permet la fusion totale de la poudre. Il est alors possible de réaliser des pièces dont la porosité est nulle. Ceci engendre des propriétés mécaniques très élevées, et comme on peut le voir sur la figure II-8, supérieures à celles obtenues par des procédés de fabrication classiques en ce qui concerne la limite à la rupture et la limite élastique conventionnelle. L'allongement à rupture quant à lui est diminué avec ce type de procédé. On remarque néanmoins sur cette figure qu'un recuit permet de ramener cet allongement à la valeur que l'on peut trouver pour un titane moulé, et que les autres propriétés restent toujours légèrement supérieures.

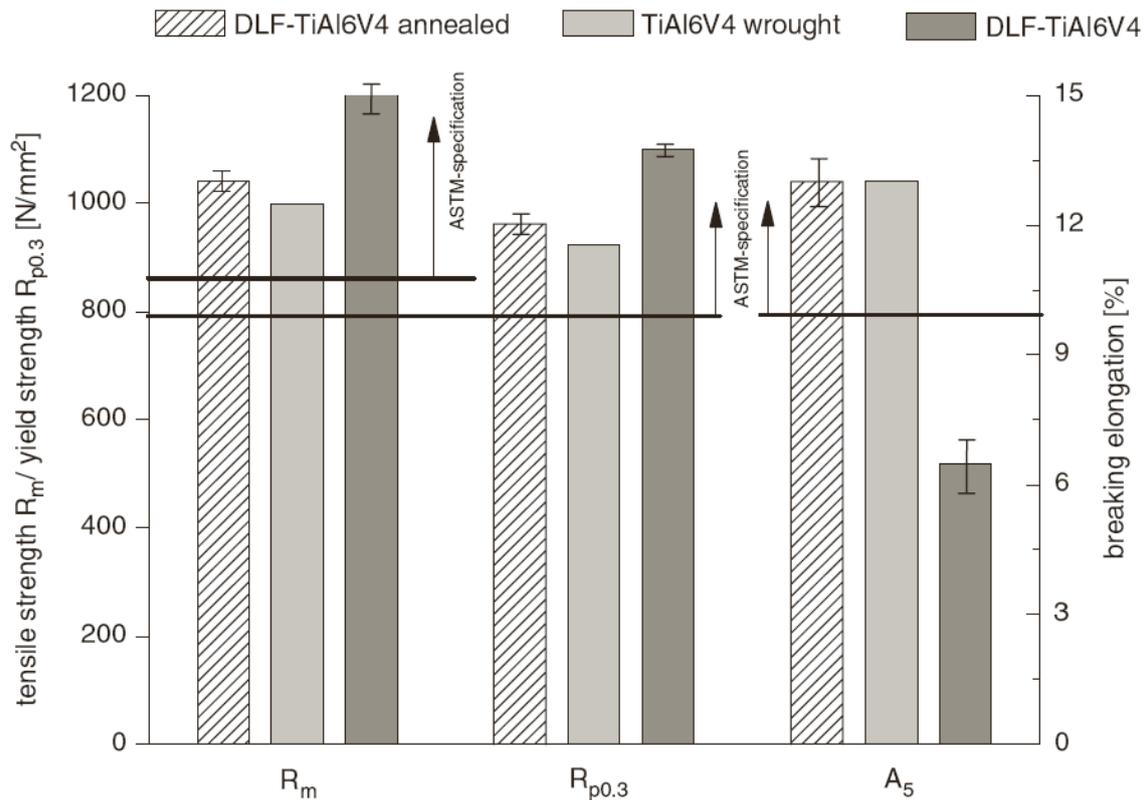
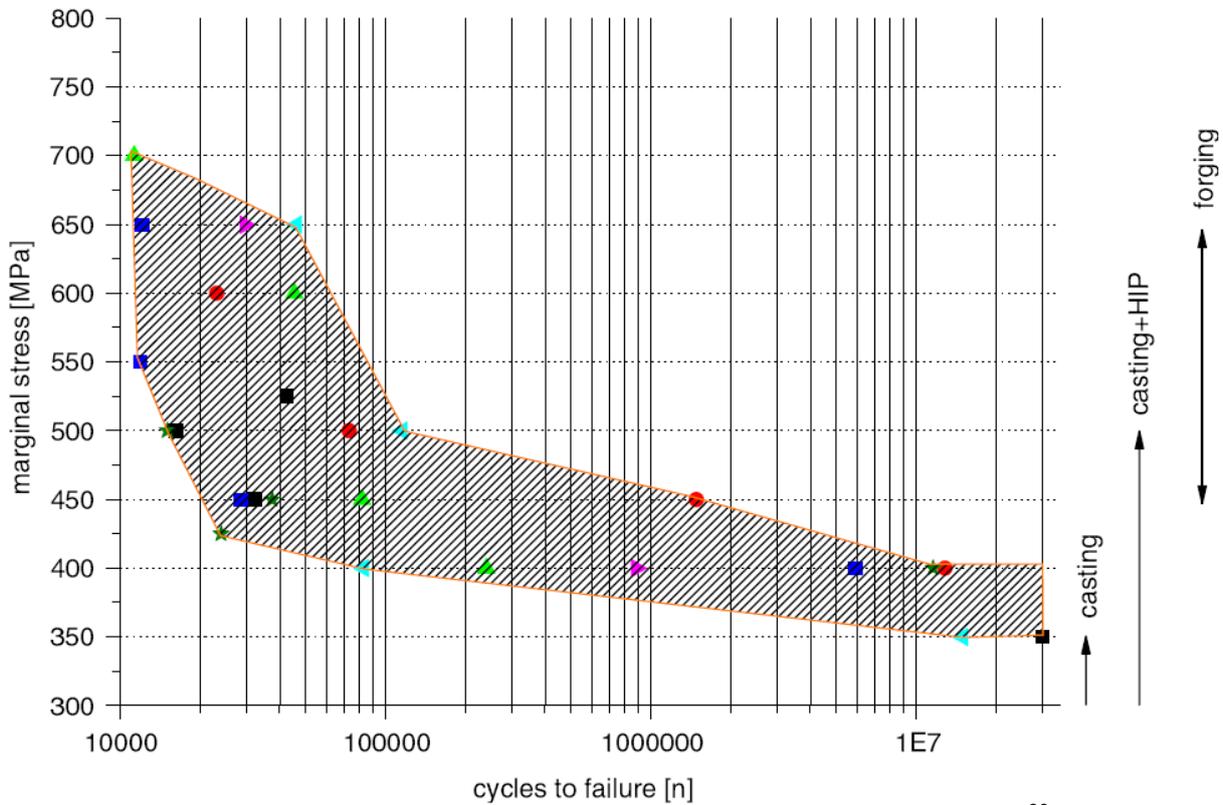


Figure II-8 : Comparaison des propriétés entre le TA6V obtenu par Direct Laser Forming et moulé<sup>32</sup>

La littérature ne fait pas état d'essais de fatigue réalisés sur des matériaux poreux fabriqués par SLM. Nous avons donc décidé de nous intéresser au comportement en fatigue de matériaux pleins réalisés en fabrication additive. La figure III-9 présente une courbe contrainte-nombre de cycles pour un alliage de titane TA6V obtenu par Direct Laser Forming (DLF) puis ayant subi un recuit. A droite de la figure on trouve les niveaux de contrainte correspondant à la limite d'endurance pour ce même alliage obtenu par moulage, par moulage suivi d'un traitement thermique et par forgeage. Le comportement en fatigue du TA6V obtenu par DLF est moins intéressant que celui du titane obtenu par forgeage ou par moulage suivi d'un traitement thermique. Ceci est dû à la forte rugosité de surface que le procédé DLF engendre. Le comportement en fatigue d'une pièce moulée est légèrement moins bon que le DLF.



### c. Les procédés mixtes

Deux types de procédés font intervenir à la fois la fabrication additive et le frittage de poudre.

Le premier consiste en la réalisation d'un moule en prototypage rapide afin de lui donner la forme que l'on souhaite. Celui-ci peut contenir la poudre de titane, souvent injectée avec un liant contenant un polymère. En élevant la température, le moule est détruit tandis que le liant maintient la poudre de titane. Celle-ci est ensuite portée à haute température ce qui permet de détruire le liant tout en frittant la poudre de titane.

Le deuxième procédé mixte consiste à déposer une pâte contenant un liant et de la poudre de titane. Le dépôt se fait couche par couche comme l'indique la figure II-10. La pâte peut ensuite être frittée afin d'éliminer le liant et d'obtenir la pièce souhaitée.

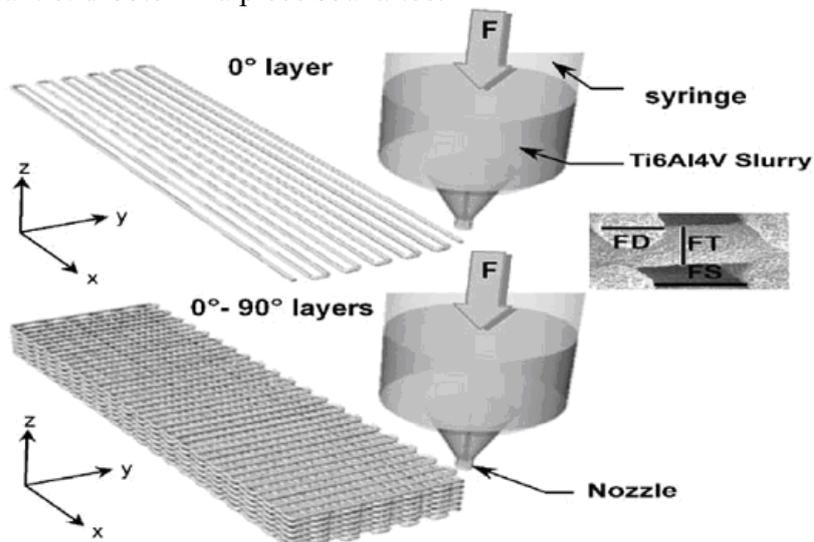


Figure II-10 : Procédé de prototypage rapide avec de la pâte de titane<sup>35</sup>

Bien que ces procédés mixtes permettent de réaliser, tout comme la fabrication additive, des géométries très variées, le niveau de perfection des pièces obtenues est bien moins élevé que pour les techniques additives décrites précédemment. Par exemple, lors de la fabrication par prototypage rapide avec pâte de titane, des défauts géométriques apparaissent à cause du fluage de la pâte avant frittage de la poudre (cf figure II-11). De plus les inconvénients du processus de frittage déjà mentionnés dans ce chapitre sont toujours présents pour cette technologie combinée.

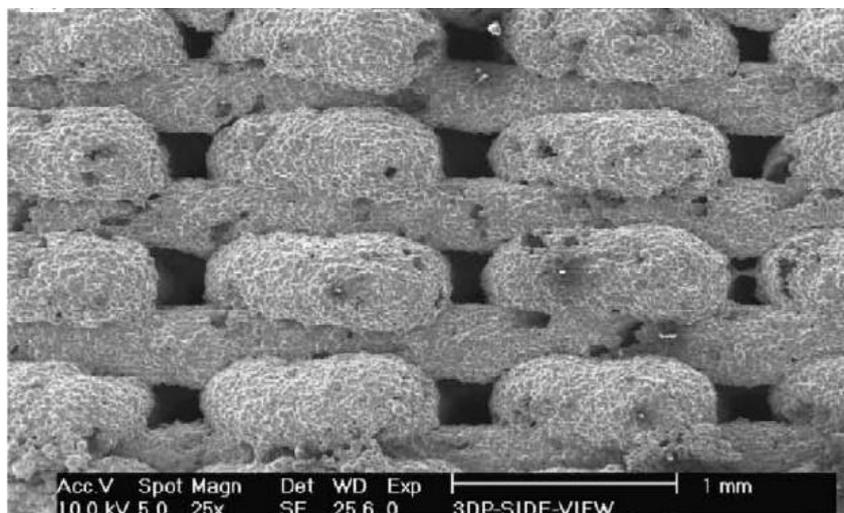


Figure II-11 : Conséquence du fluage de la pâte de titane<sup>35</sup>

#### d. la projection plasma

Les techniques de projection plasma (ou plasma spray) dont le principe est schématisé sur la figure II-12 représentent une technologie à part. En effet, elles sont principalement utilisées pour appliquer une couche poreuse sur des pièces massives. Les propriétés des pores dépendent des paramètres utilisés lors de la projection mais il est difficile d'atteindre une bonne maîtrise de la géométrie des pores et de leur taille. De plus, ces techniques ne permettent pas d'obtenir des connections satisfaisantes entre les pores<sup>36</sup>. Par conséquent, la réalisation d'implants poreux n'est pas envisageable avec cette méthode, qui est utilisée le plus souvent, comme le montre la figure II-13, pour recouvrir une pièce massive d'une couche poreuse<sup>37</sup>.

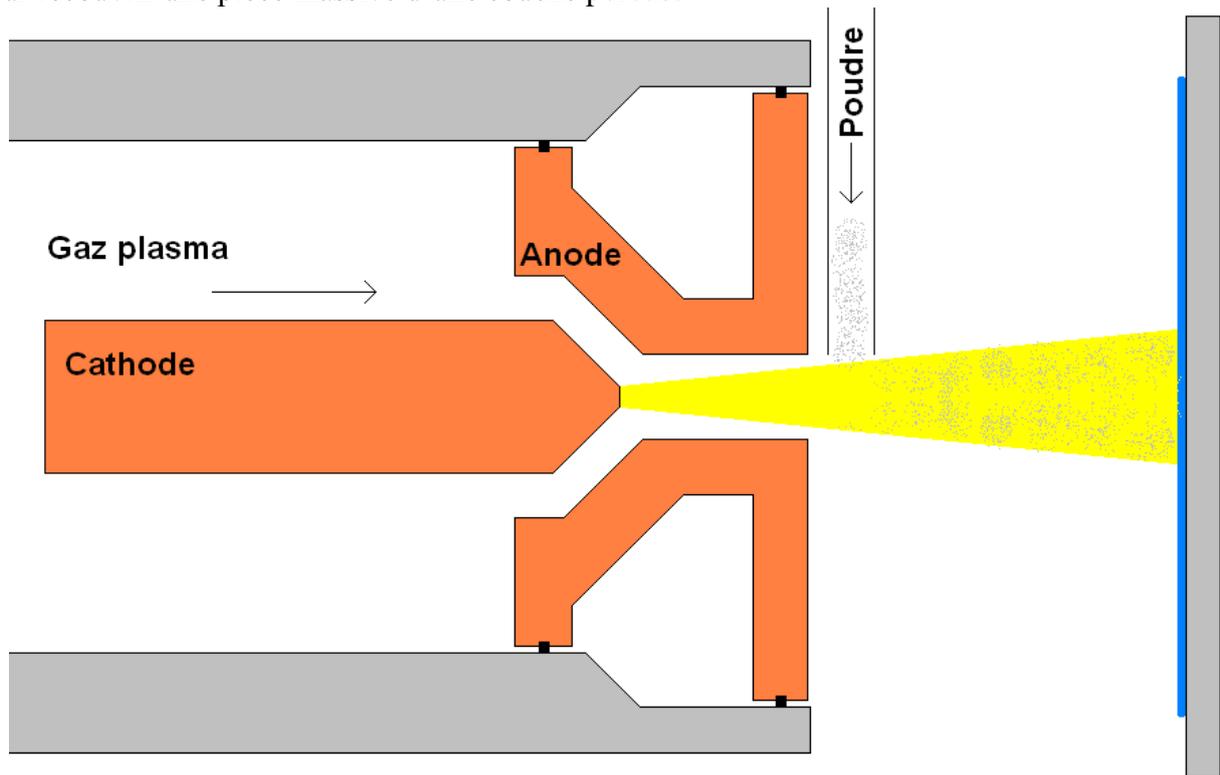


Figure II-12 : Schéma de principe de la projection plasma



Figure II-13 : Vue d'une prothèse de hanche dont la partie proximale a été recouverte de titane poreux projeté par plasma spray<sup>37</sup>

Un exemple de pièce en titane réalisée par plasma spray est visible sur la figure II-14. On remarque les inconvénients précités. De plus, la forme finale de cette pièce ne peut pas être obtenue directement avec le plasma spray. Une couche de matière poreuse doit être déposée puis découpée.



Figure II-14 : Exemple de pièce poreuse en titane découpée dans un dépôt réalisé par plasma spray<sup>38</sup>

Le plasma spray étant utilisé principalement pour couvrir certaines pièces d'un dépôt poreux, aucune étude ne propose de tester les propriétés mécaniques d'une pièce en titane de porosité proche de zéro fabriquée par ce procédé. En revanche, le tableau II-3 donne les valeurs des propriétés mécaniques en compression d'échantillons de titane commercialement pur de porosité 40% similaires à celui représenté sur la figure II-14.

	Limite élastique (MPa)	Contrainte ultime (MPa)	Module d'Young (GPa)
	85,5	287	4,08
	85,0	286	3,83
	85,3	271	6,18
<b>Moyenne</b>	<b>85,2</b>	<b>281</b>	<b>4,70</b>

Tableau II-3 : Propriétés mécaniques en compression d'échantillons de titane poreux à 40%, réalisés par plasma spray<sup>38</sup>

On remarque que les propriétés sont bien plus élevées, pour un taux de porosité de 40%, que pour des échantillons réalisés par frittage de poudre, cf figure II-3. En effet, la limite élastique conventionnelle est quasi nulle pour une pièce frittée avec 40% de porosité, alors qu'elle atteint 85MPa grâce au plasma spray. Le module d'Young obtenu sur le titane à 40% de porosité obtenu par plasma spray est en moyenne de 4,7 GPa ce qui est très faible pour ce taux de porosité.

### **3. Sélection du procédé adéquat**

Nous avons donc choisi le Selective Laser Melting (SLM) pour ce type d'application. En effet la technologie de fabrication additive par faisceau laser s'avère être la plus adaptée pour répondre à nos exigences en terme de géométrie complexe et de précision.

La conception d'implants poreux fabriqués par SLM nécessite une connaissance approfondie des propriétés du titane produit avec cette technologie. Nous avons donc décidé de caractériser avec précision le matériau issu de ce procédé de fabrication. Cette étude se décompose en deux phases. Tout d'abord une étude métallographique va permettre de connaître les effets de ce procédé de fabrication très particulier sur la texture cristallographique ainsi que sur les contraintes résiduelles en surface du matériau. Ensuite une caractérisation mécanique classique sera effectuée à travers des essais de traction quasi-statiques.

## B. Caractérisation du titane grade 2 obtenu par SLM

### 1. Métallographie

#### a. étude de la composition chimique du matériau

Une image au microscope électronique à balayage de la poudre de titane grade 2 utilisée pour la réalisation des pièces par SLM est présentée sur la figure II-15. Cette figure montre que la taille des particules est relativement homogène avec un diamètre d'environ 25 à 45 $\mu$ m.

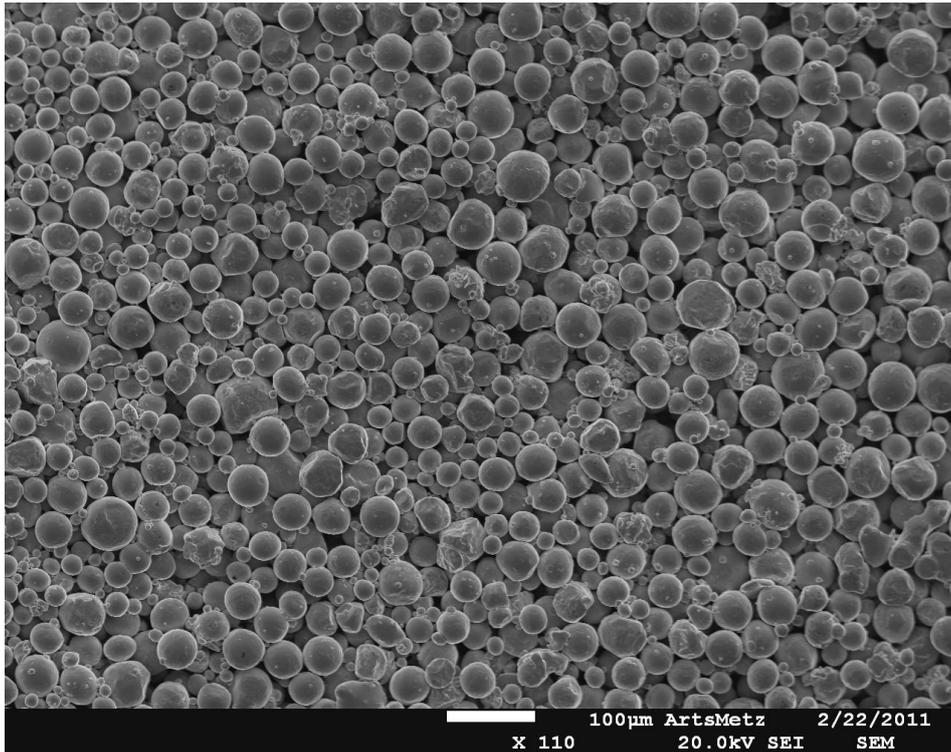


Figure II-15 : Image en microscopie électronique à balayage de la poudre de titane grade 2 utilisée pour le SLM

On remarque également sur le tableau II-4 que la composition de la poudre correspond aux exigences de la norme pour le titane grade 2.

Élément	C	Fe	H	N	O	Ti
% massique	0,005	0,021	0,0010	0,012	0,120	99,841

Tableau II-4 : composition de la poudre utilisée pour le SLM

Par ailleurs une analyse chimique par analyse dispersive en énergie (Energy dispersive X-ray spectrometry ou EDX) a également été réalisée au cœur d'une pièce immédiatement après sa fabrication. Cette analyse a révélé la présence uniquement de titane.

Il a ensuite été intéressant d'effectuer de la diffraction des rayons X sur cette même pièce afin de confirmer la présence exclusive de titane alpha. En effet, le titane pur ne possède aucun élément permettant la stabilisation de la phase beta hexagonale. Le spectre obtenu après cette analyse, visible sur la figure II-16, montre la présence exclusivement de titane alpha. Les pics sont identifiés sur cette figure en fonction des plans qui diffractent et des deux longueurs d'ondes générées par le tube de manganèse utilisé pour la diffraction.

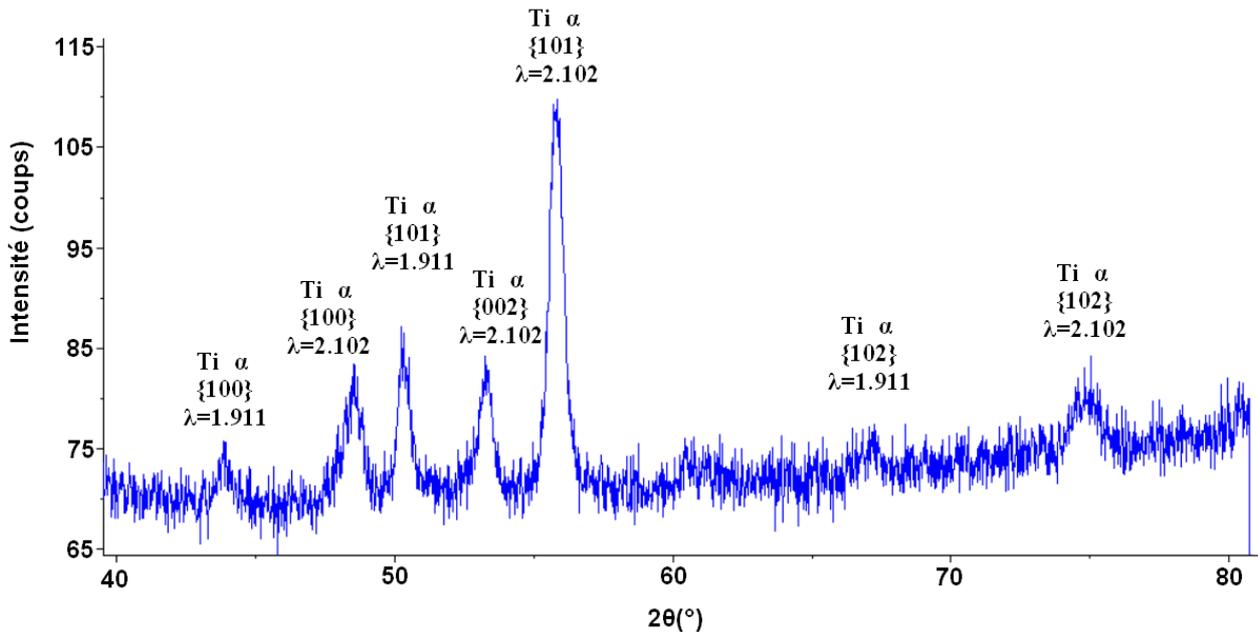


Figure II-16 : Spectre obtenu par la diffraction des rayons X au cœur une pièce en titane grade 2

### b. étude de l'anisotropie de la texture

Nous souhaitons réaliser une structure dont les propriétés mécaniques sont proches de celles de l'os. Pour cela il est nécessaire que cette structure présente un caractère anisotrope contrôlé. Cette anisotropie peut provenir des deux composantes, une anisotropie intrinsèque du matériau et une anisotropie due à la microarchitecture du composant. Le procédé SLM a la particularité de générer des pièces couche par couche, il est donc nécessaire de s'interroger sur l'anisotropie intrinsèque du matériau qui découle de cette fabrication. Il faudra tenir compte de ces propriétés lors de la conception de la structure.

Afin de quantifier le degré d'anisotropie du titane obtenu par SLM, des études de la texture cristallographique sont réalisées grâce à un goniomètre quatre cercles Seifert XRD 3003 PTS. Cet appareil est équipé d'un tube de manganèse avec un rayonnement d'une longueur d'onde de 2,102 Angström. Les plans {101} sont analysés car ce sont les plans de diffractions les plus intenses pour le titane alpha.

L'étude a été réalisée sur un cube non-poreux en titane de dimensions  $10 \times 10 \times 10 \text{ mm}^3$ . L'analyse est limitée à deux faces de ces cubes car cela permet de réaliser des figures de pôles permettant de conclure quant à l'anisotropie du matériau. Les résultats de cette analyse sont illustrées par la figure II-17. Un facteur d'intensité maximal de 2,22 est obtenu sur les figures de pôle. Il est communément admis que le matériau est texturé à partir d'un facteur de 3. Nous pouvons donc déduire que l'échantillon ne présente pas d'orientation cristallographique

préférentielle de ces grains. Par conséquent il semble que le procédé de fabrication par SLM n'engendre pas d'anisotropie des propriétés mécaniques du matériau.

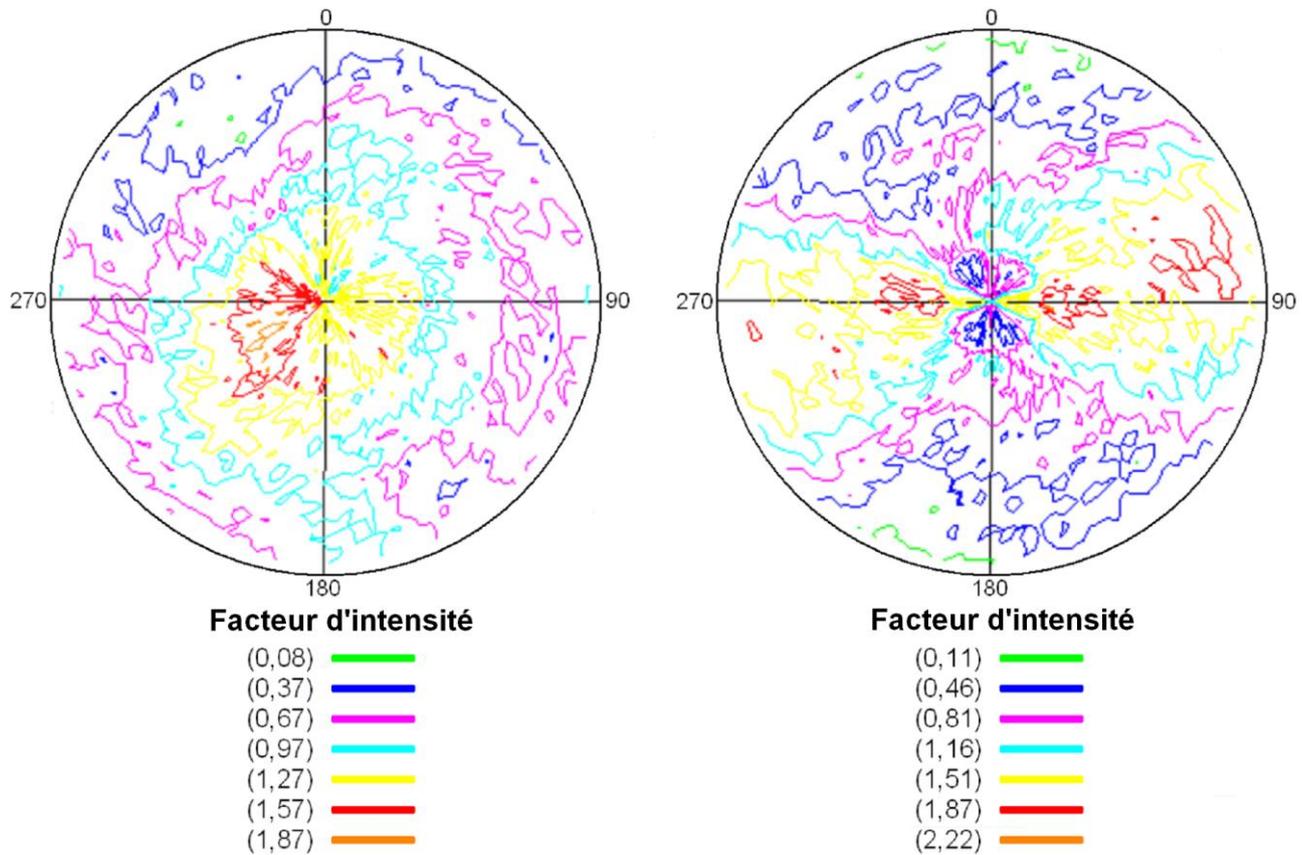


Figure II-17 : figures de pôles réalisées sur deux faces d'un échantillon cubique en titane fabriqué par SLM.

### c. étude des contraintes résiduelles engendrées par le procédé

Le procédé de fabrication par SLM consiste en la succession de phases de fusion de poudre et de phases de refroidissement. Ceci peut induire des contraintes résiduelles très importantes au sein du matériau. Il semble donc intéressant de réaliser une étude de ces contraintes afin de pouvoir les prendre en compte lors de la procédure de conception des implants.

Pour cela deux cubes non-poreux de dimensions  $5 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$ , dont le schéma apparaît en figure II-18, ont été fabriqués. Les méplats réalisés sur des arêtes du cube permettent de repérer l'orientation dans laquelle il a été fabriqué. Chaque face des cubes est numérotée afin de chercher une relation entre les valeurs de contraintes résiduelles et la direction du dépôt de poudre ou des trajectoires du laser. On remarque sur cette même figure qu'un repère est attaché au cube. Celui-ci permet de définir les composantes du tenseur des contraintes dans ces trois directions particulières.

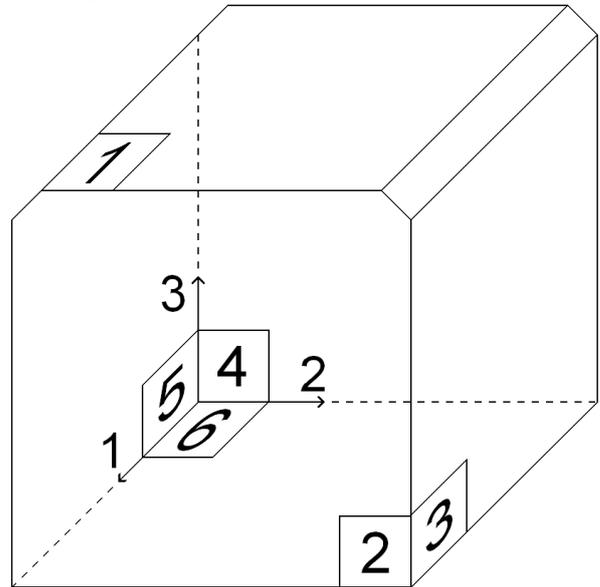


Figure II-18 : Schéma d'un cube fabriqué pour la détermination des contraintes résiduelles

La détermination des contraintes résiduelles est réalisée conformément à la méthode des  $\sin^2\psi$  sur les plans  $\{213\}$  grâce à un goniomètre Proto XRD équipé d'un tube de cuivre avec un rayonnement d'une longueur d'onde de 1,54 Angström. Ces conditions respectent la norme NF EN 15305<sup>39</sup> pour la mesure de contraintes résiduelles sur le titane. Le tableau II-5 rassemble les résultats obtenus.

	Composante de contrainte (MPa)	Echantillon 1	Echantillon 2	Moyenne
Face 1	$\sigma_{11}$	180	140	$160 \pm 30$
	$\sigma_{22}$	75	-70	$2,5 \pm 100$
Face 2	$\sigma_{33}$	-30	-80	$-55 \pm 35$
	$\sigma_{22}$	-20	-40	$-30 \pm 15$
Face 3	$\sigma_{33}$	-35	-25	$-30 \pm 10$
	$\sigma_{11}$	-45	-70	$-57,5 \pm 20$
Face 4	$\sigma_{33}$	15	-75	$-30 \pm 65$
	$\sigma_{22}$	0	-85	$-42,5 \pm 60$
Face 5	$\sigma_{33}$	-15	-85	$-50 \pm 50$
	$\sigma_{11}$	-40	-60	$-50 \pm 15$
Face 6	$\sigma_{11}$	-75	-90	$-82,5 \pm 10$
	$\sigma_{22}$	-115	-55	$-85 \pm 40$

Tableau II-5 : Contraintes résiduelles mesurées sur les échantillons cubiques fabriqués par SLM.

Afin de comprendre les valeurs de ces contraintes résiduelles il est nécessaire d'étudier la façon dont s'effectue la fabrication par SLM. Pour cela un schéma des trajectoires du laser pendant la phase de fusion, après le dépôt de la poudre apparaît sur la gauche de la figure II-19. A droite se trouve la pièce à réaliser.

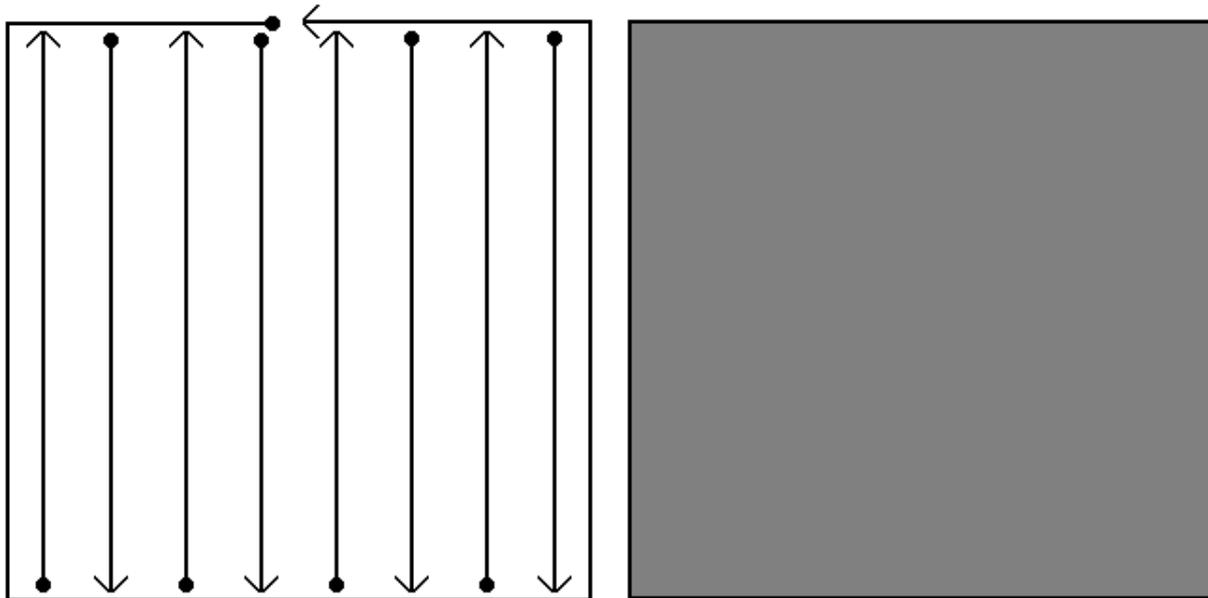


Figure II-19 : Schéma des trajectoires adoptées par le laser pendant la phase de fusion d'une couche de poudre

On peut constater qu'une fois la poudre déposée, le laser effectue un premier passage sur la périphérie de la section à fusionner. Le contour est alors créé. Ensuite le laser effectue un balayage de l'intérieur de la section. La direction de ce balayage est incrémentée de  $90^\circ$  à chaque nouvelle couche de poudre, ceci afin de limiter l'effet que pourrait avoir le balayage sur l'anisotropie des propriétés mécaniques de la pièce fabriquée.

Les faces 6 et 1 sont respectivement la première et la dernière face à avoir été fusionnées. Pendant la fabrication, après fusion, la couche  $n$  est affectée par le refroidissement de la couche  $n+1$  fraîchement fusionnée. La contraction thermique de la couche  $n+1$  engendre donc une contrainte de compression dans la couche  $n$  et une contrainte de traction dans la couche  $n+1$ . Ceci explique la présence de contraintes de traction sur la face 1 et de compression sur la face 6. L'explication pour les faces latérales est similaire. En effet comme on peut le constater sur la figure II-19, pour chaque couche déposée, le contour est fusionné en premier. Le cœur de la pièce est donc le dernier à refroidir. Ceci engendre des contraintes de compression sur les faces latérales. La présence de contraintes résiduelles négatives sur les faces 2 à 6 laisse à penser que le procédé SLM est un bon candidat pour l'élaboration d'implants soumis à des chargements cycliques.

## 2. Essais de traction

### a. définition des éprouvettes

Le titane fabriqué par SLM a été caractérisé au niveau de sa composition chimique, de sa texture cristallographique et des contraintes résiduelles thermiques. La deuxième étude a pour but de déterminer ces propriétés mécaniques macroscopiques. Pour cela de petites éprouvettes de traction normalisées (NF EN ISO 6892-1<sup>40</sup>) dont on peut voir le schéma sur la figure II-20 sont réalisées. La longueur de la zone utile est de 7mm. La section de l'éprouvette a été déterminée de façon à représenter au mieux le comportement de fines branches de titane comme on en trouve sur les pièces en titane poreux<sup>32,35</sup>. Ainsi celle-ci est fixée à  $3 \times 0,6 \text{ mm}^2$ .

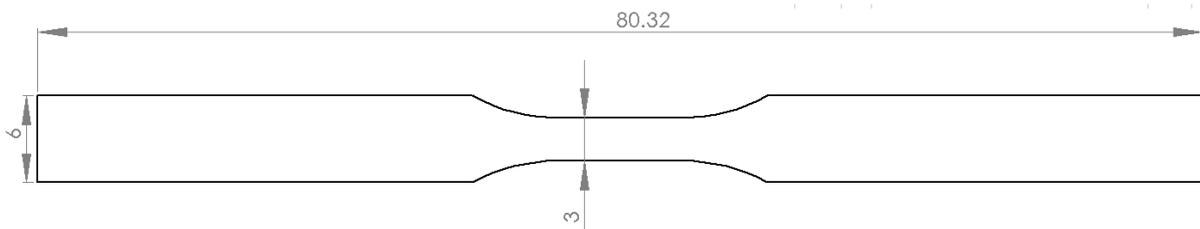


Figure II-20 : Schéma des éprouvettes de traction servant à la caractérisation du titane SLM

La fabrication des éprouvettes par SLM peut être réalisée de trois façons distinctes en fonction de la direction de dépôt puis de fusion de la poudre. Afin de déterminer si la direction de fabrication a une incidence sur le comportement du matériau, trois types d'éprouvettes sont réalisées.

Le premier type, noté H, est fabriqué selon la hauteur de l'éprouvette. En effet chaque couche de poudre est déposée pour constituer une section transverse de l'éprouvette puis le laser effectue ses opérations de fusion dans le même plan.

Le deuxième type d'éprouvette, noté L, est réalisé « sur la tranche ». L'empilement des différentes couches se fait dans le sens de la largeur de l'éprouvette.

Le troisième type, noté E, est réalisé « à plat ». L'empilement est effectué dans le sens de l'épaisseur de l'éprouvette. La figure II-21 détaille ces différentes possibilités.

Trois éprouvettes de chaque type ont été fabriquées puis testées.

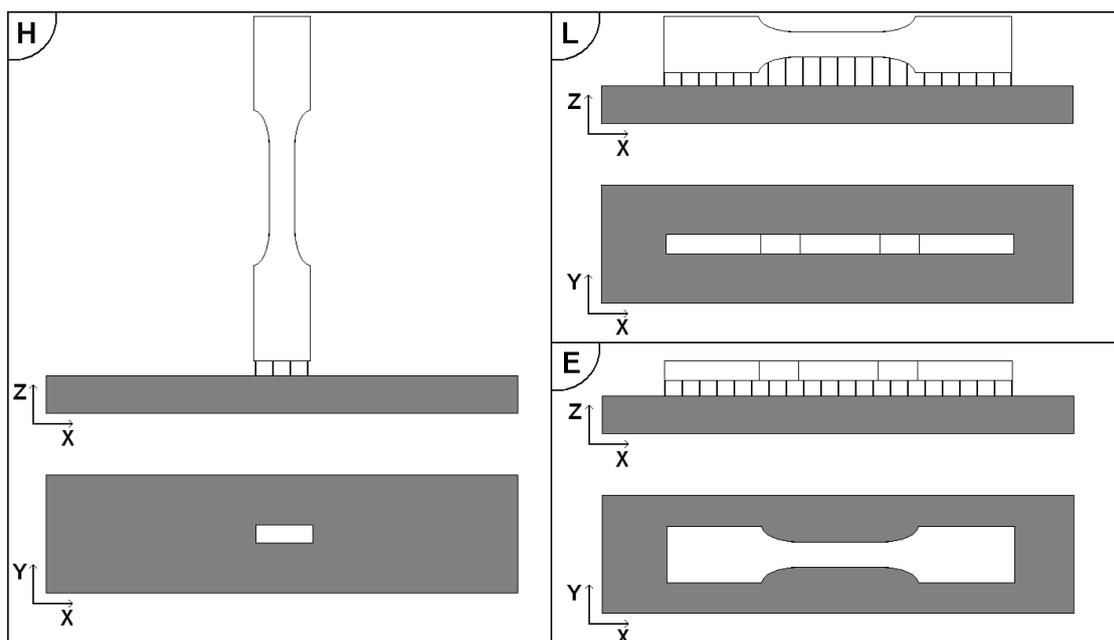


Figure II-21 : Schéma des trois types de fabrication par SLM des éprouvettes de traction.

## b. réalisation des essais

Avant toute chose, la géométrie réelle des éprouvettes de traction a été obtenue grâce à un microscope optique 3D (InfiniteFocus, Alicona, Autriche). La figure II-22 montre une reconstruction en trois dimensions de la zone utile d'une éprouvette de traction, réalisée grâce au logiciel 3-Matic (Materialise, Louvain). Ces reconstructions effectuées pour chaque éprouvette nous ont permis de connaître les sections exactes des zones utiles. On remarque sur la surface de l'éprouvette, la présence de cratères réduisant considérablement les sections théoriques attendues. Ceux-ci ont donc été pris en compte pour le calcul de la section réelle de chaque éprouvette.

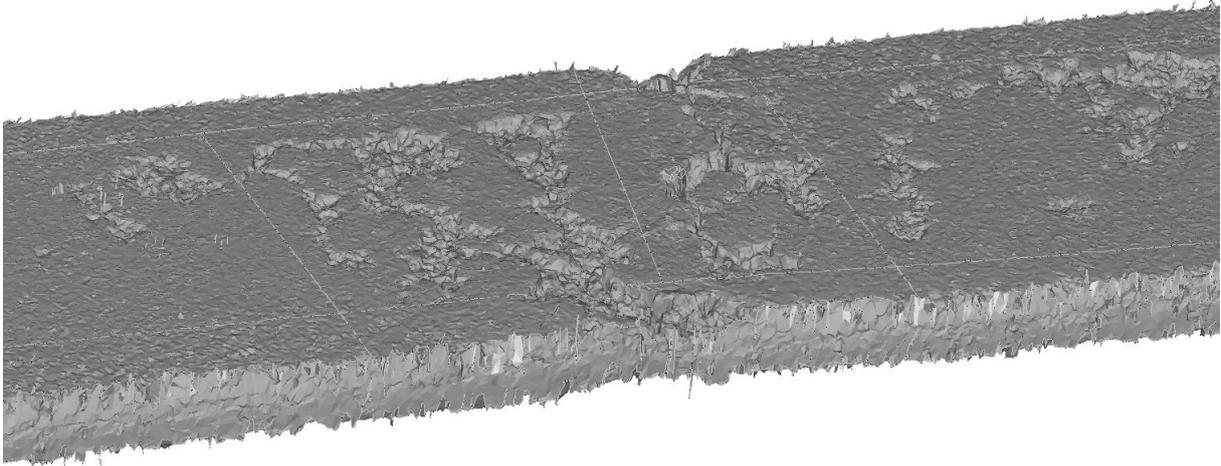


Figure II-22 : Reconstruction 3D de la zone utile d'une éprouvette de traction réalisée par SLM

Les propriétés élastoplastiques du matériau ont été déterminées en traction simple en utilisant une machine de traction/compression Instron 5866 équipée d'une cellule de charge admettant une erreur inférieure à 0,4% de la charge mesurée entre 0,1 et 10kN. Le logiciel Bluehill 2 a été utilisé afin de calculer la contrainte nominale pendant l'essai. Les éprouvettes ont été peintes en noir et des points blancs ont été marqués sur la zone utile afin de pouvoir, à l'aide d'un dispositif de vidéo traction développé par Apollor®, mesurer la déformation des éprouvettes et de piloter les essais en vitesse de déformation vraie. Une photographie du dispositif de traction est visible sur la figure II-23. Tous les tests ont été effectués à température ambiante et pilotés à une vitesse de déformation quasi statique ( $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ).



Figure II-23 : Vue de la machine de traction avec une éprouvette montée dans les mors

Le système de vidéo traction permet de mesurer la déformation vraie de l'éprouvette.. Par contre nous disposons uniquement de la mesure de la contrainte nominale car les dimensions des sections de l'éprouvette ne sont connues qu'à l'état initial. Afin de palier à ce problème et pouvoir déterminer la contrainte vraie, nous avons décidé de considérer un coefficient de Poisson de 0,3 dans toute la phase élastique, et un coefficient de Poisson de 0,5 une fois le domaine plastique atteint et jusqu'à rupture.

Les courbes contrainte vraie - déformation vraie apparaissent sur les figures II-24, II-25 et II-26 respectivement pour les éprouvettes H, L et E. Ces courbes ne doivent être lues que jusqu'au maximum de contrainte. Notons que l'éprouvette H2 a été soumise à une décharge en cours d'essai afin de nous assurer que la mesure du module d'Young pouvait aussi bien se faire sur la première charge que sur une décharge en cours d'essai. On remarque que, pour chaque type d'éprouvette, les courbes sont très proches les unes des autres. Les maxima de contrainte, eux, ne sont pas toujours obtenus pour les mêmes valeurs de déformation, ce qui conduit à des valeurs de déformation à la rupture différentes elles-aussi. Ces courbes permettent globalement de remarquer la bonne répétabilité du procédé SLM. En effet, la déviation maximale de la contrainte par rapport à la courbe moyenne est inférieure à 2% pour chaque type d'éprouvette, avant d'atteindre le maximum de contrainte.

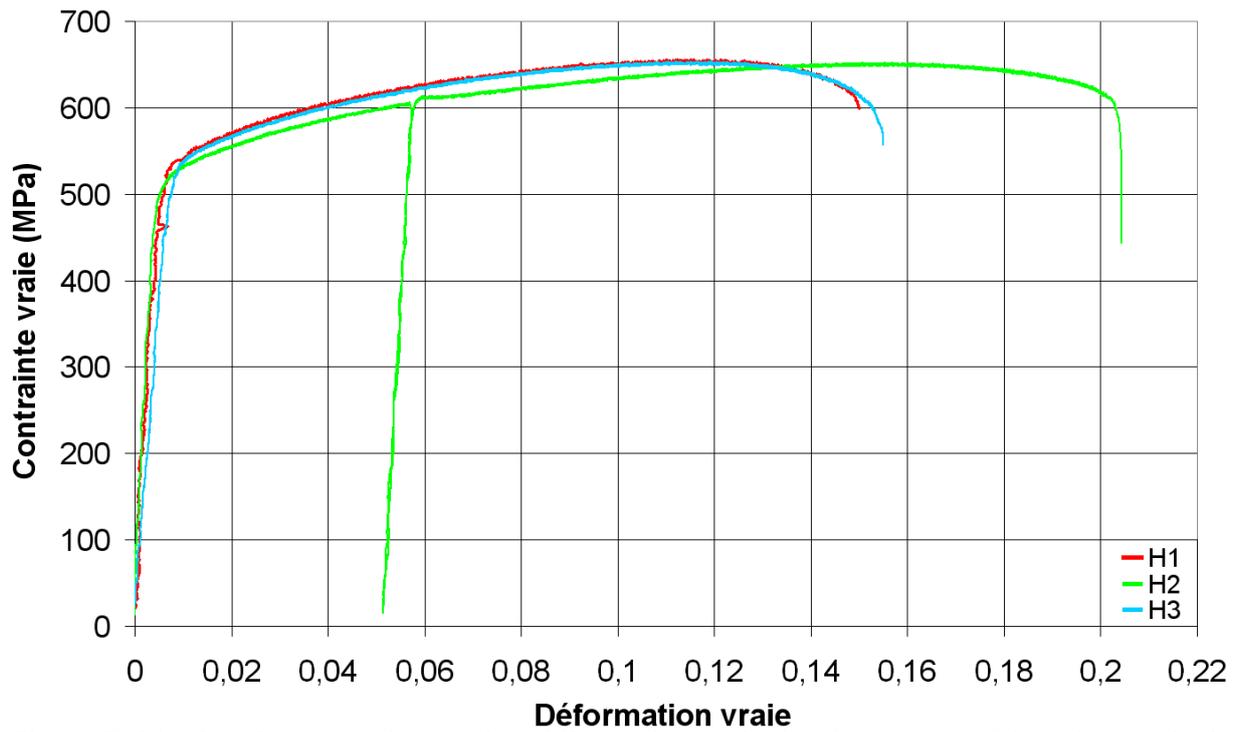


Figure II-24 : Courbes contrainte vraie - déformation vraie des éprouvettes H lors des essais de traction quasi-statiques.

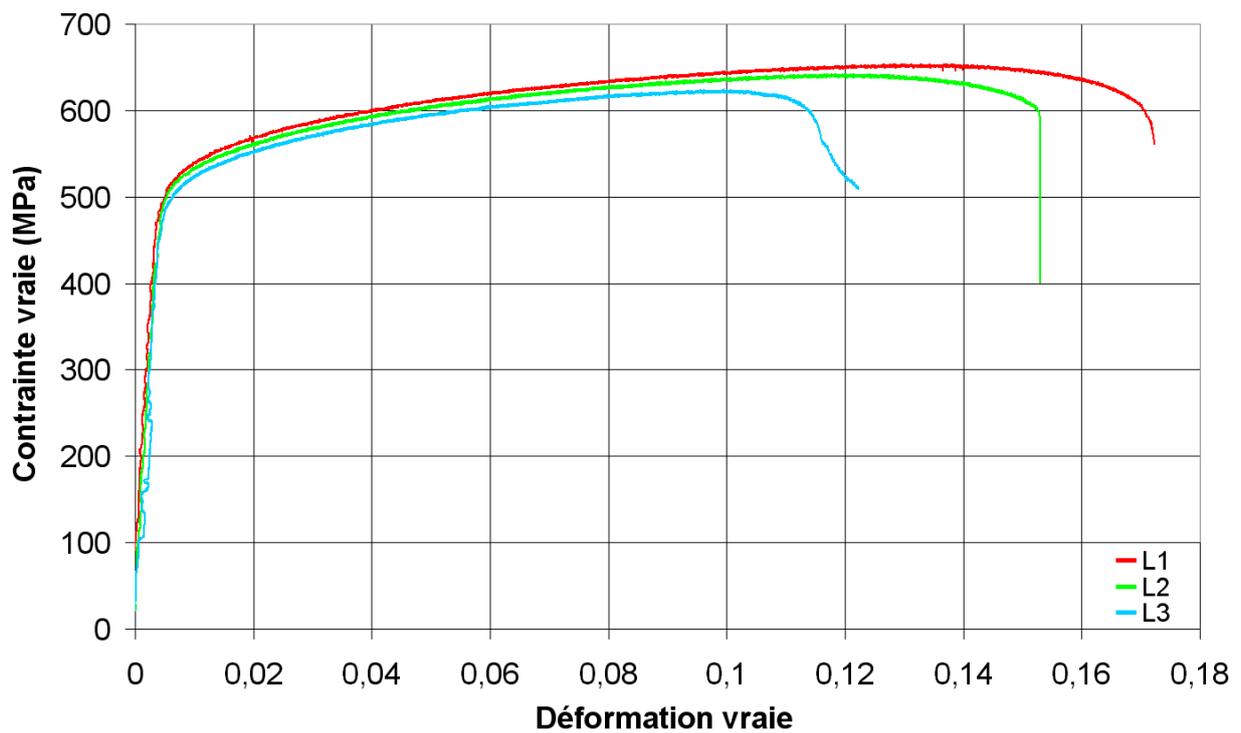


Figure II-25 : Courbes contrainte vraie - déformation vraie des éprouvettes L lors des essais de traction quasi-statiques.

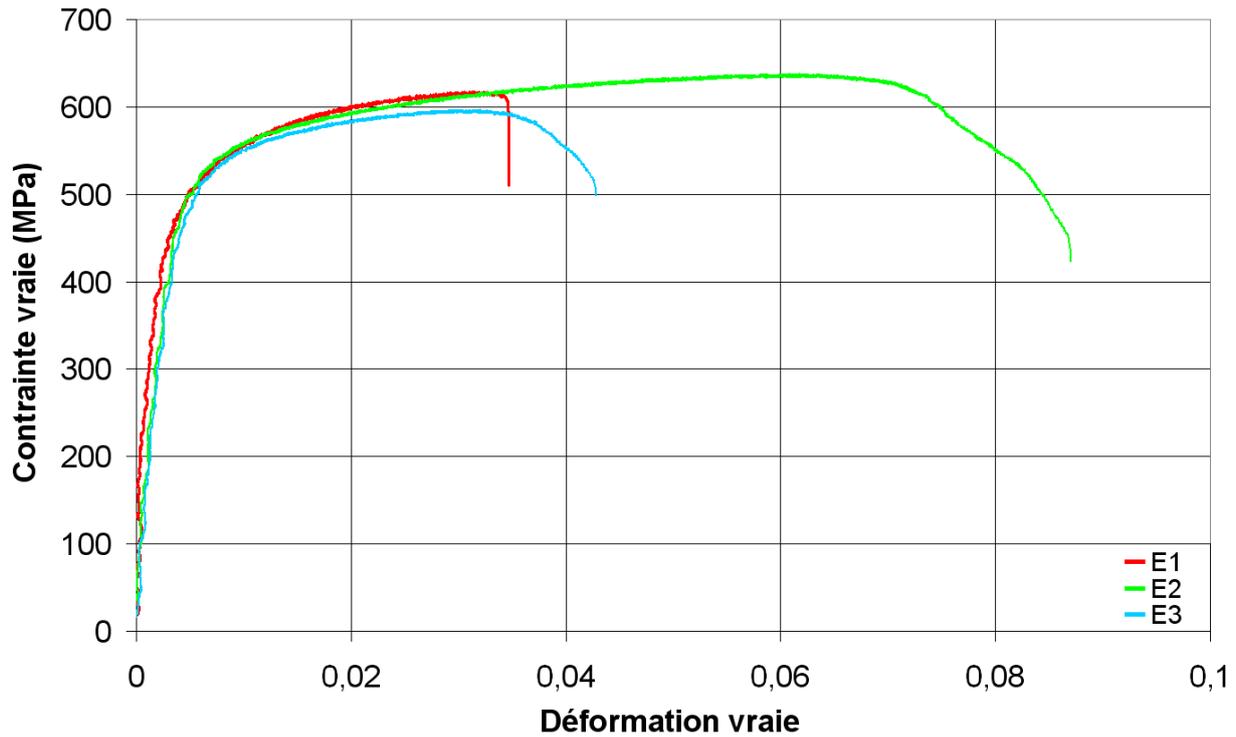


Figure II-26 : Courbes contrainte vraie - déformation vraie des éprouvettes E lors des essais de traction quasi-statiques.

Le tableau II-6 donne les propriétés élasto-plastiques du matériau dans chaque direction de fabrication. On y retrouve le module d'Young  $E$ , la limite élastique conventionnelle  $R_{0,2}$ , la limite à la rupture  $R_m$  et l'allongement à rupture  $A\%$ .  $\varepsilon_{\max}^p$  correspond à la déformation plastique au maximum de contrainte. La dernière colonne donne les informations présentes dans la norme ISO 5832-2<sup>29</sup> qui concerne le titane grade 2. Les valeurs indiquées entre parenthèses correspondent aux écarts types.

On ne remarque pas d'influence significative de la direction de fabrication sur le module d'Young du titane grade 2 obtenu par SLM. Ceci signifie que le procédé de fabrication permet d'obtenir un matériau isotrope. Les légères différences observées sont dues à la précision du dispositif expérimental utilisé qui n'est pas réellement adapté à la mesure de propriétés élastiques de matériaux denses. La limite d'élasticité conventionnelle ainsi que la limite à la rupture ne dépendent pas non plus de la direction du dépôt. Le seul point notable est la faible valeur de l'allongement à rupture pour les éprouvettes de type E. Cet allongement réduit est dû à la qualité des éprouvettes. Comme il est visible sur la figure II-21, il existe une structure qui supporte l'éprouvette tout au long de sa fabrication. La destruction de ce support après la fabrication a engendré des défauts sur la partie utile d'éprouvettes dont la profondeur n'est pas négligeable par rapport à l'épaisseur des éprouvettes de type E.

On remarque par ailleurs que les propriétés plastiques du titane grade 2 obtenu par SLM, en dehors de l'allongement à rupture, sont bien plus élevées que les spécifications de la norme ISO 5832-2<sup>29</sup>. Le limite élastique conventionnelle et la limite à la rupture sont presque deux fois plus élevées que les spécifications de la norme ISO. L'allongement à la rupture est réduit de 15%, 27% et 75% dans les directions H, L et E respectivement. Ce défaut peut être dû à la faible épaisseur des éprouvettes en comparaison avec leur rugosité. En effet la rugosité moyenne sur dix points a été estimée à  $Rz=45\mu m$  avec le microscope 3D Alicona InfiniteFocus. Le procédé de fabrication SLM est souvent utilisé pour fabriquer des implants sur mesure. Contrairement à certains implants conventionnels, ceux-ci n'ont pas à être retouché par déformation plastique pendant la chirurgie. La limite à la rupture n'est donc pas discriminant dans notre cas.

Propriétés	Titane grade 2 SLM			ISO 5832-2 <sup>29</sup>
	H	L	E	
E (GPa)	91 (12)	100 (5,5)	101 (2,6)	-
$R_{p_{0.2}}$ (MPa)	522 (18)	518 (5,5)	533 (2,1)	230
$R_m$ (MPa)	654 (1,5)	640 (12,4)	617 (16,7)	345
A%	17,0 (3,0)	14,7 (2,9)	5,1 (2,1)	20
$\epsilon_{max}^p$	12,2 (1,7)	11,3 (1,3)	3,6 (1,4)	-

Tableau II-6 : Propriétés élasto plastiques du titane grade 2 obtenu par SLM comparées aux spécifications de la norme ISO 5832-2<sup>29</sup>

Les résultats obtenus dans cette étude correspondent aux conclusions émises par Vandembrouck et Kruth en 2007<sup>41</sup>. Bien que leur travail porte sur le titane grade 5, ils démontrent que le procédé SLM augmente la limite élastique ainsi que la limite à la rupture de 50%. De plus ils constatent une diminution de 25% de l'allongement à la rupture.

### C. Conclusion partielle

Dans ce chapitre nous avons présentés plusieurs procédés de fabrication permettant la réalisation de pièces en titane poreux. Dans notre optique de conception d'implants sur mesure en titane poreux dont l'architecture est totalement maîtrisée, le procédé de fabrication SLM s'impose comme étant le plus adapté.

Suite à cela nous avons décidé de caractériser entièrement les propriétés mécaniques de ce procédé dans l'optique de disposer de connaissances suffisantes pour concevoir nos implants. Les études de la cristallographie du matériau obtenu par ce procédé de fabrication ont montrées qu'aucune orientation n'est privilégiée. De même, les essais de traction réalisés sur des éprouvettes fabriquées dans différentes directions ne montrent pas de différence représentative de la raideur en fonction de la direction. Le titane obtenu par SLM est donc isotrope. Les essais de traction nous ont permis de démontrer les avantages du SLM dans la fabrication d'implants poreux sur mesure. En effet, les propriétés mécaniques telles que  $R_{p_{0.2}}$  et  $R_m$  sont largement supérieures aux spécifications de la norme ISO pour ce type de matériau. Ceci implique que l'affaiblissement du module d'Young peut être prononcé afin d'approcher celui de l'os humain tout en conservant des propriétés à la rupture convenables.

# **Chapitre III**

## **Définition et caractérisation du motif élémentaire**



## A. Travaux existants sur les matériaux poreux

Dans le chapitre précédent nous avons sélectionné un procédé de fabrication permettant la fabrication d'implants en titane poreux sur mesure. Nous avons caractérisé les propriétés élasto-plastiques du titane grade 2 obtenu par le procédé SLM. Nous allons maintenant nous pencher sur la définition d'une structure poreuse.

Dans la littérature, on trouve de nombreuses structures poreuses qui ont été développées pour l'élaboration de substituts osseux. Différentes contraintes sont à respecter afin de réaliser ces substituts. En effet, la conception de l'implant doit tenir compte de la compatibilité du substitut qui se fait à trois niveaux. Tout d'abord d'un point de vue mécanique, les propriétés élastiques du substitut doivent être proches de celles des tissus environnants si l'on souhaite éviter le phénomène de "stress shielding" qui conduit très souvent au décèlement de prothèses trop rigides. De plus, la résistance de l'implant doit être au moins égale à celle de l'os qu'il remplace afin de permettre la restauration de la fonction perdue. Les propriétés chimiques de la surface de l'implant sont tout aussi importantes pour que celui-ci soit accepté par le corps humain. En effet, l'implant doit être bioactif afin qu'il puisse établir des liens chimiques avec le milieu vivant environnant. Enfin la compatibilité se fait aussi d'un point de vue cellulaire ou biologique. Pour que la pérennité du substitut soit maximale et qu'il s'intègre parfaitement à l'os, il faut que ses propriétés géométriques soient telles que les cellules osseuses puissent s'y développer.

### 1. Propriétés mécaniques, stress shielding et résistance

Le stress shielding est un phénomène fréquemment rencontré autour de prothèses massives telles que les prothèses de hanches ou d'épaules<sup>12</sup>. Alors que les contraintes mécaniques transitent exclusivement par l'os sur un sujet sain, la présence d'une prothèse entraîne une modification de la répartition des contraintes dans l'os situé aux abords de celle-ci. Ainsi, une prothèse bien plus rigide que l'os va engendrer un déchargement de l'os environnant. Par les mécanismes de remodelage osseux, une résorption progressive de l'os va apparaître.

Un exemple de conséquence de ce phénomène est visible sur la figure III-1 dans le cas d'une prothèse d'épaule,

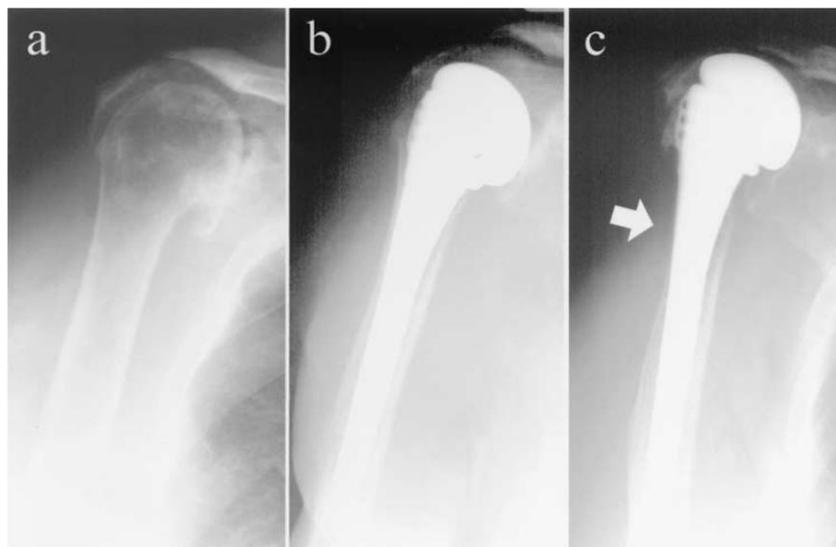


Figure III-1 : stress-shielding<sup>12</sup>

Pour éviter ce phénomène, il s'avère donc indispensable de proposer des implants de propriétés mécaniques plus proches de celles des tissus osseux.

Cependant, bien que la recherche dans ce domaine soit conséquente, il apparaît que les biomatériaux couramment utilisés à l'heure actuelle aient, pour la plupart, une rigidité soit très élevée par rapport à celle de l'os, soit bien plus faible que cette dernière, cf Krishna et al.<sup>34</sup>. Le tableau III-1 résume les propriétés mécaniques, rassemblées par ces auteurs, des biomatériaux les plus fréquemment rencontrés pour les prothèses de hanche.

Matériau	Densité (kg.m <sup>-3</sup> )	Résistance à la compression (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Ténacité (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Commentaires
Os	1800-2100	130-180	3-20	3-6	
Ti et alliages	4400-4500	590-1117	55-117	55-115	Résistance et module d'élasticité élevés par rapport à l'os engendrant le « stress-shielding »
Alliages Co-Cr-Mo	8300-9200	450-1896	200-253	100	
Aciers inoxydables	7900-8100	170-310	189-205	50-200	
Magnesium	3100	65-100	41-45	15-40	
Polyéthylène haute densité	940-960	25	1-2	-	Résistance et module élastique relativement bas ce qui limite l'utilisation de polymères en tant qu'implants chargés mécaniquement
Polyéthylène ultra haute masse moléculaire	410-490	28	1	20	
Polytetrafluoroethylene	2100-2300	11,7	0,4	-	
Polymethylmetacrylate	1160	144	4,5	1,5	
Zircone	6100	2000	220	9 (MN.m <sup>-3/2</sup> )	Fragilité importante et faible ténacité
Alumine	3980	4000-5000	380-420	3-5	
Bio verre	2700	1000	75	-	
Hydroxyapatite (HAP)	3100	600	73-117	0,7	
AW verre-céramique	-	1080	118	1,9-2	

Tableau III-1 : Propriétés mécaniques de biomatériaux couramment utilisés pour les prothèses de hanche<sup>34</sup>

L'une des possibilités pour réduire les propriétés mécaniques des implants en métal consiste à fabriquer des structures poreuses. Ainsi Oh et al.<sup>30</sup>, 2003 ont obtenu un module d'Young de 10GPa pour un titane poreux comportant une fraction volumique de vides de 35%. D'autres équipes ont réussi à approcher les propriétés élastiques de l'os cortical humain avec des porosités variant de 48%<sup>42</sup> à 59,5%<sup>43</sup>.

Cependant, l'obtention de propriétés élastiques identiques ou très proches de celles de l'os substitué ne constitue pas un objectif satisfaisant d'un point de vue mécanique. En effet, l'affaiblissement des propriétés élastiques d'une structure va engendrer une diminution de sa résistance. La figure III-2 montre l'évolution du module d'Young et de la résistance à la compression en fonction de la porosité d'un matériau à micro architecture. Comme on peut le remarquer sur cette figure, il est primordial de trouver un compromis entre ces deux notions.

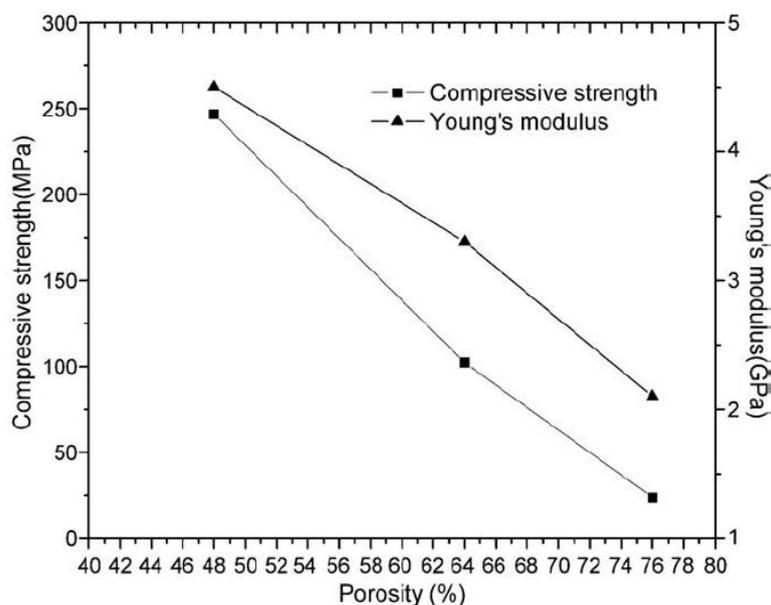


Figure III-2 : Lien entre les propriétés élastiques et la résistance à la compression d'une structure poreuse en titane obtenue par frittage de poudre<sup>44</sup>

Le tableau III-2 est un récapitulatif de propriétés mécaniques d'os humain rapportées par Cowin (1989) en comparaison avec les propriétés mécaniques d'un titane pur donné par la norme ISO5832-2. Il semble impossible d'affaiblir le titane afin d'obtenir des propriétés élastiques proches de celles de l'os tout en conservant une limite élastique au moins égale à celle de l'os. On remarque sur ce tableau que l'os possède une anisotropie transverse. En effet, ses propriétés mécaniques sont équivalentes quelque soit la direction perpendiculaire à la direction longitudinale. Celles-ci sont par contre bien plus élevées dans cette direction longitudinale.

	Titane grade 2	Cortical bone (Cowin, 1989 <sup>25</sup> )			
		traction		compression	
		Long.	Trans.	Long.	Trans.
E (MPa)	110 000(valeur courante)	17400	9600	17400	9600
Rp <sub>0.2</sub> (MPa)	230	115	-	182	121
Rm (MPa)	345	133	51	195	133
A%	20	2,93	3,24	2,20	4,62

Tableau III-2 : Propriétés mécaniques de l'os cortical humain<sup>25</sup> comparées à celles du titane grade 2 de la norme ISO 5832-2<sup>29</sup>

## 2. Caractéristiques des porosités

D'autres critères très importants à prendre en compte pour la définition d'une structure poreuse destinée à l'élaboration de substituts osseux sont les caractéristiques dimensionnelles des porosités. En effet, l'aptitude de l'implant à être colonisé par l'os après son implantation est tout aussi importante que le point précédent. Pour cela, de nombreuses études ont été réalisées et ont fait ressortir trois points principaux.

Dans un premier temps les études d'Otsuki et al. (2006) ont montré que le taux de porosité de substituts osseux a une influence sur la qualité du tissu qui se forme en son sein après implantation. Cette équipe compare les tissus formés dans des implants en faisant varier le taux de porosité de 50 à 70% pour des tailles des pores comprises entre 250 et 500 $\mu$ m et entre 500 et 1500 $\mu$ m. Le tableau III-3 montre les résultats obtenus pour les deux gammes de tailles de pores.

On remarque que le passage d'un taux de porosité de 50 à 70% réduit considérablement la présence de tissus de mauvaise qualité (grades A et B, cf figure III-4) ainsi que le pourcentage de pores, dits pores « morts » dans lesquels aucun tissu ne s'est formé.

	Porosité : 50% Pores : 250- 500 $\mu$ m	Porosité : 50% Pores : 500- 1500 $\mu$ m	Porosité : 70% Pores : 250- 500 $\mu$ m	Porosité : 70% Pores : 500- 1500 $\mu$ m
Tissu grade A et B après 6 semaines (%)	30 $\pm$ 18	13 $\pm$ 8,7	0,02 $\pm$ 0,08	0,01 $\pm$ 0,08
Tissu grade A et B après 12 semaines (%)	7,8 $\pm$ 9,7	1,4 $\pm$ 2,3	0,03 $\pm$ 0,1	0,08 $\pm$ 0,2
Pores « morts » (%)	30 $\pm$ 3,3	13 $\pm$ 0,9	0,02 $\pm$ 0,01	0,01 $\pm$ 0,02

Tableau III-3 : influence du taux de porosité sur la formation de tissu osseux<sup>45</sup>

La taille des porosités doit être maîtrisée afin d'optimiser la colonisation par l'os humain. En effet les résultats du tableau III-3 montrent également une légère tendance favorable à la colonisation osseuse lorsque la taille de pores augmente de 250 à 500 $\mu\text{m}$ . L'analyse des résultats fournis pour les tailles de pores comprises entre 500 et 1500 $\mu\text{m}$  permet aux auteurs de conclure que les tailles de pores doivent être comprises dans cette gamme pour optimiser la production d'un tissu de bonne qualité. Par ailleurs, les études de Xue et al.<sup>42</sup>, ont déterminé une taille de pores minimale de 50 $\mu\text{m}$  en-deçà de laquelle les cellules ne peuvent pas se développer. De plus, la taille des pores jouerait un rôle sur la façon dont vont croître les cellules osseuses. Les travaux de Xue et al. 2007, illustrés par la figure III-3, indiquent que pour une taille de pore comprise entre 50 et 150 $\mu\text{m}$ , les cellules osseuses peuvent se développer à travers les porosités alors que pour des tailles de pores plus importantes, les cellules vont tenter de couvrir les parois des porosités. Les auteurs préconisent une taille de pore minimale de 200 $\mu\text{m}$  pour optimiser la colonisation.

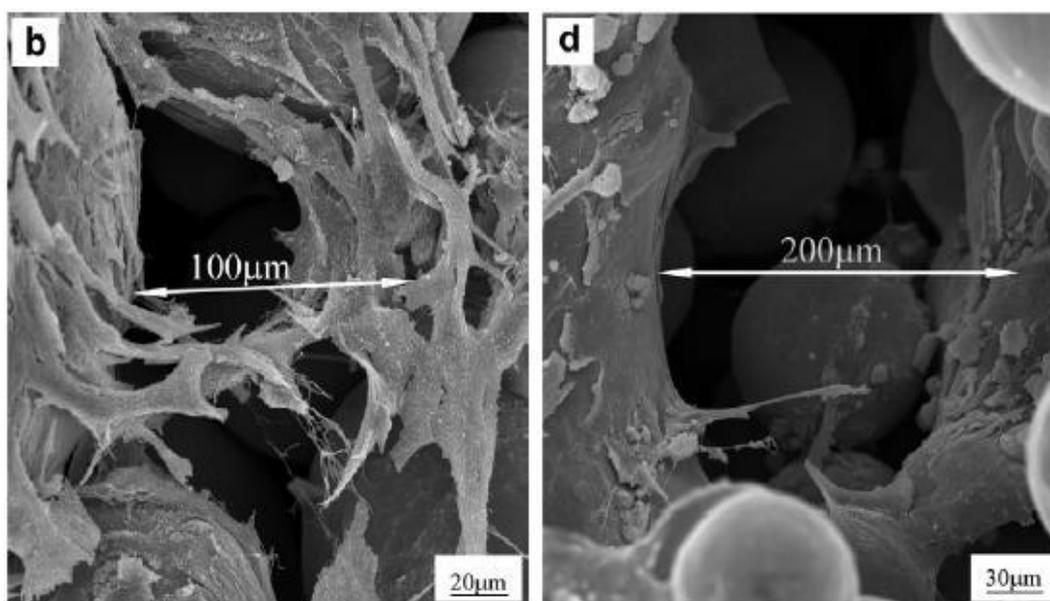


Figure III-3 : influence de la taille des pores sur la colonisation<sup>42</sup>

Enfin Otsuki et al. (2006) nous enseignent également que les connexions entre pores sont très importantes. En effet, un implant à la structure totalement ouverte et qui donne la possibilité aux fluides biologiques de circuler librement va donner lieu à des tissus de meilleure qualité que si les accès aux pores sont restreints.

La figure III-4 montre par exemple que, pour l'implant considéré dans l'étude par ces auteurs, les tissus de meilleure qualité (Grade E) se forment dans les pores proches de la surface de l'implant. Ceci est dû au fait que pour ce type d'implant, les pores éloignés de la surface sont difficiles, voire impossibles d'accès, pour les fluides biologiques.

D'autre part, pour les échantillons réalisés dans cette même étude, la notion de connectivité entre pores est directement liée au taux de porosité. En effet, lors de la compaction de la poudre, plus le taux de porosité est important, plus il y a de chances pour que la structure soit ouverte. Le tableau III-4 confirme ce point en annonçant le taux de porosité total ainsi que le taux de porosités ouvertes en fonction de différents paramètres de frittage. Il est flagrant que plus le taux de porosités est élevé, plus le taux de porosités ouvertes est important. Il est donc intéressant de noter que lors de la fabrication de substituts osseux par des méthodes qui ne permettent pas un contrôle de la structure interne, un taux de porosité élevé est nécessaire afin de s'affranchir des problèmes de connectivité entre les pores.

Température de frittage (K)	Pression de frittage (MPa)	Diamètre de la poudre (µm)	Porosité totale (%)	Porosités « ouvertes » (%)
1173	0	374	37,1	100
		189	36,4	100
		56	34,7	93,2
	5	374	19,1	94,5
		189	8,7	84,0
		65	5,1	78,5
	10	374	19,0	94,3
		189	8,4	83,6
		65	5,0	73,2
1223	1	374	21,4	94,8
1373	0	374	36,2	100
		189	33,8	93,0
		65	32,4	92,7
1573	0	374	35,6	99,8
		189	33,6	91,2
		65	28,7	91,6

Tableau III-4 : Taux de porosité en fonction de paramètres de frittage<sup>30</sup>

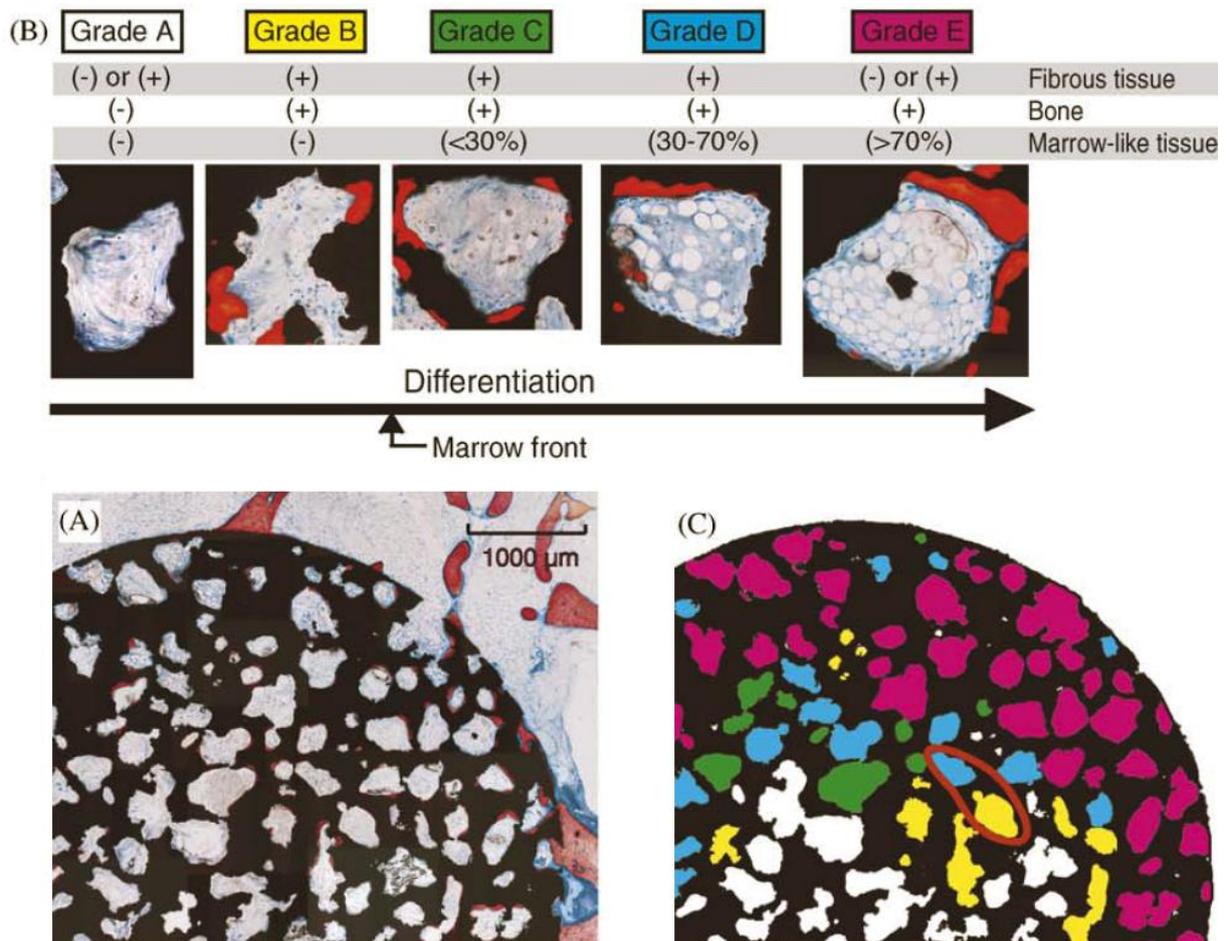


Figure III-4 : Observation du type de tissu formé dans l'implant<sup>45</sup>

Cette première partie a permis de mettre en avant la possibilité de concevoir des substituts osseux poreux pour éviter le phénomène de stress shielding ainsi que les paramètres géométriques à prendre en compte pour la conception d'un implant en titane poreux capable d'être colonisé par l'os. Nous nous intéressons à présent aux études menées sur la détermination des propriétés mécaniques de telles structures.

### 3. Structures existantes

La littérature fait part de nombreuses structures qui ont été étudiées afin de réaliser des substituts osseux en titane poreux. Parmi celles-ci on trouve deux grandes familles d'architectures. D'une part les architectures pour lesquels la répartition des pores est aléatoire. La deuxième famille propose des architectures totalement maîtrisées, souvent réalisées grâce à un motif, qui répété dans les trois dimensions, donne naissance à une structure poreuse périodique.

Les architectures dont la géométrie n'est pas totalement maîtrisée sont généralement réalisées par frittage de poudres. Les porosités peuvent être engendrées par la poudre elle-même (en faisant varier la taille de la poudre, il est possible de maîtriser les tailles des porosités interstitielles), par des particules qui, mélangées à la poudre, seront évacuées après frittage, ou par expansion de gaz lors du frittage.

Ces procédés permettent de générer des structures poreuses en maîtrisant uniquement le taux des porosités et leur taille. La figure III-5 représente une structure fabriquée par un de ces procédés. On remarque que l'architecture en elle-même ne peut pas être contrôlée. Ainsi il est possible dans ce type de structure d'obtenir des pores non débouchants. De plus, ces méthodes permettent difficilement de donner un caractère anisotrope aux propriétés globales de la structure.

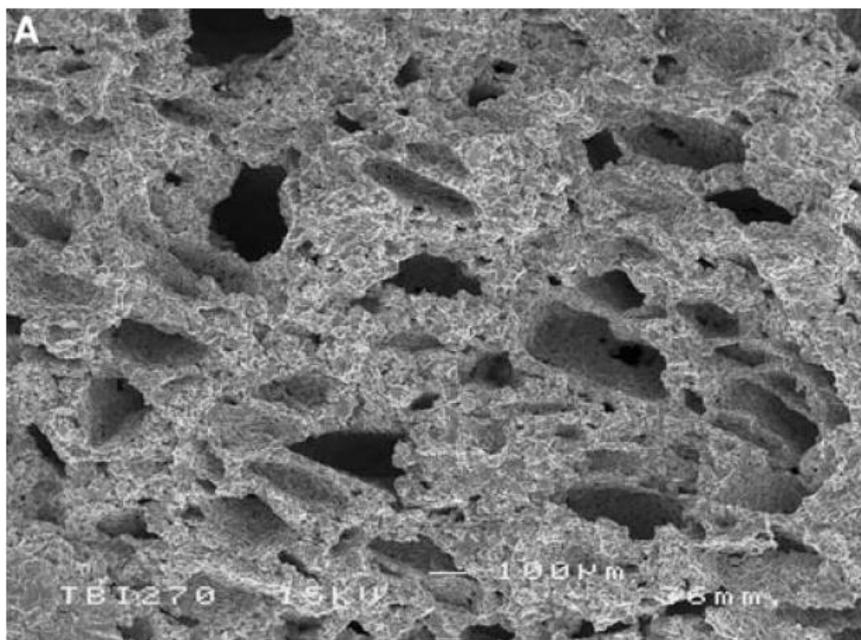


Figure III-5 : Architecture non contrôlée<sup>31</sup>

Il est possible de maîtriser totalement la géométrie des architectures poreuses. Ceci est très intéressant. En effet, cela permet de contrôler tous les paramètres géométriques de la structure que l'on souhaite créer. Ce type de structure peut être engendré par des procédés de fabrication tels que le moulage avec destruction du moule, mais a réellement pris son essor avec les procédés de fabrication additive. En effet, ces procédés permettant de réaliser n'importe quelle forme à partir d'un simple fichier CAO, il est alors possible de créer des structures qui imitent au mieux le comportement de l'os humain. La figure III-6 représente une structure fabriquée par ce type de procédé. On remarque la régularité de l'architecture, et la possibilité de jouer sur tous les paramètres géométriques et ainsi de donner aux structures métalliques le caractère orthotrope propre à l'os.

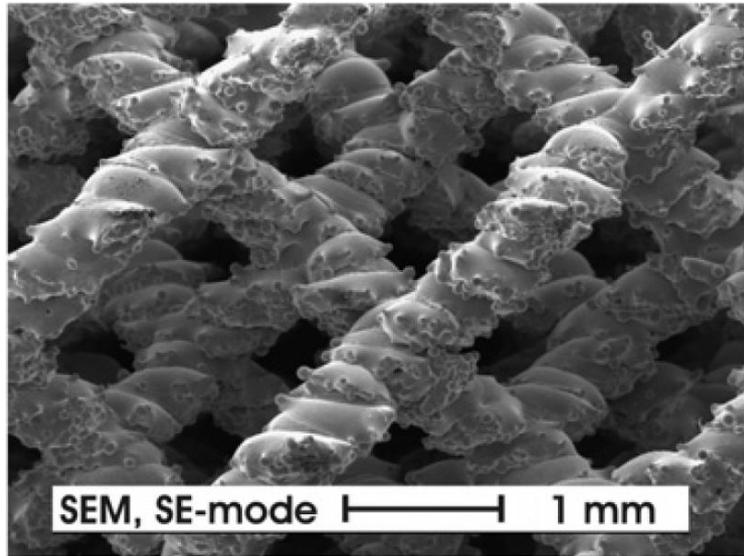


Figure III-6 : architecture contrôlée<sup>43</sup>

#### 4. Propriétés mécaniques des structures poreuses en titane obtenues par fabrication additive

Xue et al.<sup>42</sup> ont utilisé le LENS afin de créer des structures poreuses. En faisant varier les paramètres du procédé de fabrication, ils parviennent à élaborer des structures dont la porosité varie entre 17 et 58% et la taille des pores entre 100 et 800 $\mu$ m. Le caractère non-contrôlé de ce type de structure ne permet pas d'obtenir de propriétés anisotropes comme on les retrouve pour l'os. Malgré cela le module d'Young apparent pour ces matériaux poreux varie entre 2,6 et 44GPa et la limite à la rupture en compression entre 24 et 463MPa.

Heinl et al.<sup>43</sup> parviennent en utilisant un procédé de fabrication par Electron Beam Melting, en jouant sur la géométrie de la structure et en faisant varier la porosité de 60 à 80%, à obtenir des propriétés mécaniques intéressantes et anisotropes selon le type de structure. Les deux structures présentées ici sont de type filaire. Elles sont constituées soit d'un treillis dont les branches sont assemblées perpendiculairement, soit de branches assemblées afin de former la géométrie d'un diamant, comme on peut le voir sur la figure III-7. Le module d'Young de la structure en diamant est compris entre 0,9 et 1,6GPa, alors que la structure cubique permet d'obtenir des valeurs de 3,9 à 12,9 GPa. La limite à la rupture varie entre 21 et 29,3MPa pour la première structure et entre 127,1 et 148,4MPa pour la seconde. La limite élastique quant à elle varie entre 16,1 et 22MPa pour la structure la plus faible et entre 49,6 et 107,5MPa pour la plus résistante. Cette étude montre qu'il est possible d'obtenir des propriétés mécaniques proches de celles de l'os humain grâce à des structures composées d'un motif élémentaire répété dans les trois directions de l'espace. L'anisotropie de l'os peut alors être reproduite en jouant sur la porosité et la géométrie de ce motif.

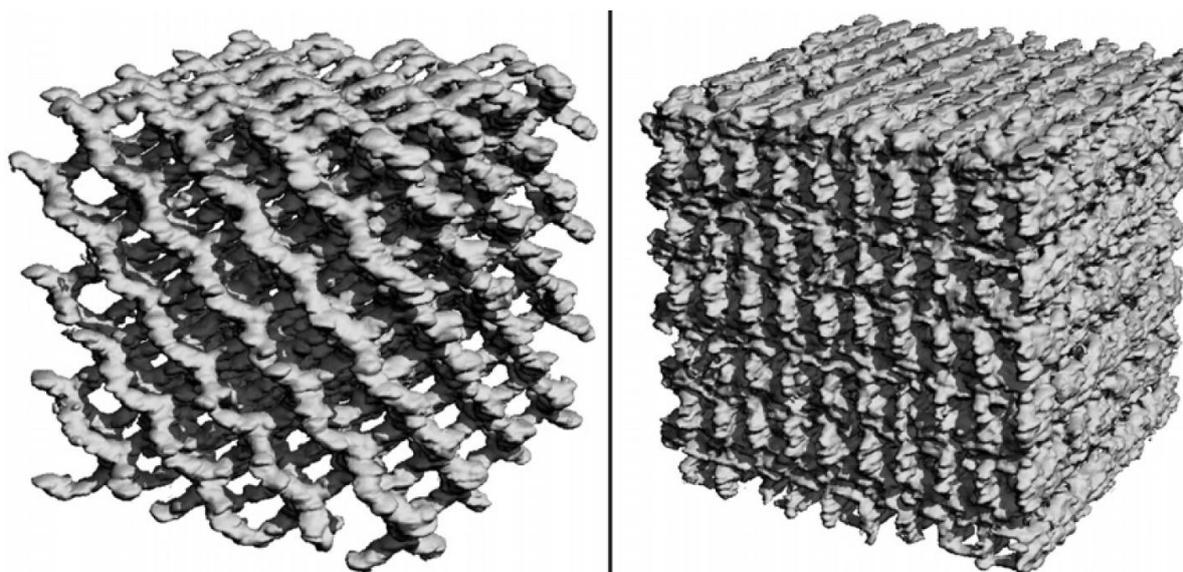


Figure III-7 : Structures envisagées par Heinl et al. A gauche structure diamant à 80,5% de porosité, à droite structure cubique à 61,3% de porosité obtenus par Electron Beam Melting<sup>43</sup>

Comme nous l'avons vu dans le chapitre 2, nous avons choisi le procédé de fabrication SLM afin de réaliser les structures en titane poreux pour nos implants. L'étude bibliographique présente dans ce chapitre nous montre qu'il est important de fixer des tailles de pores ainsi qu'une porosité qui vont permettre la bonne intégration de l'implant dans l'os. De plus nous souhaitons concevoir une structure dont les propriétés mécaniques sont très proches de celles de l'os. Il a été démontré ici que l'anisotropie des propriétés mécaniques ne peut être obtenue qu'en définissant un motif particulier, qui répété dans l'espace va donner naissance à une architecture possédant les propriétés mécaniques souhaitées. La suite de ce chapitre est dédiée à la description de la démarche adoptée dans ce travail pour aboutir à la conception d'un substitut répondant à l'ensemble de ces exigences.

## B. Conception du motif élémentaire

La conception de la structure poreuse qui va nous servir à élaborer des substituts osseux doit s'appuyer sur toutes les données de la littérature. Nous avons vu que le développement des techniques de fabrication additive, dont le SLM fait partie, permettent de réaliser des structures extrêmement complexes. Nous avons décidé d'élaborer un motif élémentaire, qui répété dans les trois dimensions, permettra de générer une structure dont les propriétés mécaniques s'approchent de celles de l'os. Tout d'abord, un ensemble de critères doit être mis en place afin de prendre en compte toutes les exigences liées à la bonne intégration de l'implant dans l'os. Ensuite un motif élémentaire capable de respecter ces contraintes sera conçu, puis optimisé.

### 1. Critères de dimensionnement

Les critères de dimensionnement adoptés dans ce travail ont une importance aussi bien au niveau biologique que mécanique et vont servir à définir le motif élémentaire et à l'optimiser. Ils sont énoncés ci-après :

- propriétés élastiques apparentes proches de celles de l'os,
- respect du caractère anisotrope de l'os,
- contrainte admissible apparente au moins égale à 50 MPa dans l'équivalent de la direction longitudinale pour l'os. En effet, Reilly et al. 1974 ont déterminé une valeur de résistance à la compression de 200MPa dans cette direction pour un os long. La proportion d'os cortical dans un os long pouvant être estimée à 25 %, une résistance de 50MPa est considérée ici.
- contrainte admissible apparente d'au moins 25 MPa dans l'équivalent des directions transversales pour l'os. En effet, Reilly et al. 1974 ont défini une résistance de l'os cortical dans sa direction transverse égale à la moitié de sa résistance dans la direction longitudinale.
- contrainte locale maximale au niveau du motif inférieure à  $\sigma_{ad} = \sigma_Y / k$ , où  $\sigma_Y$  correspond à la limite élastique du titane grade 2 et  $k = 1,5$  correspond à un coefficient de sécurité
- Toutes les porosités de la structure interconnectées
- Une taille de pore minimale de 100 $\mu$ m afin de permettre la colonisation de l'implant par l'os, définie par Xue et al. 2007.
- Un taux de porosité compris entre 50 et 70% conseillé par Otsuki et al. 2006.
- Le motif doit permettre de paver l'espace tri dimensionnel

## 2. Définition et optimisation du motif

La conception du motif a été effectuée à l'aide du logiciel SolidWorks. Dans un premier temps, seuls les critères concernant la taille des pores, le taux de porosité, le caractère anisotrope et la condition de pavage de l'espace ont été pris en compte.

Le motif est de type filaire, et comme on peut le constater sur le schéma de la figure III-8, les branches du motif ont été orientées de façon à obtenir une anisotropie de ses propriétés mécaniques. Ainsi, comme dans le cas de l'os cortical humain, le motif possède une direction privilégiée. L'orientation de branches dans cette direction, notée X pour le motif, permet d'obtenir une rigidité élevée lors d'une sollicitation dans cette direction. L'os humain étant plus souple dans ses directions transverses, nous avons décidé de placer trois ou six branches dans le plan YZ, ce qui donne un assemblage d'astérisques lorsque le motif est répété dans ce plan. Ceci conduit à des propriétés mécaniques plus faibles que dans la direction X car les branches sont inclinées. L'enveloppe du motif est parallélépipédique, ce qui permet en le répétant, de paver l'espace tridimensionnel. De plus, la conception « filaire » du motif supprime quasiment la notion de « pores ». On a alors à faire à une architecture très ouverte constituée principalement de canaux qui s'entrecroisent.

Dans notre procédure de conception, les paramètres PX, PY, PZ sont les dimensions extérieures du motif.  $\alpha$  définit l'angle entre les branches de l'astérisque à six branches et  $\beta$  celui des astérisques à trois branches. Syz est la section des poutres situées dans le plan YZ et Sx la section des poutres parallèles à l'axe X. Ces différents paramètres sont visibles sur la figure III-8. Ils doivent être ajustés afin d'approcher les propriétés mécaniques de l'os humain. On remarque sur la figure III-8 que le motif élémentaire dispose de trois plans de symétrie symbolisés par les lignes bleues. Ceci est dû au fait qu'il doit permettre le pavage de l'espace tridimensionnel par sa répétition dans les directions X, Y et Z. La présence de ces symétries permettent d'effectuer les calculs sur un huitième de motif uniquement, ce qui simplifie la modélisation.

Il est bien connu qu'en mécanique des milieux élasto- plastiques le facteur d'échelle est absent. Par conséquent, les simulations peuvent être effectuées à une échelle différente de la réalité. Ceci nous permet, avant de fixer les dimensions réelles, de jouer sur les rapports entre les différentes dimensions. Cependant, les paramètres mettant en relation ces dimensions doivent être bornés afin de limiter le nombre de simulations. Les relations suivantes sont utilisées :

$$PZ = aPY \quad a=[0,5 ; 2]$$

$$PX = bPY \quad b=[0,5 ; 2]$$

$$\text{Somme des } Sx = cPYPZ \quad c=[0,1 ; 0,4]$$

$$Syz = dSx \quad d=[0,5 ; 2]$$

Sx étant la section des branches orientées dans la direction X et Syz la section des branches orientées dans le plan YZ.

$$Hy = f Hx \quad f=[0,5 ; 2]$$

$$Hy = g(2Hz)$$

Hx, Hy et 2Hz étant les dimensions des pores dans différentes directions.

Les gammes de variations des angles  $\alpha$  et  $\beta$  sont les suivantes:

$$\alpha=[30,80^\circ]$$

$$\beta = [30 ; 180^\circ]$$

Des simulations de compression et de cisaillement dans les trois directions principales sont alors réalisées tout en faisant varier les paramètres définis ci-dessus dans les gammes de valeurs indiquées. Un huitième du motif est modélisé compte tenu des symétries existantes. Les conditions aux limites appliquées seront présentées plus loin dans le texte lors de la modélisation du motif final.

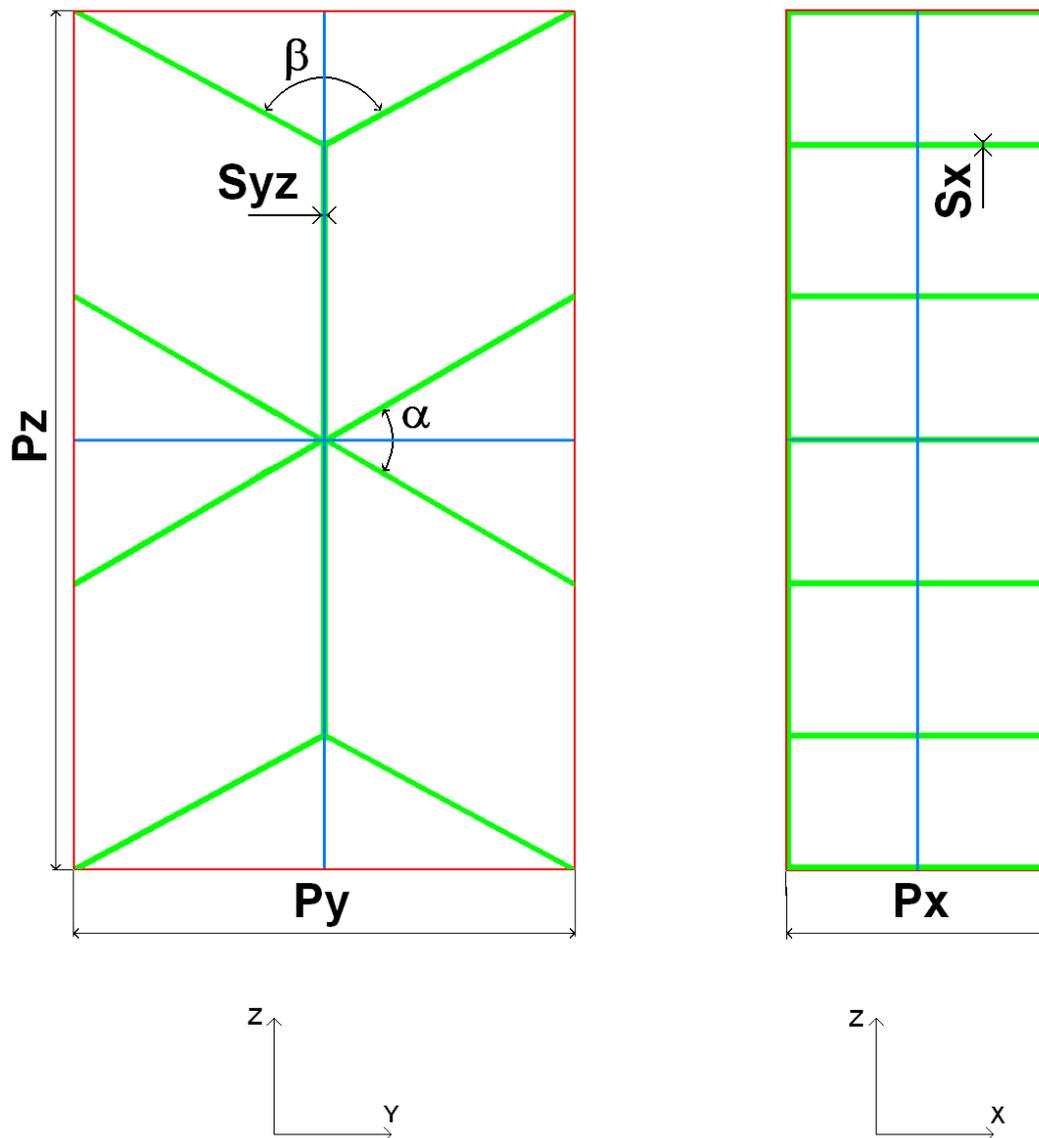


Figure III-8 : Schématisation du motif élémentaire filaire. Les lignes rouges délimitent l'extérieur du motif, les lignes bleues symbolisent ses plans de symétrie.

La phase d'optimisation du motif a été réalisée grâce au logiciel de calculs par éléments finis MSC MARC. Le motif élémentaire a été maillé à l'aide d'éléments à une dimension pour lesquels il est aisé de faire varier la section. Pour des raisons de simplicité la section des poutres est définie comme étant circulaire, en première approximation.

Nous définissons dans un premier temps les paramètres permettant d'obtenir l'isotropie transverse désirée sur les astérisques composant le motif. Un astérisque à six branches se trouve au milieu du motif élémentaire. L'angle  $\alpha$  est fixé à  $60^\circ$  ce qui permet d'obtenir, grâce à la répartition régulière des poutres, une isotropie transverse selon les directions Y et Z. L'angle  $\beta$  est fixé à  $120^\circ$  pour la même raison.

Pour obtenir ensuite l'isotropie transverse sur le motif élémentaire complet, il est nécessaire de fixer le rapport  $a = PZ/PY$ .

Après les simulations, il s'avère qu'un rapport de 1,735 doit être utilisé.

Le paramètre  $c$  relie la section des poutres orientées dans la direction  $X$  à l'aire du motif dans le plan  $YZ$ . Il a donc une influence importante sur le module d'Young du motif selon la direction  $X$ . Un rapport  $c=0,226$  permet d'obtenir un compromis convenable entre le module d'Young (qui doit s'approcher au mieux de celui de l'os dans sa direction longitudinale) et la résistance du motif dans la direction  $X$ .

Les paramètres  $b$  et  $d$  influent directement sur le rapport d'anisotropie entre la direction  $X$  et les deux autres directions. Après simulation, les paramètres  $b$  et  $d$  sont fixés respectivement à 0,73 et 0,63.

Ce travail d'optimisation a permis de définir des relations entre toutes les dimensions caractéristiques du motif élémentaire. Il est ensuite nécessaire de définir les dimensions réelles du motif. Pour cela nous nous basons sur deux critères. Le premier concerne les dimensions que doivent avoir les pores afin de permettre une bonne ostéointégration des implants. Parallèlement à cela nous cherchons à définir des sections de branches assez importantes pour que la précision du procédé de fabrication en permette la réalisation.

La partie suivante fait référence aux calculs élastoplastiques réalisés sur le motif élémentaire final. Il s'agit donc de calculs représentant, avec beaucoup plus de précision que le modèle unidimensionnel, les propriétés mécaniques du motif en titane poreux. Sera présentée ici de façon détaillée la méthode d'obtention des propriétés élastoplastiques, qui a aussi été utilisée lors de l'optimisation du motif filaire. Tout comme lors de la phase d'optimisation, en tenant compte des symétries du motif élémentaire représentées par les traits mixtes sur la figure III-9, il est suffisant de réaliser les simulations sur son huitième uniquement.

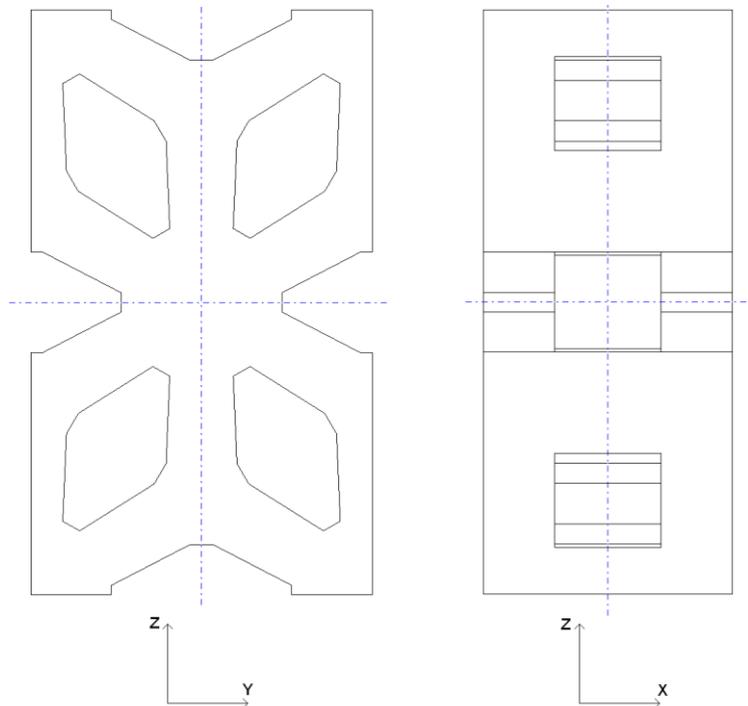


Figure III-9 : Schéma 2D du motif élémentaire et de ses plans de symétrie

La portion de motif est maillée et les mêmes simulations que celles réalisées précédemment sont effectuées sur ce modèle afin d'obtenir les propriétés mécaniques de façon plus précise. La figure III-10 représente une vue 3D du maillage du huitième du motif élémentaire, composé exclusivement d'éléments hexaédriques et pentaédriques.

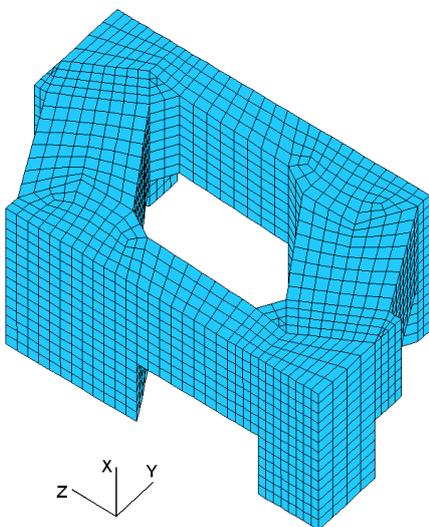


Figure III-10 : Maillage d'un huitième du motif élémentaire

La vérification concerne à la fois les propriétés élastiques et plastiques du motif. Ainsi, les simulations suivantes ont été effectuées en parallèle afin de connaître la résistance du motif et l'ensemble des constantes élastiques dans les trois directions principales. Les dimensions des branches du motif sont ajustées après chaque simulation jusqu'à l'obtention de propriétés optimales.

La méthode utilisée pour déterminer les propriétés élastoplastiques du motif est présentée ici uniquement dans la direction X pour le module d'Young, les coefficients de Poisson et la résistance, et dans le plan XY pour le module de cisaillement. Les propriétés mécaniques dans les autres directions ont été déterminées de la même façon en permutant les faces sur lesquelles sont appliquées les conditions aux limites.

La figure III-11 présente la mise en place des conditions de symétries appliquées au modèle dans le cas d'un chargement dans la direction X. Les faces apparaissant en bleu sont celles pour lesquelles les nœuds ont été couplés afin que les faces restent planes durant le mouvement. Un chargement de compression simple a été appliqué dans la direction X afin d'obtenir le module d'Young équivalent du motif dans cette direction. Après la simulation, la valeur de déplacement de la face sur laquelle est imposé le chargement est relevée et la déformation est calculée. Grâce à la valeur de l'effort appliqué pour cette déformation et à la section équivalente du motif dans le plan YZ il est possible de déterminer le module d'Young apparent. Les coefficients de Poisson sont calculés en comparant les valeurs de déformations transversales à la déformation longitudinale.

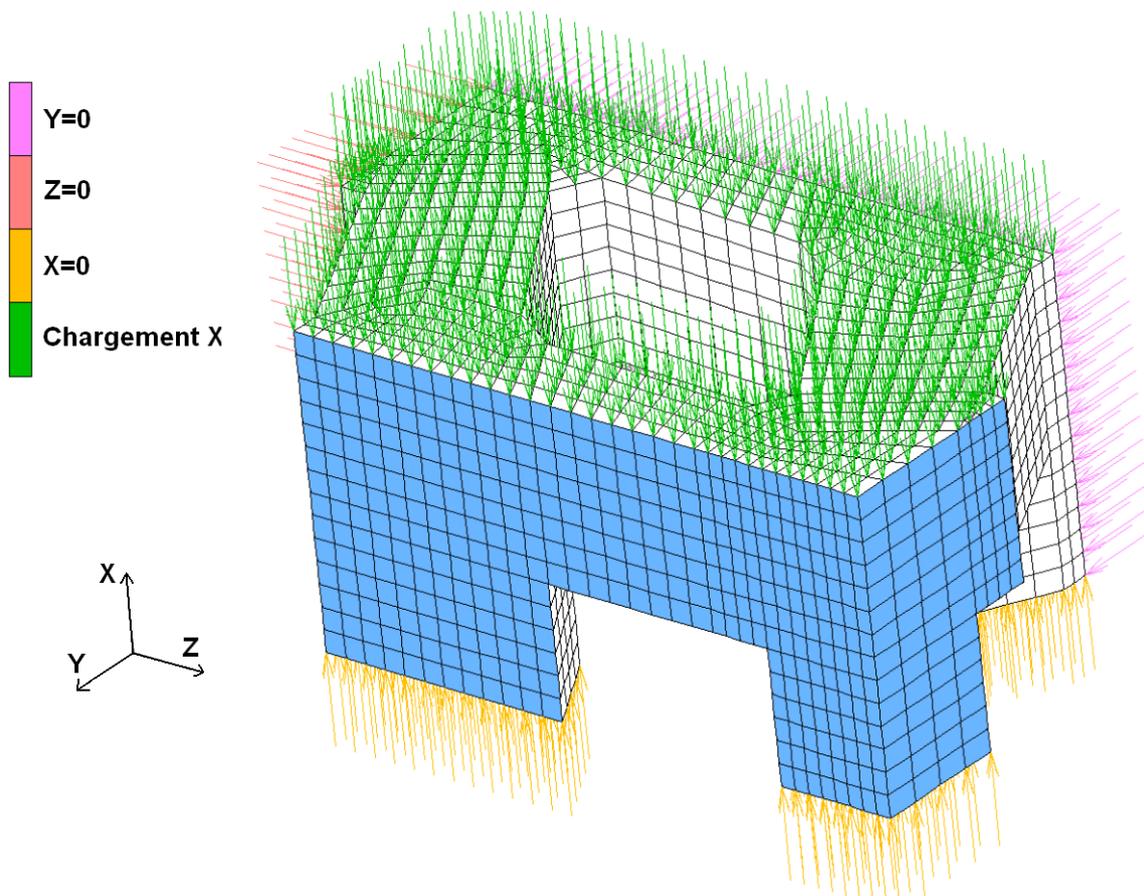


Figure III-11 : Chargement selon X

Les modules de cisaillement ont également été obtenus en effectuant les calculs en élasticité sur le huitième de motif. La figure III-12 représente la façon dont les simulations ont été effectuées dans le cas du calcul de  $G_{xy}$ . Un chargement en cisaillement pur est appliqué au motif. Sur la figure on remarque que les faces en rouge sont celles pour lesquelles les nœuds ont été encastrés. La face bleue doit rester dans le plan XY. Le chargement est appliqué sur la face verte. Celle-ci reste dans le plan XZ tout au long de la simulation. Un déplacement est imposé dans la direction X.

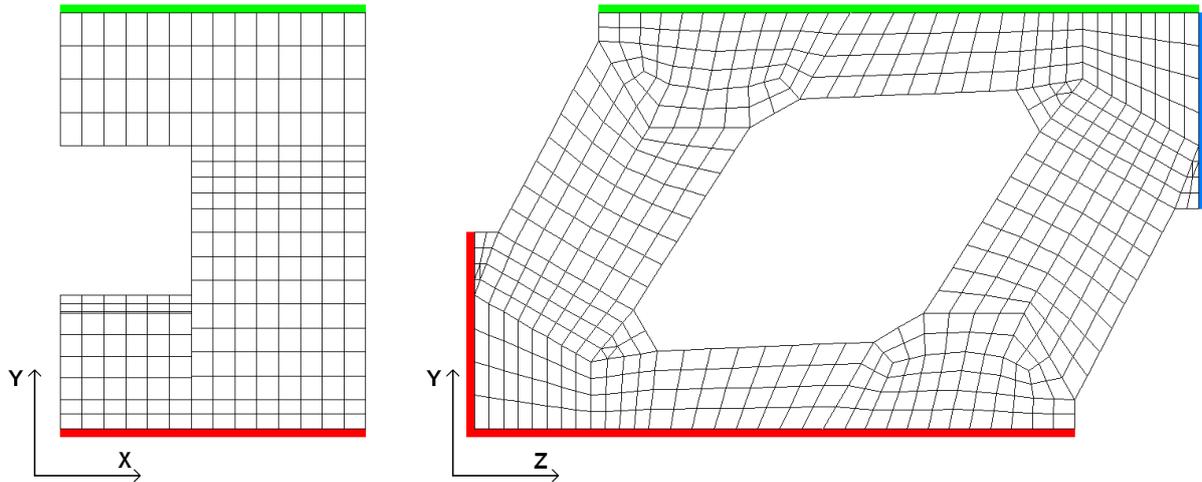


Figure III-12 : Application des conditions aux limites dans le cas du calcul de  $G_{xy}$

Le calcul de la résistance à la compression du motif dans les trois directions est réalisé de la même façon que le calcul des modules d'Young. Pour chaque cas de chargement correspondant à une contrainte équivalente apparente de 25 ou 50 MPa selon la direction, il est possible d'observer le niveau de contrainte locale maximal sur le modèle. Afin de vérifier que la résistance du motif est suffisante, nous appliquons dans l'exemple suivant selon la direction X une contrainte de 50MPa. La figure III-13 présente la répartition de la contrainte équivalente de Von Mises dans le motif élémentaire soumis à une contrainte apparente de 50MPa dans la direction X. La contrainte maximale dans ce cas est de 364MPa.

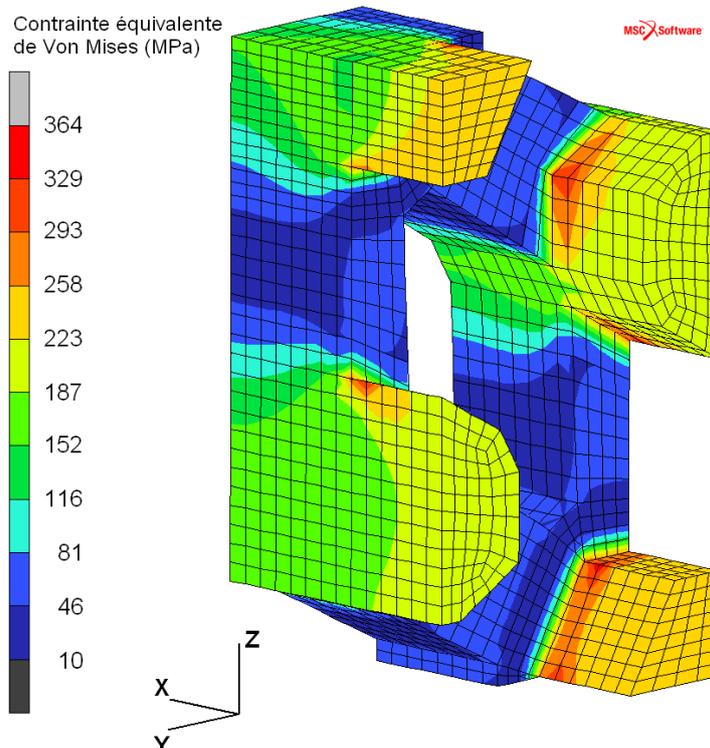


Figure III-13 : Contrainte équivalente de Von Mises sous un chargement de traction suivant X conduisant à une contrainte apparente de 50MPa dans cette direction

Après avoir effectué les simulations dans les trois directions principales du motif les contraintes maximum locales sont de 364MPa, 326MPa et 348MPa pour des chargements respectifs de 50MPa dans la direction X et 25MPa dans les directions Y et Z. Le motif travaille toujours dans le domaine élastique. En effet, la limite d'élasticité conventionnelle du titane grade 2 obtenu par SLM a été estimée à 522MPa, ce qui nous donne des coefficients de sécurité de 1,43, 1,60 et 1,5 pour les directions X, Y et Z respectivement.

Les propriétés élastiques résultantes de cette phase d'optimisation et fournies par le tableau III-5 sont supérieures à celles de l'os cortical humain. Cependant le module d'Young par exemple a été divisé par 3,7 dans la direction X et par 6.4 dans les deux autres directions par rapport à un titane plein. Le rapport entre les modules d'Young de l'os et du motif ne dépasse pas 1,56 dans le pire des cas alors qu'il atteignait 10 pour un titane massif. De plus, on retrouve un facteur d'anisotropie comparable à celui de l'os qui d'après le tableau III-5 est compris entre 1,61 et 2,18 pour la mandibule en comparant la direction X aux directions Y et Z respectivement. Egalement, une diminution plus importante des propriétés élastiques aurait été engendrée au détriment de la résistance du motif. Les résultats obtenus sont donc le compromis satisfaisant les critères de dimensionnement énoncés.

Elastic constants	Units	Pattern	Mandibule : Castaño et al., 2002 <sup>23</sup>	Os longs : Ashman et al., 1984 <sup>24</sup>
E <sub>x</sub>	(MPa)	28615	22900	20000
E <sub>y</sub>		16399	14200	13400
E <sub>z</sub>		16402	10500	12000
v <sub>xy</sub>	-	0,15	0,19	0,35
v <sub>yz</sub>		0,48	0,31	0,42
v <sub>xz</sub>		0,15	0,29	0,37
G <sub>xy</sub>	(MPa)	14087	6000	6200
G <sub>yz</sub>		8042	3700	4500
G <sub>xz</sub>		8339	4800	5600

Tableau III-5 : propriétés élastiques du motif élémentaire après la phase d'optimisation comparées à celles de l'os de la mandibule<sup>23</sup> et à celles des os longs<sup>24</sup>

Les propriétés élastiques du motif et sa résistance étant satisfaisantes, ses dimensions sont alors figées. La figure III-14 est un schéma du motif théorique après la phase d'optimisation. Le taux de porosité obtenu est de 53%.

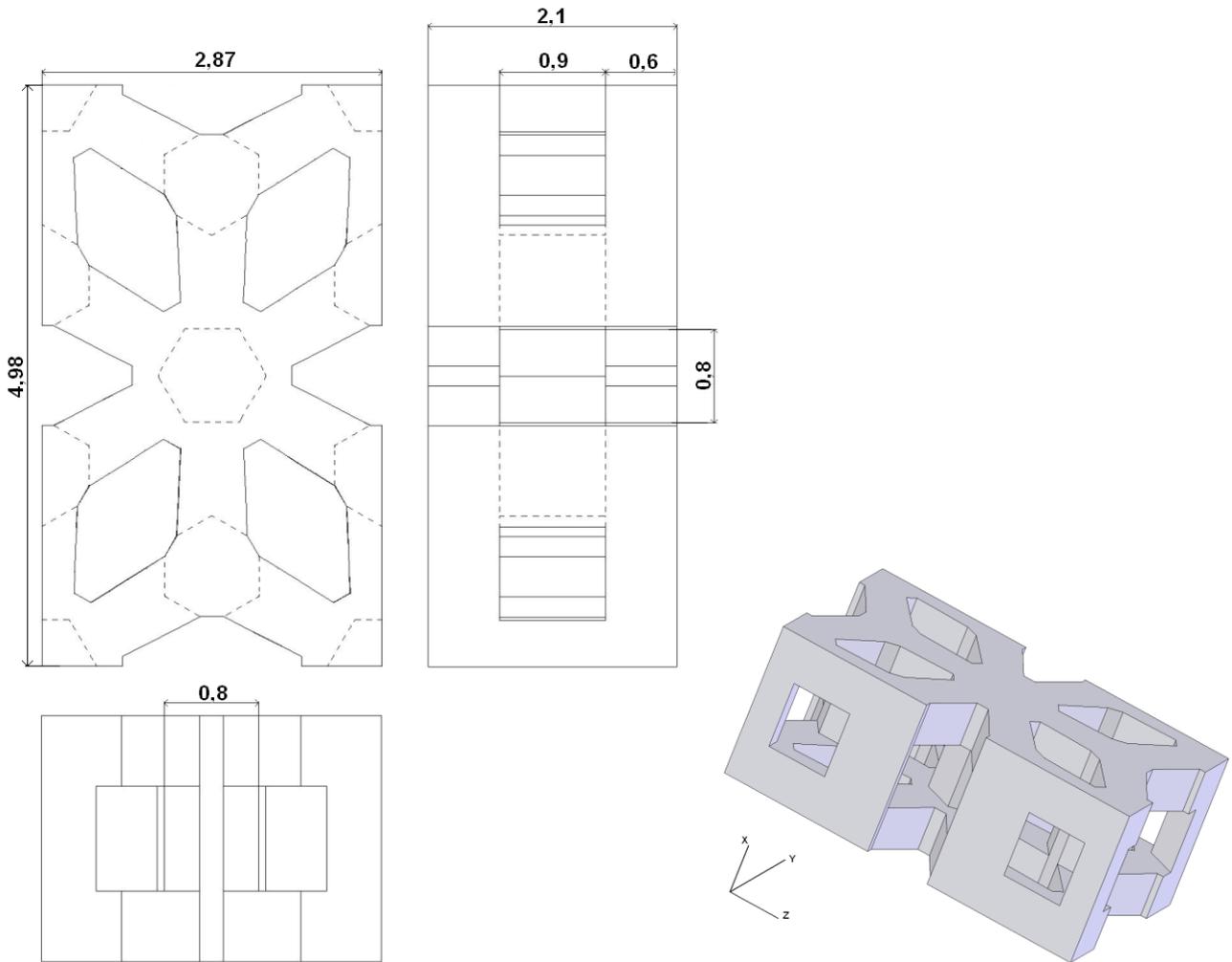


Figure III-14 : Schéma du motif théorique après la phase d'optimisation et représentation en 3D

## C. Propriétés mécaniques de la structure poreuse

### 1. Essais de traction

#### a. définition des éprouvettes de traction

Afin de connaître le comportement réel de la structure poreuse qui a été développée dans la partie précédente nous avons décidé de fabriquer des éprouvettes de traction. La zone utile des éprouvettes est constituée de quatre motifs élémentaires dans la direction de traction et d'au moins deux dans les autres directions. Trois types d'éprouvette sont conçus comme on peut le voir sur la figure III-15. Chaque type correspond à une orientation différente du motif élémentaire. Ceci permet de tester le motif dans ses trois directions principales comme cela a été effectué lors des modélisations.

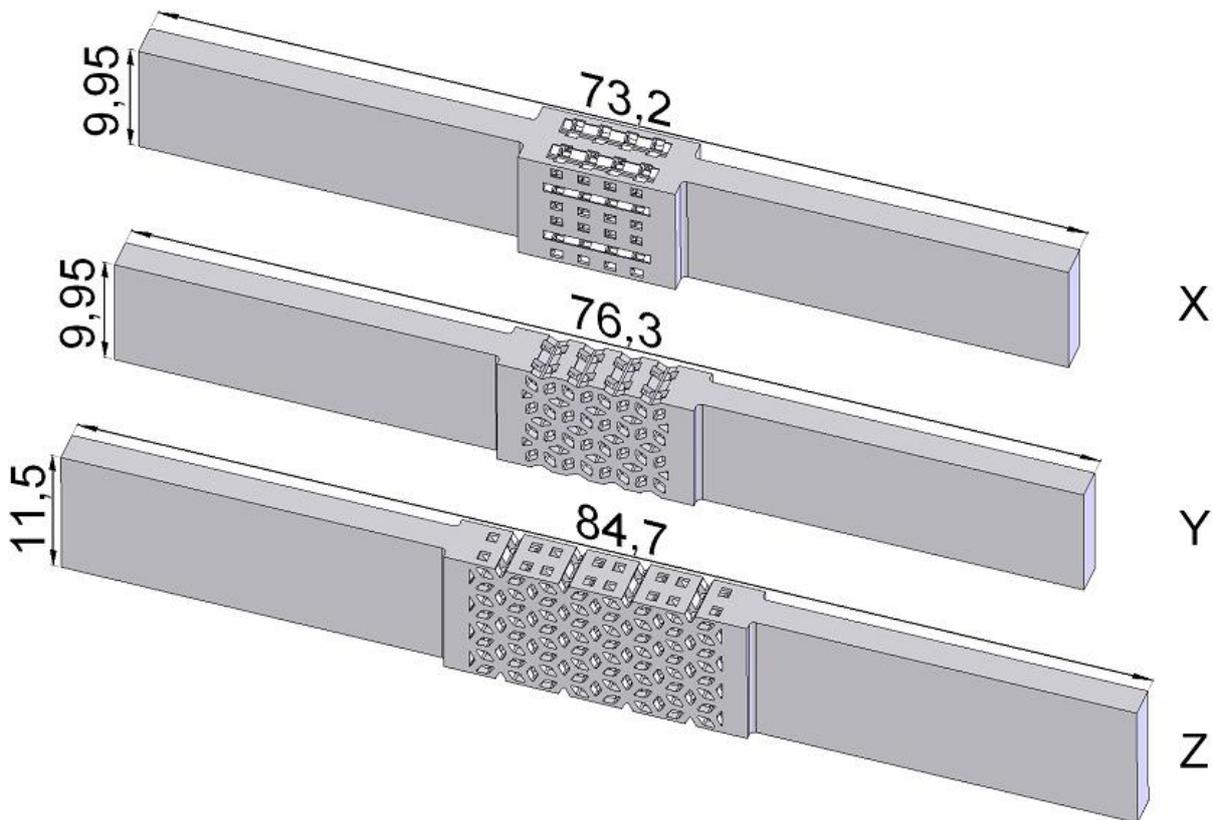


Figure III-15 : Représentation 3D des trois types d'éprouvettes de traction poreuses

#### b. réalisation des essais de traction

Les essais sont réalisés sur la machine de traction/compression Instron 5866 qui a été utilisée pour la détermination des propriétés élastoplastiques du titane grade 2 obtenu par SLM. Les mêmes conditions d'essai sont adoptées : la mesure de la déformation est effectuée grâce au système de vidéotraction de marque Apollor®, et les essais ont été effectués à température ambiante à une vitesse de déformation quasi-statique de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Les éprouvettes ont été peintes en noir et des points blancs ont été marqués sur les parties en titane plein bordant la partie utile poreuse. Ces points sont repérés par le système de vidéotraction et permettent la mesure de la déformation et le contrôle de la vitesse de déformation. La figure III-16 montre une éprouvette mise en place dans les mors de la machine de traction.



Figure III-16 : Photographie d'une éprouvette de traction mise en place dans les mors de la machine de traction, avant essai

Les points ne se trouvent pas sur la partie utile, la déformation mesurée n'est donc pas celle de la zone poreuse. Il faut donc corriger la déformation mesurée afin de retrouver la déformation réelle de la zone utile poreuse. La figure III-17 indique comment sont placés les points servant à la vidéotraction. La différence de rigidité entre la partie poreuse et la partie pleine sur laquelle sont positionnés les points engendre une erreur au niveau de la mesure de la déformation.

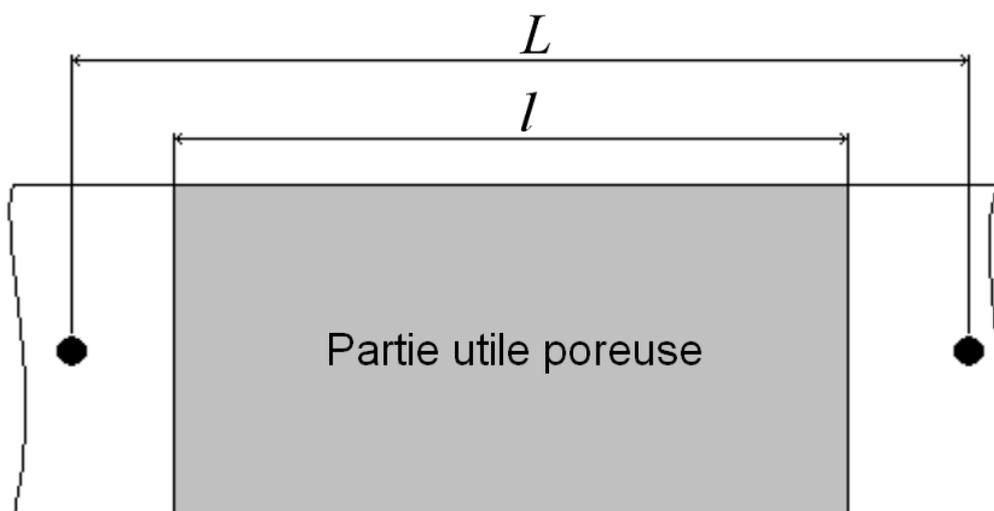


Figure III-17 : Schéma du positionnement des points servant à la vidéotraction

Comme on le remarque sur la figure III-17, les éprouvettes poreuses peuvent être représentées par trois volumes associés en série ayant chacun sa propre rigidité.

$L_0$  et  $L$  sont les valeurs initiale et actuelle de la distance entre les points servant à la vidéo traction.

$l_0$  et  $l$  sont les longueurs initiale et actuelle de la partie poreuse.

En considérant l'hypothèse des petites déformations pour les parties pleines entourant la zone poreuse, il est possible de calculer la raideur à prendre en compte lors de la correction de la déformation :

$$K = \frac{ES_0}{L_0 - l_0}$$

Dans cette expression,  $E$  est le module d'Young du titane plein et  $S_0$  est l'aire initiale de la section de l'éprouvette.

L'équilibre de l'éprouvette soumise à la force de traction  $F$  permet de calculer l'allongement de la partie pleine :

$$u = \frac{F}{K}$$

La longueur actuelle de la partie poreuse peut être calculée grâce à la distance actuelle entre les points de mesure et à la force de traction appliquée à l'éprouvette.

$$l = L - L_0 + l_0 - \frac{F}{K}$$

La déformation de la partie poreuse peut alors s'écrire:

$$\varepsilon = \ln\left(\frac{l}{l_0}\right) = \ln\left(\frac{L - L_0 + l_0 - \frac{F}{K}}{l_0}\right)$$

Les déplacements transversaux n'ont pas été mesurés. De plus, l'hypothèse de la conservation du volume ne peut pas être appliquée pour des matériaux poreux. Il est donc impossible dans notre cas de calculer la contrainte vraie de Cauchy. Nous avons donc calculé la contrainte nominale:

$$\sigma = F / S_0$$

qui a été utilisée pour tracer les courbes contrainte-déformation pour chaque éprouvette.

Les courbes contrainte-déformation pour les essais réalisés sur les éprouvettes de type X, Y et Z apparaissent respectivement sur les figures III-18, III-19 et III-20.

La figure III-18 présente les essais de traction dans la direction X selon laquelle la structure poreuse est la plus rigide. On remarque sur la partie linéaire des courbes contrainte-déformation que le signal est fortement perturbé. Cela provient de la mesure de la déformation par la vidéotraction. En effet, comme nous l'avons remarqué pour les éprouvettes qui ont servi à caractériser le titane grade 2, ce moyen de mesure n'est pas très adapté pour les matériaux très rigides. La partie plastique des trois courbes quant à elle est très propre.

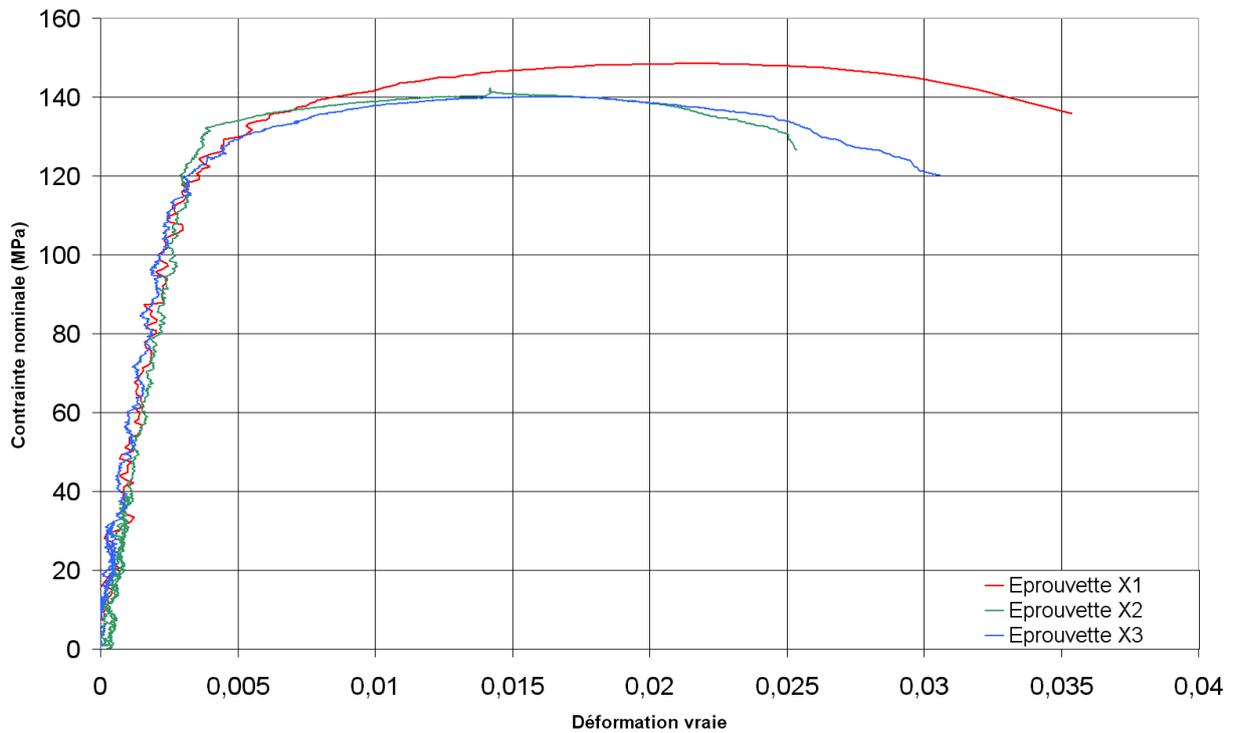


Figure III-18 : Courbes contrainte-déformation pour les trois éprouvettes de type X

Les courbes des essais dans les directions Y et Z, et donc les plus souples, sont bien moins perturbées que les essais dans la direction X. En effet la souplesse de la structure dans ces deux directions fait que l'allongement de l'éprouvette est plus important, et donc la mesure de la déformation par la vidéotraction est plus aisée.

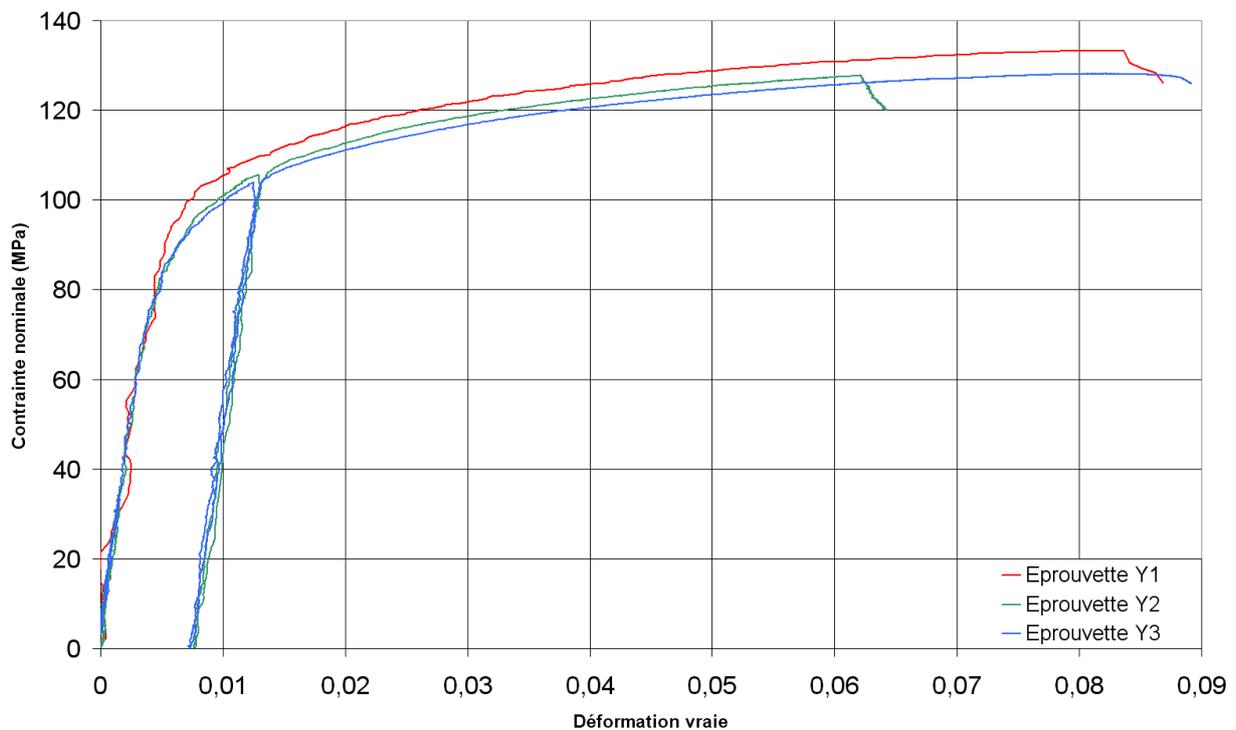


Figure III-19 : Courbes contrainte-déformation pour les trois éprouvettes de type Y

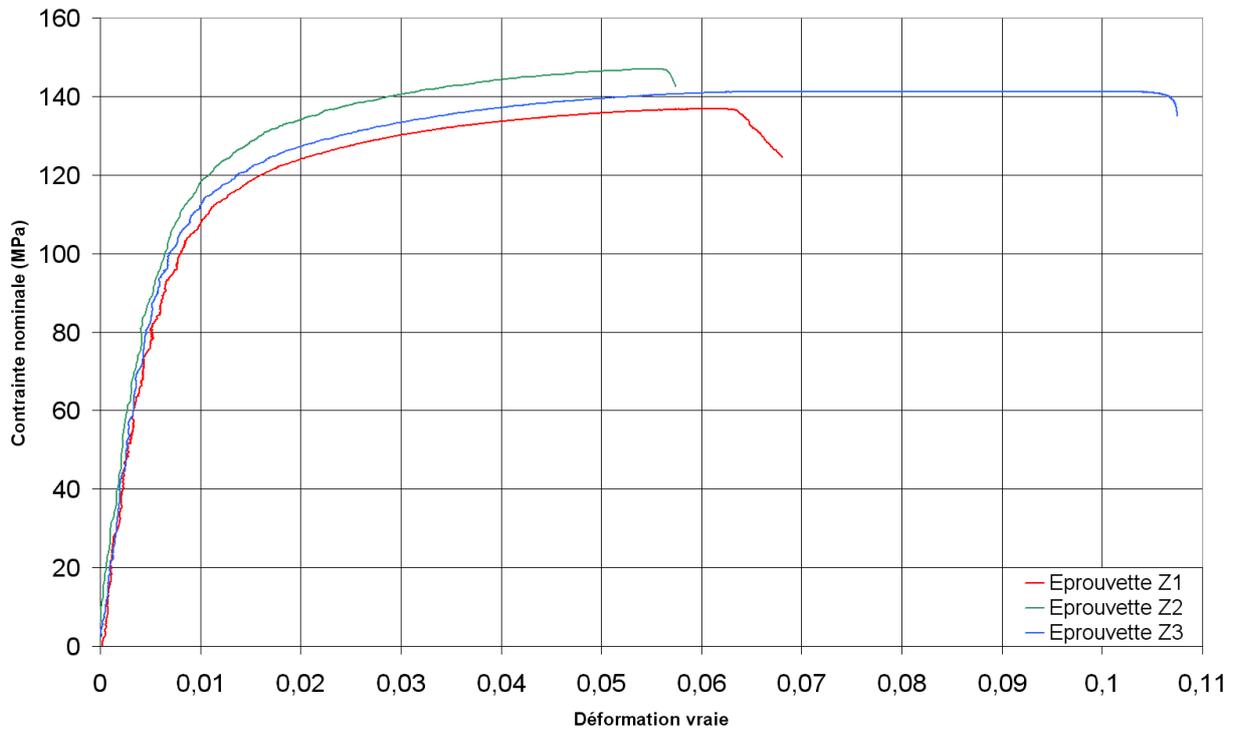


Figure III-20 : Courbes contrainte-déformation pour les trois éprouvettes de type Z

	SLM CPPTi			Cortical bone (Cowin, 1989) <sup>25</sup>			
	X (Long.)	Y (Trans.)	Z (Trans.)	Tension		Compression	
				Long.	Trans.	Long.	Trans.
E théorique (MPa)	28615	16399	16402	17400	9600	17400	9600
E (MPa)	37887±1388	17987±1227	15824±566	17400	9600	17400	9600
R <sub>p0,2</sub> (MPa)	133,3±1,9	96,2±5,3	110,5±4,1	115	-	182	121
R <sub>m</sub> (MPa)	143,6±3,6	129,8±2,5	141,7±4,1	133	51	195	133
A%	3,0±0,5	7,8±1,4	7,7±2,7	2,93	3,24	2,20	4,62

Tableau III-6 : Propriétés élastoplastiques des éprouvettes poreuses déterminées expérimentalement et comparées aux données de Cowin (1989)<sup>25</sup>.

En comparant les valeurs de modules d'Young obtenus grâce à ces essais de traction à ceux obtenus suite aux calculs sur le motif élémentaire, nous observons quelques différences. En effet, d'après le tableau III-6 les modules d'Young selon les directions Y et Z sont assez proches de ceux estimés. Des différences respectives de 9,7% et de -3,5% sont à noter par rapport aux valeurs théoriques. La plus grande différence est visible selon la direction X. En effet une déviation de 32,4% est présente par rapport au module d'Young visé. Cette grande différence s'explique par la forme particulière des éprouvettes de traction poreuses. Le rapport L/l (figure III-17) est le plus important pour ce type d'éprouvettes. Ceci engendre une erreur de mesure de la déformation très importante à cause de la partie en titane plein. La valeur apparente du module d'Young est donc surestimée.

La limite élastique de nos échantillons est supérieure à celle de l'os en traction. L'os a un meilleur comportement en compression et on peut remarquer que sa limite élastique, peut importe la direction, est supérieure à celle de nos éprouvettes.

Les valeurs de résistance dépendent du type d'éprouvette et donc de la direction selon laquelle le motif est sollicité. En comparant ces valeurs à celles de l'os humain, on remarque que la résistance des éprouvettes est plus élevée que celle de l'os en traction quelque soit la direction de sollicitation. En revanche, en compression, l'os possède une résistance bien plus importante que nos éprouvettes dans la direction longitudinale. La valeur dans la direction transversale est comparable à celles de nos éprouvettes.

L'allongement à rupture des éprouvettes poreuses est supérieure à celui de l'os dans les directions Y et Z, et comparable dans la direction X. Ces valeurs sont faibles pour un matériau comme le titane. Ceci est dû à la rugosité importante engendrée par le SLM. En effet, chaque branche de la structure peut être assimilée à une poutre entaillée. Les concentrations de contrainte font donc chuter la valeur de l'allongement à rupture.

## 2. Dimensionnement des implants en titane poreux

Nous avons conçu un motif élémentaire permettant de créer une structure poreuse dont les propriétés mécaniques ont été vérifiées grâce à des essais de traction. Nous souhaitons pouvoir prédire le comportement des implants qui posséderont cette structure particulière. Pour cela les éprouvettes de traction utilisées dans le paragraphe précédent vont être modélisées. Nous allons ensuite nous pencher sur le développement d'un critère de rupture qui nous permettra de dimensionner les implants en titane poreux.

### a. modélisation des éprouvettes

Avant de modéliser chaque type d'éprouvette en éléments finis, celles-ci ont été observées grâce à un tomographe afin de connaître leur géométrie réelle. En effet, le SLM engendre un surplus de matière qu'il est utile de prendre en compte lors de ces simulations. La figure III-21 est une image d'une coupe d'une partie d'une éprouvette obtenue par tomographie. Le motif numérique est superposé à cette image avec ses dimensions théoriques.

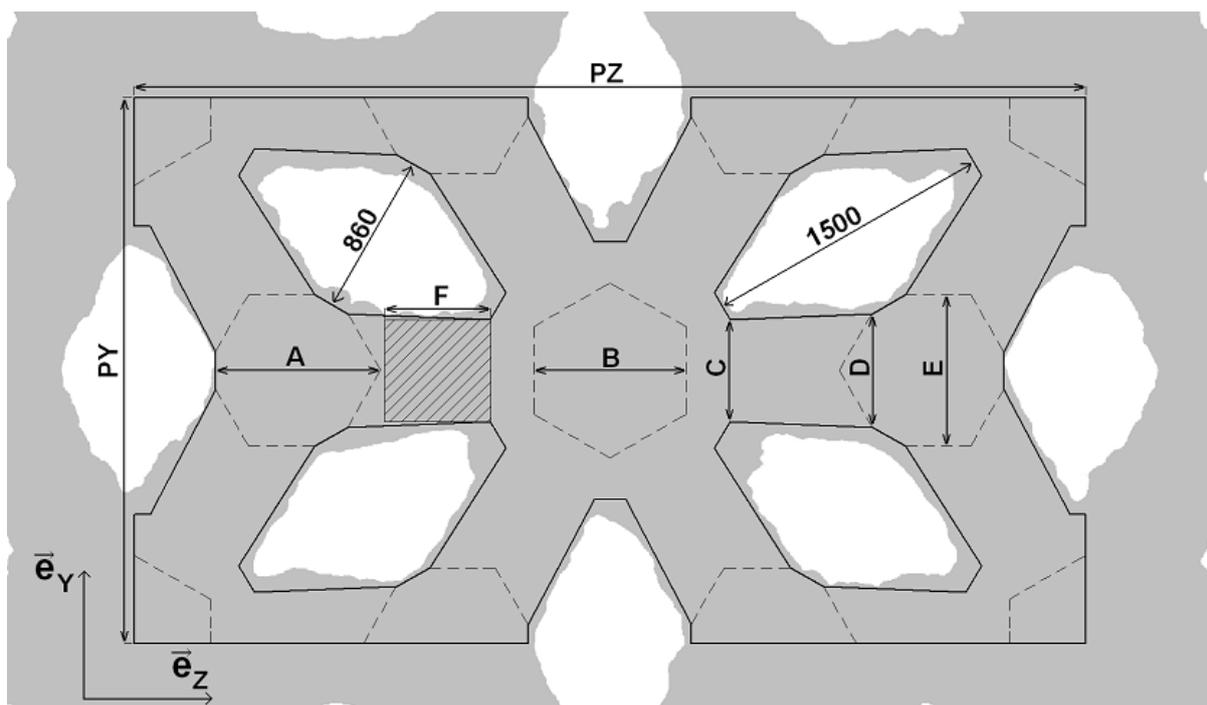


Figure III-21 : Motif théorique et ses dimensions, superposé à une image du motif obtenue par tomographie

Trente mesures sur les différentes éprouvettes ont été effectuées afin de comparer les dimensions théoriques et réelles du motif élémentaire. Le tableau III-7 donne les dimensions théoriques ainsi que les moyennes des dimensions réelles du motif. L'erreur entre ces valeurs est indiquée dans la dernière colonne. On remarque que les dimensions réelles de l'enveloppe du motif selon X et Z sont légèrement inférieures, mais comparables aux dimensions théoriques. La dimension réelle selon Y quant à elle est plus faible avec une différence de 2.65% par rapport à la théorie. Les dimensions des poutres, notées A, B, C, D, E et F sur la figure III-21 et le tableau III-7 sont, elles aussi, mesurées. Elles sont supérieures aux dimensions théoriques souhaitées. Ceci engendre une diminution de la porosité du motif et une augmentation de sa raideur.

		Théorique ( $\mu\text{m}$ )	Moyenne expérimentale ( $\mu\text{m}$ )	Erreur relative (%)
Dimensions extérieures	PX	2100	2093	-0,33
	PY	2870	2794	-2,65
	PZ	4980	4961	-0,38
Dimensions des poutres	A	860	883	+2,67
	B	800	821	+2,63
	C	530	561	+5,85
	D	600	631	+5,17
	E	800	821	+2,63
	F	600	621	+3,50

Tableau III-7 : Dimensions théoriques et réelles du motif élémentaire

Les dimensions du modèle du motif sont donc modifiées en conséquence. Sa porosité initiale de 53% est portée à 48% suite à l'augmentation des sections des poutres qui le composent. Les trois types d'éprouvettes sont modélisés en utilisant ce nouveau motif. Comme on peut le voir sur la figure III-22 ces éprouvettes disposent de plans de symétrie qui permettent de limiter le maillage à leur huitième.

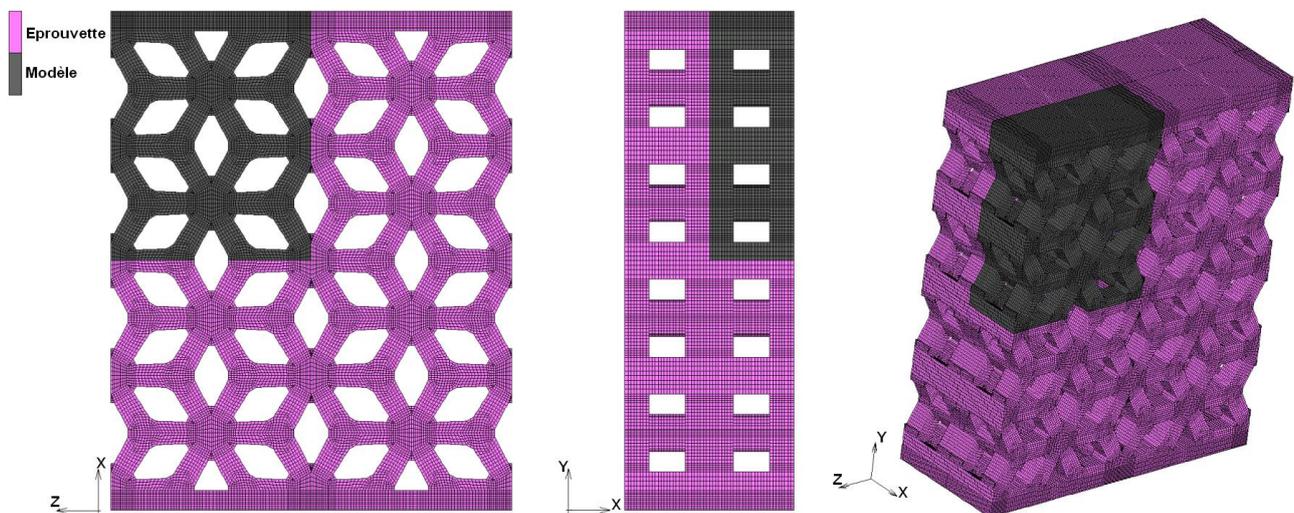


Figure III-22 : Visualisation de la prise en compte des symétries pour la réalisation du modèle (exemple pour l'éprouvette de type Y)

Le huitième de chaque type d'éprouvette est donc maillé en éléments finis. La partie mors des éprouvettes n'est pas modélisée. Une épaisseur de 1mm de partie pleine accolée à la structure poreuse est considérée, ce qui correspond à la distance entre le début de la zone poreuse et le centre du point servant à la vidéotraction sur les éprouvettes. Les conditions de symétries ainsi que les conditions aux limites simulant la partie mors des éprouvettes sont appliquées.

Les propriétés élastiques ainsi que la loi d'écrouissage utilisées dans le modèle proviennent des essais de traction réalisés sur les éprouvettes qui ont permis de caractériser le procédé SLM. Les propriétés des éprouvettes L ont été utilisées car leur section utile était de meilleure qualité que celles des éprouvettes B et H. Les résultats obtenus grâce à ces éprouvettes sont donc plus représentatifs du comportement du titane composant les éprouvettes poreuses. Le titane étant isotrope, uniquement son module d'Young de 100GPa et le coefficient de Poisson de 0,3 ont été utilisés. La figure III-23 représente la courbe d'écrouissage provenant des essais de traction sur les éprouvettes L. La limite élastique est de 375MPa. Elle correspond à la première perte de linéarité et non pas à la limite conventionnelle énoncée dans le chapitre précédent.

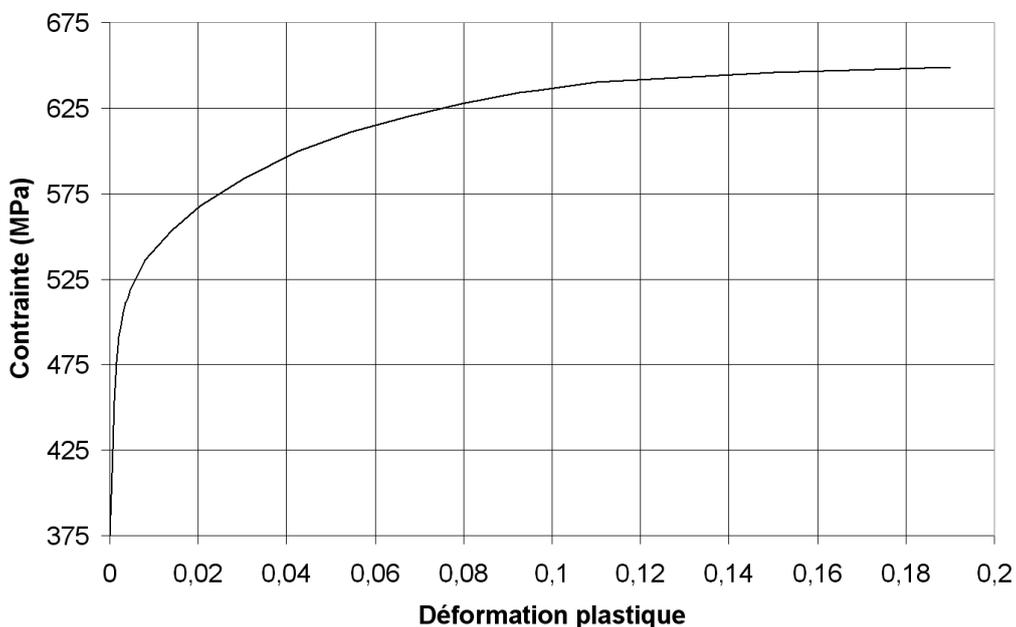


Figure III-23 : Courbe d'écrouissage issue des essais de traction sur les éprouvettes L

Les simulations ont été effectuées jusqu'à une déformation des éprouvette du même ordre de grandeur que l'allongement à la rupture des éprouvettes réelles. Le tableau III-8 liste les propriétés élastoplastiques des trois types d'éprouvettes obtenues par la simulation. La valeur  $E^{\max}$  correspond à la déformation au niveau de contrainte maximum. Cette valeur est donnée car il est impossible de connaître l'allongement à la rupture avec la simulation. En effet, nous n'avons pas entré de critère pour la rupture du matériau dans notre modèle.

	Eprouvette		
	X	Y	Z
Module d'Young expérimental (MPa)	37890±1390	17990±1230	15820±570
Module d'Young (MPa)	29460	17000	17080
R <sub>p0.2</sub> (MPa)	125	88	101
R <sub>m</sub> (MPa)	143	136	140
E <sup>max</sup>	3,0	12,5	9,1

Tableau III-8: Module d'Young obtenu grâce aux essais de traction et propriétés élastoplastiques obtenues par la simulation des éprouvettes poreuses

Les modules d'Young selon les directions Y et Z sont proches de ceux obtenus par les essais de traction, avec des différences respectives de 5,5% et 8%. La différence dans la direction X de 22,2% est bien plus élevée que dans les deux autres directions. Cela confirme l'hypothèse faite à propos du tableau III-6 selon laquelle l'estimation du module d'Young dans la direction X des éprouvettes de traction est faussée à cause du rapport L/l.

Les limites élastiques conventionnelles obtenues par la simulation, bien que légèrement plus faibles, sont en accord avec les valeurs des essais de traction.

La résistance des différents types d'éprouvettes est très proche de la réalité avec une erreur maximale de 4,6%. Ceci est dû au fait que la mesure de la déformation n'entre pas en compte pour la détermination de ces valeurs. L'erreur liée au rapport L/l n'intervient donc pas.

## b. définition d'un critère de rupture

Le motif qui a été conçu lors de ce travail est une structure filaire. Les états de contraintes simples au sein de chaque poutre peuvent être de la traction/compression, du cisaillement, ou de la flexion. La réalisation des essais de traction a montré que les éprouvettes ont toutes subi une rupture ductile. Il est donc envisageable d'identifier un critère de rupture simple pour le dimensionnement des substituts poreux.

Des quantités scalaires telles que la contrainte de Von Mises, la déformation plastique équivalente, la contrainte principale et la déformation plastique locales ont été analysées pour des déformations apparentes correspondant à la rupture des éprouvettes de traction. La comparaison des données numériques et expérimentales montre que la déformation plastique équivalente de Von Mises paraît la plus adaptée pour la définition du critère de rupture.

En effet, le critère suivant a été proposé :

$$\varepsilon_{VM}^p \leq \varepsilon_{cr}^p$$

où  $\varepsilon_{cr}^p = \varepsilon_{max}^p$  est la déformation plastique équivalente à la contrainte maximale pour le titane fabriqué par SLM. Nous avons remarqué que la rupture au niveau expérimental s'opère lorsque toute la section d'une branche, dans le modèle, dépasse ce niveau de déformation plastique. Tout comme dans la section III.3.2.1., la valeur obtenue pour les éprouvettes L est utilisée :

$$\varepsilon_{cr}^p = 0,11.$$

Le bon fonctionnement du critère proposé est illustré sur les figures III-24 et III-25. La première permet de confronter les courbes des essais de traction expérimentales et numériques. Le chargement pour lequel la déformation plastique critique apparaît dans la section entière d'une branche est indiqué grâce à des cercles rouges. Nous constatons sur cette figure que les ruptures expérimentales et numériques sont très proches. La seconde figure montre la cohérence entre les iso-surfaces  $\varepsilon_{VM}^p = 0,11$  et les faciès de rupture observés grâce au microscope 3D (InfiniteFocus, Alicona, Autriche). Les images X, Y et Z concernent les trois essais de tractions numériques et expérimentaux sur les éprouvettes poreuses. Les prédictions de la déformation plastique équivalente suite aux simulations numériques apparaissent sur la gauche de la figure. A droite on trouve les faciès de rupture des branches correspondantes. Cette figure permet de confirmer, d'après les trois types d'échantillons, que les formes des faciès de rupture et des iso-surfaces  $\varepsilon_{VM}^p = 0,11$  concordent. Ces deux figures et ces conclusions permettent de confirmer la pertinence d'un tel critère de rupture pour cette structure filaire en titane poreux.

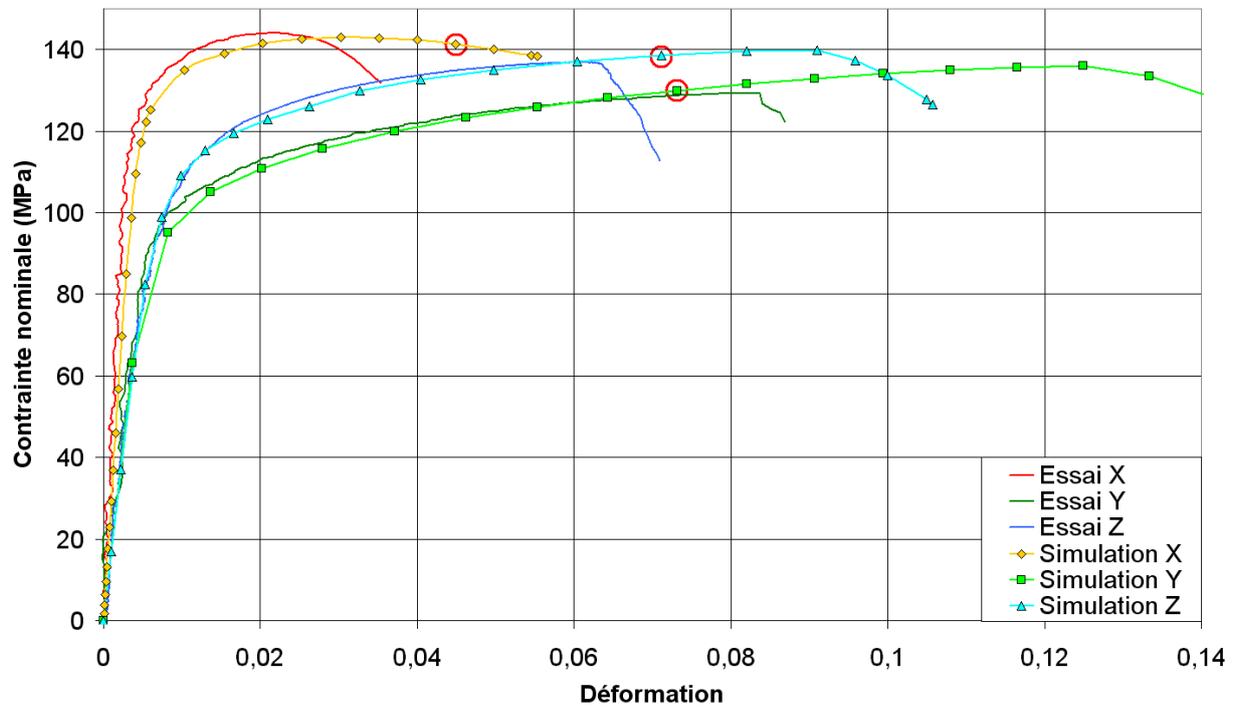


Figure III-24 : Courbes de traction, expérimentales et numériques, des éprouvettes poreuses

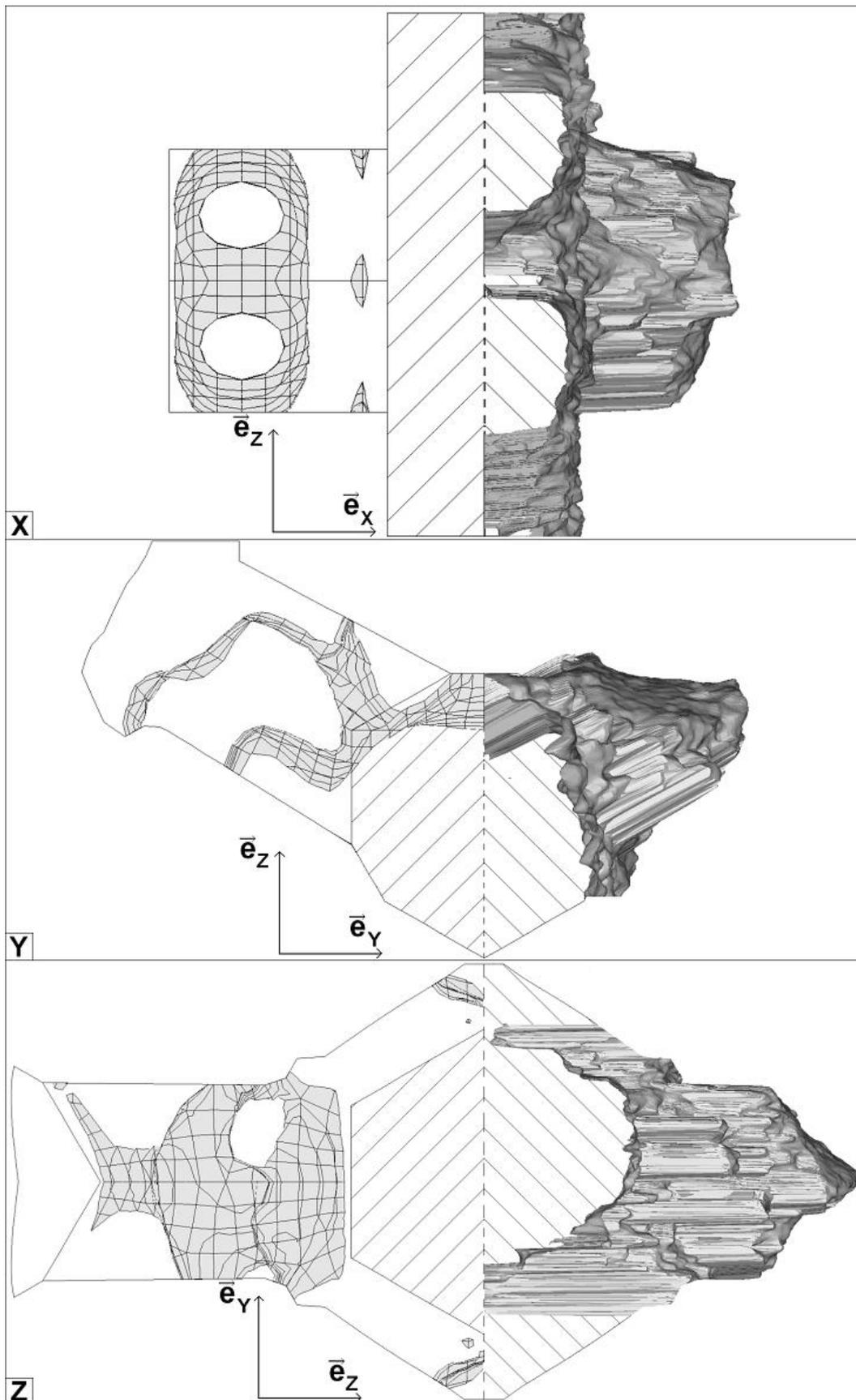


Figure III-25 : Comparaison entre les iso-surfaces  $\varepsilon_{VM}^p = 0,11$  provenant des analyses éléments finis (à gauche) avec les faciès de rupture observés au microscope 3D (à droite) pour les trois éprouvettes de traction X, Y et Z

Nous avons conçu un motif élémentaire permettant de réaliser des substituts en titane poreux dont les propriétés mécaniques sont proches de celles de l'os cortical humain. Des vérifications ont été effectuées afin d'analyser le comportement mécanique de cette structure poreuse lors de sollicitations quasi-statiques. Les implants étant fréquemment soumis à des chargements cycliques nous devons nous préoccuper de leur comportement en fatigue. Le paragraphe suivant traite de la définition d'éprouvettes spécifiques et des essais de fatigue réalisés afin de connaître les propriétés mécaniques en fatigue du titane grade 2 obtenu par SLM.

## D. Essais de fatigue

### 1. définition des éprouvettes

Nous avons choisi de réaliser des essais de fatigue en traction simple. Nous souhaitons effectuer ces essais avec pour valeur limite une contrainte maximale de 500MPa. Ceci nous permet de réaliser des essais à une contrainte maximale légèrement inférieure à la limite élastique conventionnelle du matériau. Pour cela, une éprouvette cylindrique représentant une branche d'une structure poreuse a été dessinée. Cette branche ayant un diamètre de 800 $\mu$ m, la charge à appliquer de 251N est trop faible par rapport aux outils expérimentaux dont nous disposons. Nous décidons alors de répéter cette branche pour obtenir une pièce disposant de 6 éprouvettes de traction, comme on peut le voir sur la figure III-26. Ceci engendre une charge maximale appliquée à l'éprouvette à 1500N. Cette éprouvette à six branches dispose de deux filetages à ses extrémités afin de pouvoir la fixer sur les mors d'une machine de fatigue.

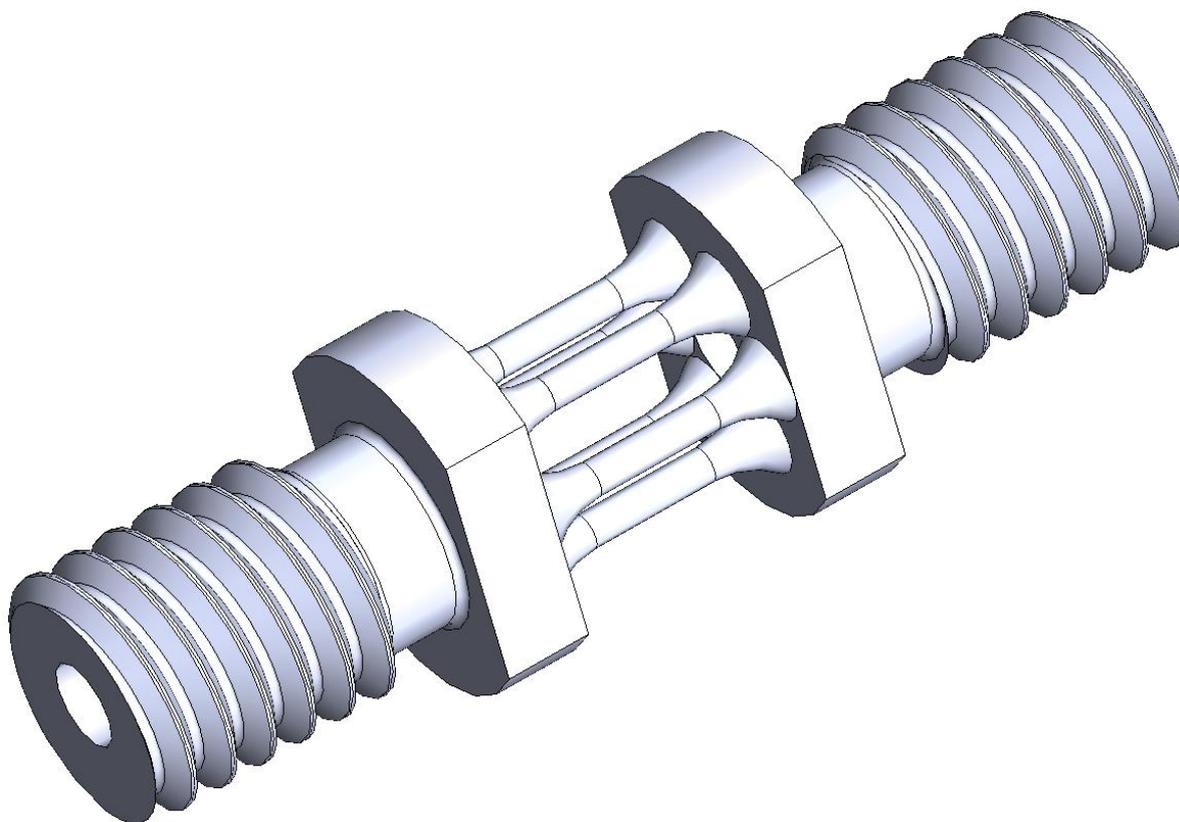


Figure III-26 : Représentation 3D de l'éprouvette de fatigue à six branches

La forme particulière des éprouvettes nous a poussé à réaliser des simulations numériques sur leur comportement en traction. En effet nous souhaitons connaître l'influence de la géométrie sur la répartition des contraintes dans chacune des branches. En tenant compte des symétries de l'éprouvette, un maillage de son huitième a été réalisé, puis les conditions de symétrie ainsi que le chargement en traction ont été appliqués. Ce modèle apparaît sur la figure III-27.

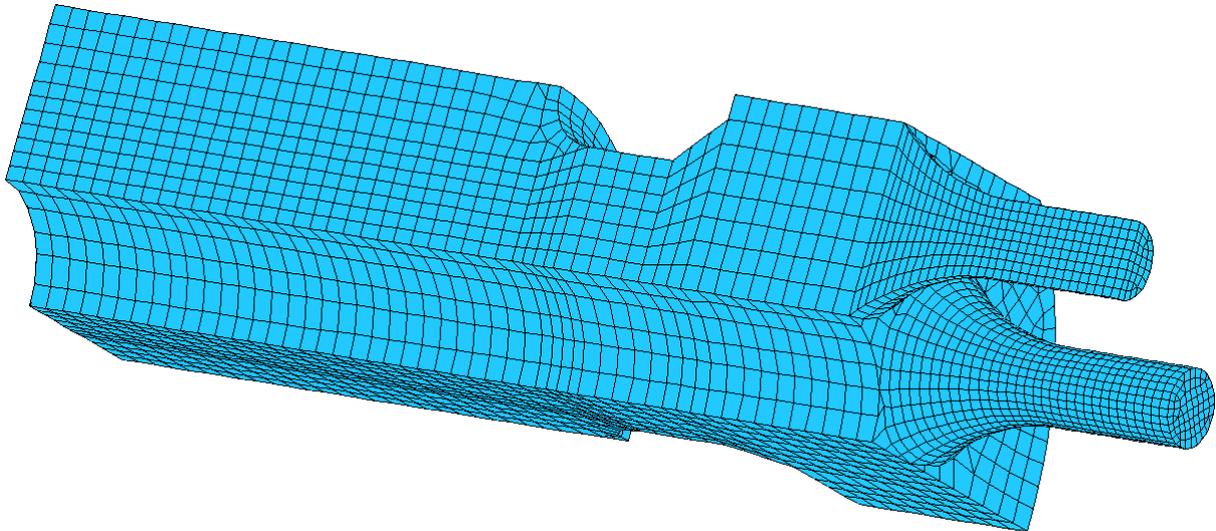


Figure III-27 : Maillage d'un huitième d'une éprouvette à six branches

La figure III-28 permet d'apprécier la répartition de la contrainte équivalente de Von Mises au sein de l'éprouvette entière alors que la figure III-29 indique cette contrainte dans la section d'une des six branches de l'éprouvette. Ceci permet de constater que pour une contrainte théorique visée de 500 MPa, on obtient des contraintes maximum et minimum de 508 et 504,3MPa diamétralement opposées sur les branches de l'éprouvette. Une composante de flexion est donc présente à cause de la géométrie de l'éprouvette. Cependant cette différence de 0,6% est très faible et n'aura aucun effet sur le comportement de l'éprouvette en fatigue.

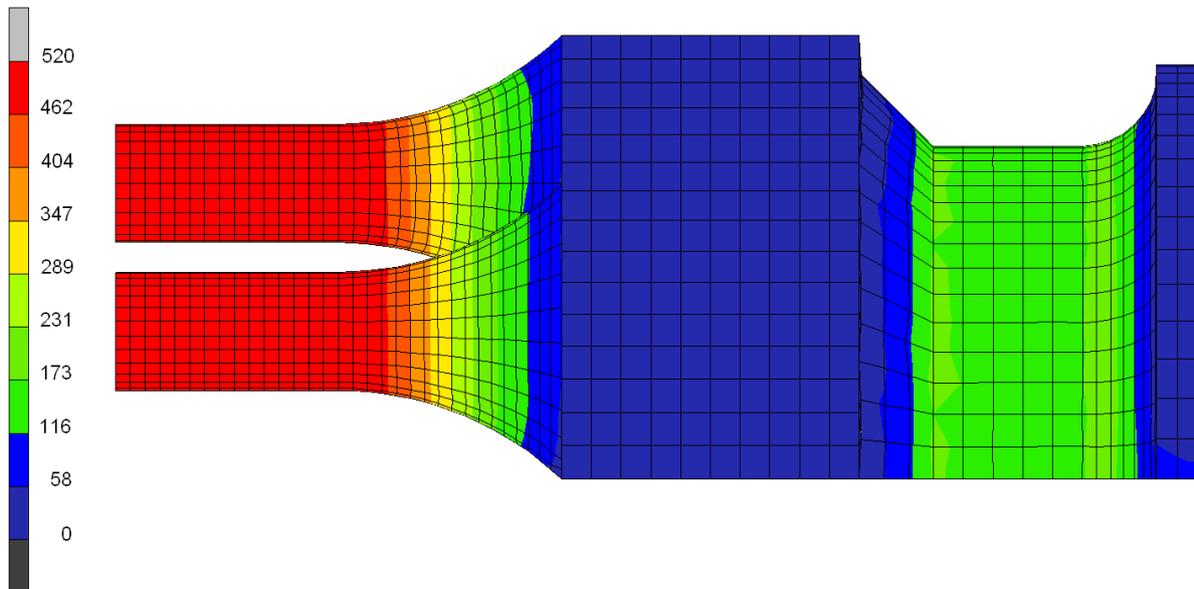


Figure III-28 : Répartition de la contrainte équivalente de Von Mises en MPa dans l'éprouvette à six branches

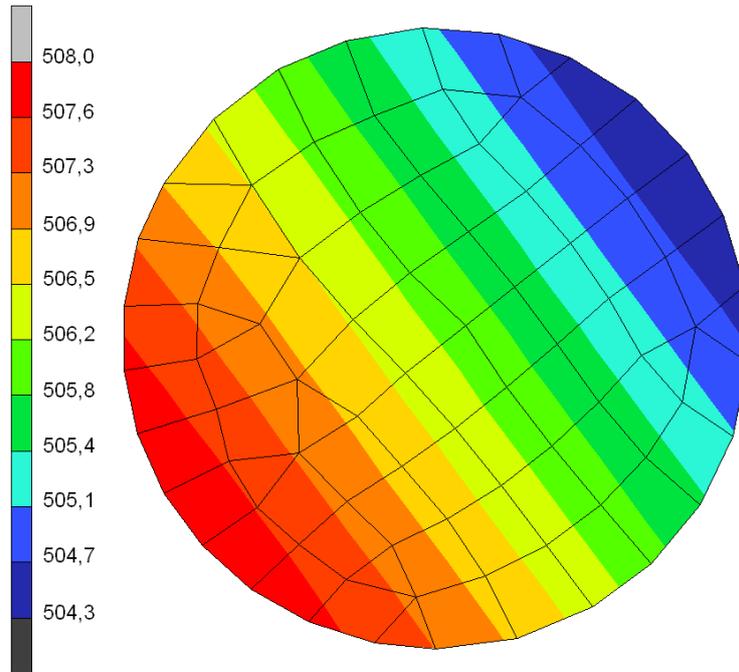


Figure III-29 : répartition de la contrainte équivalente de Von Mises dans la section d'une branche de l'éprouvette à six branches

Deux pièces d'adaptation, dont une représentation apparaît sur la figure III-30, sont réalisées afin d'adapter le faible diamètre de fixation de l'éprouvette aux mors dont disposent les machines d'essais.

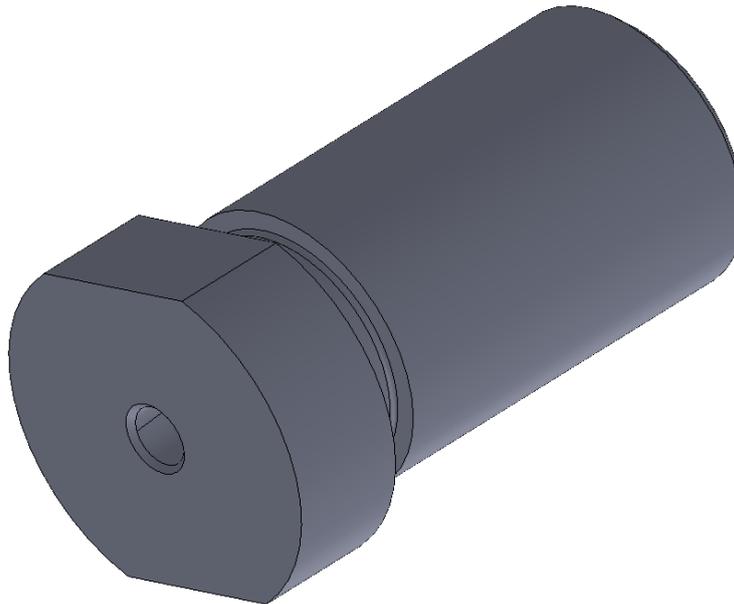


Figure III-30 : Représentation 3D d'une pièce permettant l'adaptation des petites éprouvettes de fatigue sur les mors d'une machine d'essais

Les éprouvettes ont été fabriquées par SLM. Leur direction principale est orientée de  $45^\circ$  par rapport à la direction de fabrication. Le fabricant, grâce à son expérience, a déterminé cette valeur qui permet de réaliser des pièces les plus fidèles possible au fichier CAO.

Ces éprouvettes ont été observées à l'aide d'un tomographe Phoenix Nanotom (GE Sensing & Inspection Technologies, Allemagne) afin de connaître la section réelle de chaque branche. Une image issue du tomographe illustre ces propos sur la figure III-31. Cette image montre une coupe des six branches circulaires d'une éprouvette. La forme des branches ne correspond pas à celle du fichier informatique. En effet, d'importantes bavures apparaissent sur chacune d'entre elles. De plus nous avons constaté une différence de près de 50% entre la section réelle et la section théorique de ces éprouvettes.



Figure III-31 : image d'une section d'une éprouvette à six branches provenant de l'analyse au tomographe

Bien que ces éprouvettes ne correspondent pas à nos attentes, nous avons réalisé quelques essais de fatigue. Ceux-ci sont présentés sur la figure III-38 et seront discutés plus tard. En effet, malgré le non respect de la géométrie, ces essais ont montré que ces éprouvettes se comportent bien en fatigue.

Cependant, la géométrie étant très dégradée, elle n'est pas représentative de ce que le procédé SLM permet d'obtenir habituellement. Nous décidons alors de créer de nouvelles éprouvettes de fatigue dont la géométrie peut être réalisée avec plus de précision.

Ces éprouvettes, dont le dessin technique est visible sur la figure III-32, sont tubulaires. La zone utile est donc un tube d'une épaisseur de  $600\mu\text{m}$ . La section utile théorique est de  $14,3\text{mm}^2$ . Deux filetages sont réalisés aux extrémités des éprouvettes après fabrication afin d'assurer la colinéarité de leurs axes respectifs. Les mêmes pièces de fixations que précédemment sont utilisées pour adapter les éprouvettes aux machines d'essais. Les éprouvettes y sont liées grâce à une vis traversant la pièce d'adaptation.

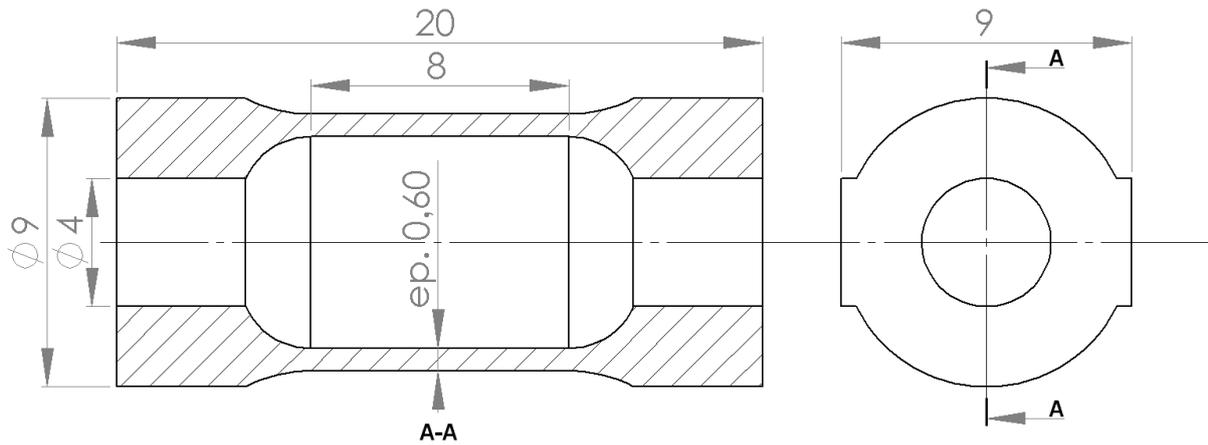


Figure III-32 : Dessin technique d'une éprouvette tubulaire

Tout comme pour les éprouvettes précédentes, des simulations ont été réalisées afin de contrôler la répartition des contraintes dans la section utile de l'éprouvette. Pour cela un maillage de l'éprouvette, visible sur la figure III-33, a été réalisé en éléments 2D axisymétriques. De plus l'éprouvette dispose d'un plan de symétrie représenté par une ligne rouge sur cette figure. Ceci nous a permis de ne réaliser qu'une demi-section de l'éprouvette et ainsi faciliter le maillage. Un chargement conduisant à une contrainte théorique de 500MPa dans la section utile a été appliqué. La figure III-34 montre la répartition de la contrainte équivalente de Von Mises dans cette section.

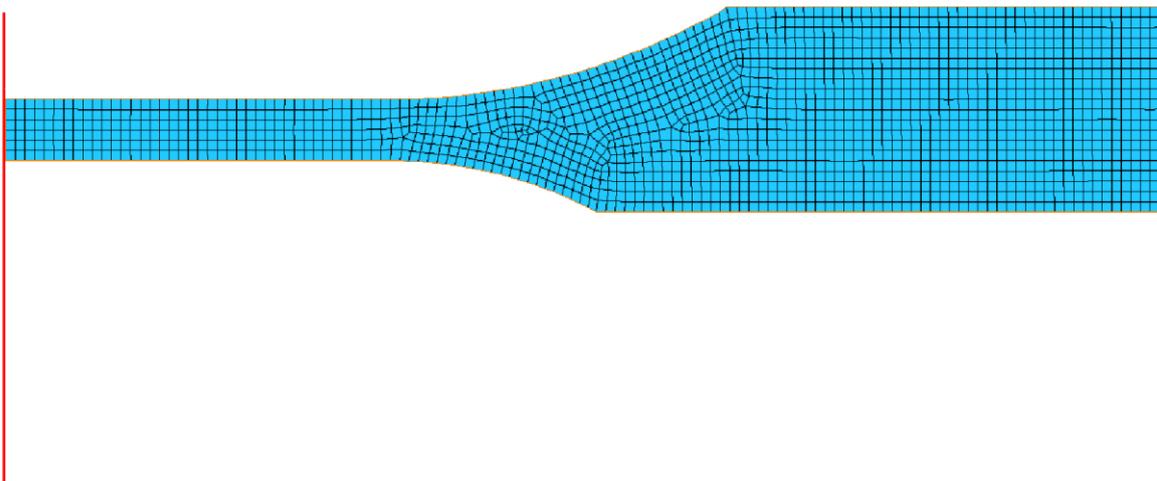


Figure III-33 : Maillage plan axisymétrique de l'éprouvette de fatigue tubulaire. Le plan de symétrie permettant de ne modéliser que la moitié de la section du tube est représenté par la ligne rouge

Les contraintes maximale et minimale au niveau du plan de symétrie de l'éprouvette tubulaire sont de 501,26MPa et 498,25MPa. Cette différence de 0,6% est, comme pour le premier type d'éprouvettes, très faible. L'éprouvette travaille donc quasiment en traction pure, la flexion est extrêmement faible et n'aura pas d'effet sur le comportement en fatigue des éprouvettes.

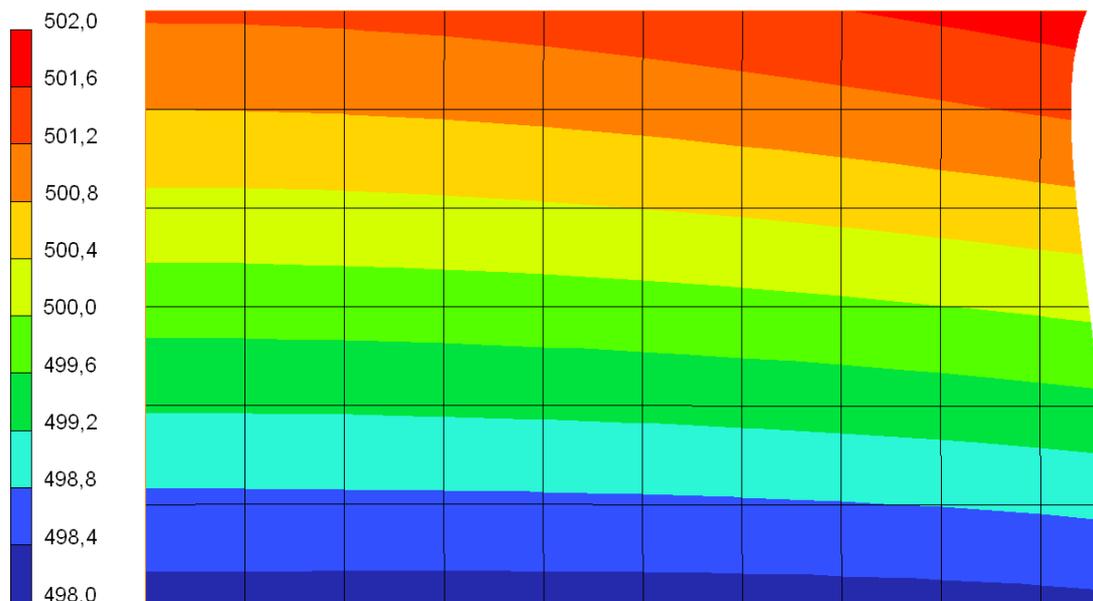


Figure III-34 : Répartition de la contrainte équivalente de Von Mises dans la section utile de l'éprouvette de fatigue tubulaire

Les éprouvettes ont été fabriquées de la même façon que les précédentes, c'est-à-dire inclinées à 45°.

Des observations grâce au tomographe sont aussi réalisées sur ce type d'éprouvette. Ceci nous permet de connaître la section réelle de la zone utile, comme illustré sur la figure III-35. L'analyse de l'ensemble des coupes nous fournit la section minimale de chaque éprouvette afin de définir les paramètres de l'essai à réaliser. Le détail de ces données apparaît sur le tableau III-9.



Figure III-35 : Image de la section utile d'une éprouvette tubulaire issue de la tomographie

Les éprouvettes sont également observées grâce à un microscope optique 3D (InfiniteFocus, Alicona) afin de mesurer leur rugosité. En effet, ce procédé de fabrication consistant en la fusion de poudre, l'état de surface du matériau est très rugueux. Ce paramètre est primordial lors d'une étude du comportement en fatigue, il a donc été mesuré. Les valeurs de rugosité moyennes obtenues sont  $R_a=8,6$ ,  $R_q=12,5$  et  $R_z=45,7$ . Ces valeurs étant élevées nous pouvons supposer que cette rugosité aura une influence non négligeable sur la tenue en fatigue des éprouvettes.

## 2. réalisation des essais

Les essais de fatigue ont été réalisés sur une machine servo hydraulique Instron 8032 dont la partie mors est visible sur la figure III-36. La cellule de charge de 100kN présente sur cet équipement permet une précision de 0,5% de la charge mesurée de 1 à 100kN. Les efforts et contraintes nécessaires à la réalisation de nos essais sont donnés sur le tableau III-9. Les essais ont été effectués à une fréquence comprise entre 20 et 50Hz. Lorsque la contrainte maximale était proche de la limite élastique conventionnelle une fréquence plus faible de 10Hz a été utilisée afin de limiter l'échauffement dans la pièce. Pour les essais réalisés à contrainte faible, cette fréquence a été portée à 50Hz. Les essais sont réalisés en traction avec un rapport de contraintes  $R=0,1$ . Ceci signifie que la contrainte appliquée aux éprouvettes est toujours positive et que le rapport entre la contrainte minimale et la contrainte maximale est de 0,1.



Figure III-36 : Éprouvette tubulaire fixée sur les mors d'une machine de fatigue grâce aux pièces d'adaptation

Les paramètres des essais ont été déterminés en fonction des sections réelles minimales de chaque éprouvette. Nous ne disposons que de six éprouvettes tubulaires afin de valider leur utilisation pour déterminer le comportement en fatigue du titane grade 2 obtenu par SLM. Nous avons appliqué une contrainte maximale variant entre 200 et 500MPa sur ces éprouvettes (cf tableau III-9) afin d'obtenir un aperçu du comportement de celles-ci.

	Section mini (mm <sup>2</sup> )	Contrainte max (MPa)	Contrainte min (MPa)	Nombre de cycles à rupture
Multibranches 1	1,706	439,0	43,9	559
Multibranches 2	1,846	406,3	40,6	3681
Tubulaire 1	12,68	500,0	50,0	4061
Tubulaire 2	11,87	500,0	50,0	5760
Tubulaire 3	12,80	450,0	45,0	4386
Tubulaire 4	12,87	350,0	35,0	12648
Tubulaire 5	12,78	250,0	25,0	77070
Tubulaire 6	11,86	200,0	20,0	366160

Tableau III-9 : Paramètres des essais de fatigue pour les éprouvettes testées

La rupture de toutes les éprouvettes testées a eu lieu dans leur zone utile comme on peut le constater sur la figure III-37.



Figure III-37 : Image d'une éprouvette tubulaire cassée après un essai de fatigue

La contrainte appliquée à chaque éprouvette a été calculée en fonction de l'aire minimale de la zone utile. Le début de la courbe S-N pour le titane grade 2 obtenu par SLM (figure III-38) a pu être tracé. Nous avons fait fabriquer seulement quelques éprouvettes afin, dans un premier temps, de tester leur comportement. Cette étude ayant été débutée à la fin de la thèse il n'a pas été possible d'effectuer d'autres essais dans le délai imparti. Le premier point correspond à la rupture d'une éprouvette à un cycle. Cette valeur a été obtenue lors des essais quasi-statiques de la section II.1.2. Les autres valeurs découlent des essais de fatigue réalisés. La contrainte  $\Delta\sigma$  en MPa est obtenue en effectuant la différence entre la contrainte maximale et minimale appliquée à l'éprouvette lors de l'essai de fatigue. Une échelle logarithmique est utilisée en abscisses où est représenté le nombre de cycles à la rupture.

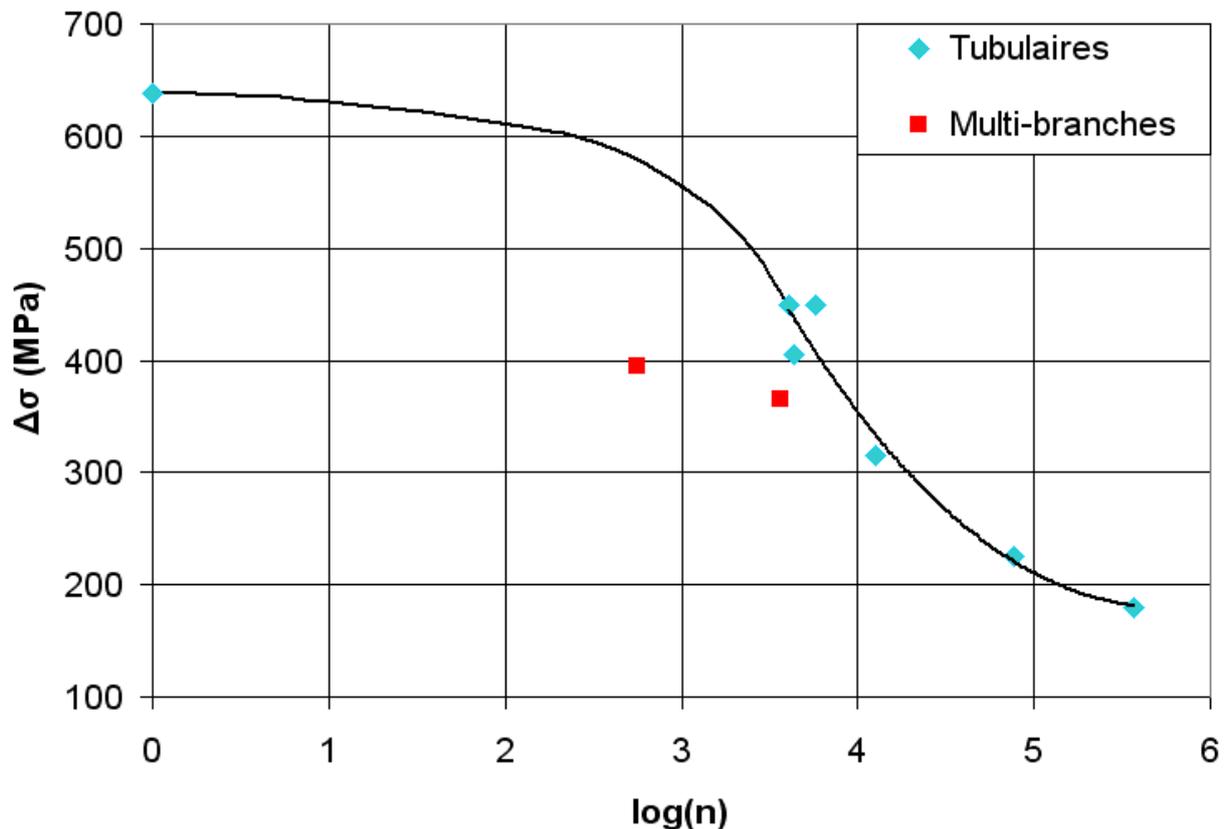


Figure III-38 : Courbe S-N du titane grade 2 obtenu par SLM (en rouge les essais effectués sur les éprouvettes multi-branches, en bleu les essais sur les éprouvettes tubulaires). La courbe de tendance est réalisée grâce aux essais sur les éprouvettes tubulaires.

Bien que le comportement élastoplastique du titane grade 2 fabriqué par SLM soit largement supérieur à celui obtenu avec des méthodes de fabrication traditionnelles, le comportement en fatigue lui est assez médiocre. En effet la limite d'endurance est habituellement calculée à 40% de la limite à la rupture du matériau. Dans cette étude, avec un  $R_m$  de 640MPa, la limite d'endurance devrait se situer aux alentours de 250MPa. Or, sur la figure III-38 on remarque que la courbe semble se stabiliser à une valeur  $\Delta\sigma$  de 150MPa. Cette faiblesse en fatigue du titane obtenu par SLM est probablement due à la forte rugosité en surface du matériau. En effet la durée de vie en fatigue dépend énormément de ce paramètre qui, s'il est important, peut la diminuer en favorisant l'amorçage des fissures. Ce phénomène est visible lorsqu'on analyse le comportement des éprouvettes multi-branches. En effet la géométrie de celles-ci étant très mauvaise il en résulte un comportement en fatigue inférieur à ce que nous obtenons pour les éprouvettes tubulaires. L'utilisation des éprouvettes tubulaires ayant été validé nous pourrions fabriquer d'avantage d'éprouvettes afin de réaliser des essais pour obtenir le comportement en fatigue de ce matériau.

## **E. Conclusion partielle**

Nous avons conçu un motif élémentaire permettant, par sa répétition dans les trois dimensions de l'espace, de générer une structure poreuse. Son optimisation grâce à une étude numérique a permis d'approcher les propriétés mécaniques de l'os cortical humain. Des essais expérimentaux de validation ont été réalisés afin de tester la structure obtenue par SLM. Une étude de dimensionnement des implant a ensuite été menée. Pour cela nous avons déterminé un critère de rupture en couplant les essais de traction expérimentaux sur les éprouvettes poreuses avec la modélisation par éléments finis. Enfin, nous avons décidé de caractériser le comportement en fatigue du titane grade 2 obtenu par SLM. Cette phase de l'étude est indispensable au dimensionnement des implants qui vont être chargés de façon cyclique. Bien que cette dernière partie ne soit pas totalement achevée, nous sommes parvenus à caractériser entièrement les propriétés mécaniques de notre titane poreux. Ceci nous permettra par la suite de dimensionner correctement les substituts osseux en fonction du site d'implantation.

# **Chapitre IV**

## **Etude de la bioactivité des implants en titane poreux**



Nous avons développé une structure poreuse en titane afin de créer des substituts osseux. Ses propriétés mécaniques étant figées et proches de celles de l'os, nous devons travailler désormais sur la biocompatibilité de ce matériau afin que son ostéointégration soit la plus rapide et la plus durable possible. Pour cela un état de l'art est effectué afin de connaître les moyens existants permettant d'améliorer l'intégration du titane dans l'os. Le choix du traitement le plus approprié sera effectué et nous chercherons ensuite à le rendre plus efficace.

## A. Méthodes d'optimisation et analyse de la bioactivité

### 1. Introduction sur la bioactivité

Les matériaux utilisés à des fins d'implantation dans le corps humain peuvent être de différentes natures. En effet, il existe des matériaux biotolérants, bioinertes et bioactifs dont quelques exemples apparaissent sur le tableau IV-1. La nuance entre ces types de matériaux se fait par la façon dont ils vont être acceptés par l'organisme. Ainsi, les matériaux biotolérants vont se voir encapsulés par un tissu fibreux. Les matériaux bioinertes ne vont pas engendrer de réaction des tissus vivants. L'os va pouvoir croître sur ces matériaux sans lien chimique. Les matériaux bioactifs s'intègrent parfaitement au milieu vivant en créant des liens chimiques avec ceux-ci.

Matériau	Type de biocompatibilité	Type de formation de l'os
PMMA	Biotolérant	Ostéogénèse à distance
Acier inoxydable	Biotolérant	Ostéogénèse à distance
Alumine	Bioinerte	Ostéogénèse au contact
Carbone	Bioinerte	Ostéogénèse au contact
Alliages de titane	Bioinerte	Ostéogénèse au contact
Alliages CrCo	Bioinerte	Ostéogénèse au contact
Phosphates de calcium	Bioactif	Liaison au tissu vivant
Bio verres	Bioactif	Liaison au tissu vivant

Tableau IV-1 : Propriété de différents matériaux en contact avec l'os<sup>13</sup>

Kokubo et al.<sup>13</sup> ont effectué des recherches nous informant que la liaison entre le titane et l'os s'effectue par l'intermédiaire d'un film d'apatite. En effet, comme on vient de le constater le titane est bioinerte. L'os ne peut donc pas se lier chimiquement à ce dernier. Cependant, lors de son implantation, les fluides biologiques déposent un film de phosphate de calcium qui peut se lier chimiquement avec le titane. C'est à ce dépôt dont la constitution est très proche de celle de l'os humain<sup>46</sup> que l'os peut se lier chimiquement. La figure IV-1 schématise le processus d'accroche de l'os sur un implant in vivo.

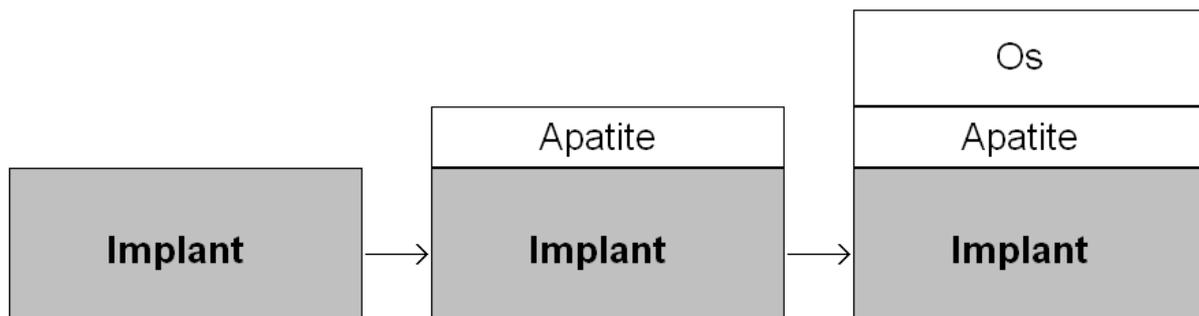


Figure IV-1 : Schéma du processus d'accroche de l'os sur les implants irrigués par les fluides corporels

Kokubo et Takadama<sup>47</sup> ont montré que la possibilité d'un matériau de créer des liens avec l'os correspond à sa capacité à être recouvert d'une couche d'apatite (phosphate de calcium) lors de son immersion dans un fluide corporel simulé (Simulated Body Fluid ou SBF) *in vitro*. En effet, cette équipe a mis en évidence qu'un matériau capable de recevoir une couche d'apatite lors de son immersion dans du SBF sera colonisé par l'os lors de son implantation. A contrario, un matériau pour lequel son immersion dans du SBF n'engendre aucun dépôt d'apatite ne se liera pas chimiquement à l'os *in vivo*<sup>13</sup>.

## 2. Le SBF

Le SBF (Simulated Body Fluid) est une solution contenant les mêmes ions que la partie minérale du plasma sanguin humain à des concentrations équivalentes, comme on peut le voir sur le tableau IV-2 d'après les données de Kokubo et al.<sup>47</sup>.

	Concentrations ioniques (mM)							
	$Na^+$	$K^+$	$Mg^{2+}$	$Ca^{2+}$	$Cl^-$	$HCO_3^-$	$HPO_4^{2-}$	$SO_4^{2-}$
Plasma sanguin	142,0	5,0	1,5	2,5	103,0	27,0	1,0	0,5
Premier SBF	142,0	5,0	1,5	2,5	148,8	4,2	1,0	0
SBF corrigé (c-SBF)	142,0	5,0	1,5	2,5	147,8	4,2	1,0	0,5
SBF Révisé (r-SBF)	142,0	5,0	1,5	2,5	103,0	27,0	1,0	0,5
Newly improved SBF (n-SBF)	142,0	5,0	1,5	2,5	103,0	4,2	1,0	0,5

Tableau IV-2 : Comparaison de la composition du plasma sanguin humain et de différents SBF (Kokubo et Takadama, Biomaterials 27 (2006) 2907–2915)<sup>47</sup>

Plusieurs SBF ont vu le jour durant ces dernières années. En effet, après la première version créée par Kokubo en 1990, des améliorations lui ont été apportées afin qu'il représente au mieux la partie minérale du plasma sanguin humain<sup>47</sup>.

Le SBF existe dans sa concentration d'origine, où la concentration des ions qui le composent est proche de celle du plasma sanguin. Mais il existe aussi 1,5 et 5 fois plus concentré. Ceci permet d'accélérer le dépôt d'apatite. Cependant, à concentration élevée, le SBF est moins stable et l'apatite a tendance à précipiter dans la solution<sup>48, 49, 50</sup>.

L'observation du dépôt d'apatite peut se faire par microscopie électronique, et son analyse peut être effectuée par tout procédé d'analyse chimique.

Il est ainsi possible de comparer la bioactivité de plusieurs matériaux en comparant la vitesse de déposition de l'apatite lors de leur immersion dans du SBF<sup>47</sup>.

### 3. Les phosphates de calcium

Comme il a été montré précédemment, du phosphate de calcium se dépose sur les implants en titane après leur implantation dans le corps humain ou après immersion dans un SBF.

Cependant il existe de nombreux phosphates de calcium, et il est intéressant de les analyser afin de savoir la formation duquel de ces composés est la plus propice à la croissance osseuse qui va suivre. Le tableau IV-3 recense les phosphates de calcium existants et compare leur rapport Ca/P à celui de l'os humain. Un classement par valeur croissante de Ca/P est effectué.

Matériau	Ca/P
Phosphate monocalcique	0,5
Phosphate dicalcique	1
Phosphate octocalcique	1,33
Phosphate tricalcique	1,5
Hydroxyapatite	1,67
Phosphate tetracalcique	2
Os humain	1,57-1,62

Tableau IV-3 : liste des phosphates de calcium existants et comparaison à l'os humain<sup>46, 51, 52</sup>

Les phosphates tricalciques et octocalciques sont très souvent utilisés pour recouvrir des implants afin de les rendre bioactifs<sup>15, 48, 49, 50, 53</sup>. L'hydroxyapatite est le composé minéral principal de l'os humain, de l'émail dentaire et de la dentine. Il est aussi très utilisé pour recouvrir des implants<sup>48</sup>. L'hydroxyapatite est également utilisée pour fabriquer des implants dont la biocompatibilité est optimale ou pour réaliser des greffes (sous forme de poudre)<sup>5</sup>.

### 4. Biocompatibilité du titane pur

L'équipe de De Meideros<sup>54</sup> en 2008 a immergé des échantillons poreux en titane pur dans du SBF. Ils ont conclu qu'après 7 jours un dépôt de calcium était identifiable. A partir de 14 jours, il est possible d'observer par analyse EDX la présence de calcium et de phosphore. Et comme le montre la figure IV-2 on peut voir qu'après 14 et 28 jours d'immersion, un film de phosphate de calcium est présent en surface du matériau.

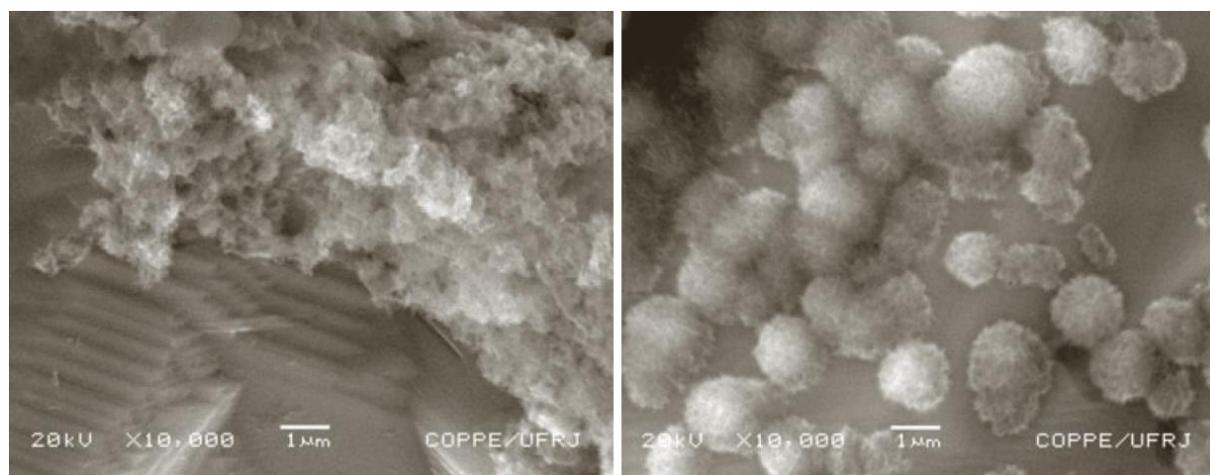


Figure IV-2 : Observation au microscope électronique à balayage de dépôt de phosphate de calcium sur des échantillons en titane pur après 14 (à gauche) et 28 (à droite) jours d'immersion dans du SBF<sup>54</sup>

Xue et al.<sup>42</sup> en 2007 ont travaillé sur la culture de cellules ostéoblastiques humaines sur de petites plaques en titane pur ainsi que sur des échantillons en titane poreux réalisés grâce au procédé de fabrication LENS (Laser Engineered Net Shaping) qui a été détaillé dans le chapitre II. Ces échantillons obtenus à partir de poudre de titane commercialement pur ont été stérilisés par autoclave à 121°C pendant 20 minutes avant d'être placés dans des puits dans lesquels  $2 \times 10^4$  cellules ont été semées. La manipulation a été stoppée pour certains échantillons à 3, 10 et 21 jours afin d'effectuer des observations. La figure IV-3 montre la densité optique de cellules observée en fonction du type d'échantillon (poreux ou non) et du temps de culture. Il est évident que la population de cellules croît avec le temps de culture quelque soit le type d'échantillon. Ressort aussi de ces observations un développement de cellules plus important sur un échantillon poreux en comparaison avec un échantillon non poreux.

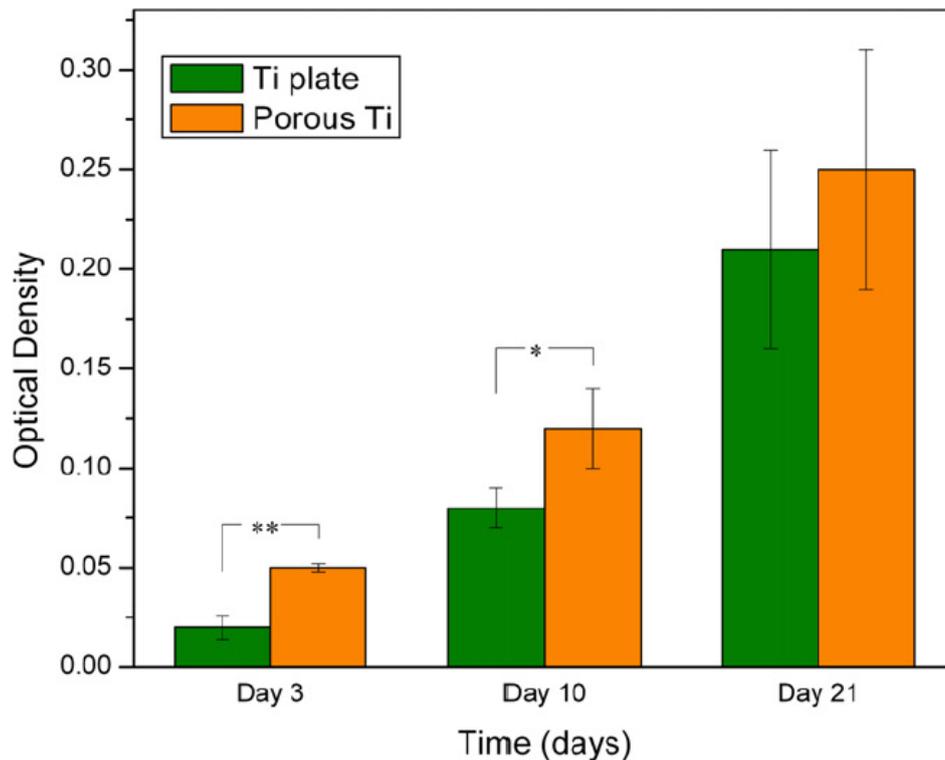


Figure IV-3 : Evolution de la densité optique des cellules pour des échantillons poreux et non poreux pour différents temps de culture.

## 5. Les principaux traitements de surface

### a. dépôt d'apatite

L'apatite étant un matériau bioactif, elle a été largement utilisée afin de recouvrir la surface d'implants n'ayant pas cette particularité. Il existe différents types d'apatites dont le dépôt peut être effectué par projection<sup>55</sup>, par biomimétisme par immersion dans une solution contenant du calcium et du phosphore dans les proportions souhaitées<sup>48, 49, 50, 53</sup>, ou par électrolyse<sup>15</sup>.

Spoerke et al.<sup>53</sup> en 2005 ont réalisé une étude consistant à comparer le développement cellulaire in vitro sur des mousses de titane recouvertes d'organoapatite (hydroxyapatite à laquelle une protéine est ajoutée) ou non. Pour cela des échantillons cubiques obtenus par frittage de poudre de titane commercialement pur ont été réalisés puis décapés au HFNO<sub>3</sub> avant, pour la moitié d'entre eux, d'être recouverts d'organoapatite.

L'ensemble des échantillons a été stérilisé puis placé au sein d'un bioréacteur, dans une solution maintenue à 37°C contenant des cellules ostéogéniques de souris. Des mesures des quantités de cellules présentes sur chaque échantillon ont été effectuées à 1, 7, 14 et 28 jours de culture et sont synthétisées sur la figure IV-4. On remarque que le nombre de cellule augmente plus rapidement dans le cas des échantillons traités à l'organoapatite durant les 7 premiers jours. Pour des durées de 14 et 28 jours, la quantité de cellules est semblable qu'il y ait un traitement ou non. Ceci signifie que le dépôt d'organoapatite est intéressant lors des premiers jours de culture, mais perd de l'intérêt dans le temps.

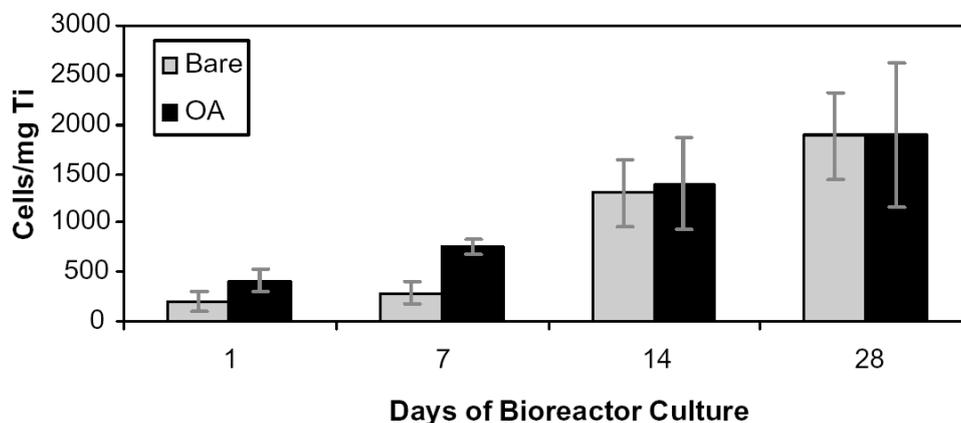


Figure IV-4 : Evolution de la quantité de cellules ramenée à la masse de l'échantillon en fonction du traitement de surface (Bare : aucun traitement ; OA : recouvert d'organoapatite) et du temps de culture<sup>53</sup>

Habibovic et al.<sup>49</sup> en 2005 ont étudié le comportement in vivo d'implants poreux en titane brut, traités soit au phosphate octocalcique ou au phosphate de calcium biphasé, ce dernier étant un mélange d'hydroxyapatite et de phosphate tricalcique. Des échantillons poreux cylindriques ont été obtenus par frittage de poudre. Après traitement ces échantillons ont été implantés sur 10 chèvres. Ils ont été placés dans les fémurs de façon à ce qu'une partie de l'implant soit dans la partie corticale de l'os, et une deuxième partie plongée dans l'os spongieux. Des mesures de la quantité d'os au sein des implants ont été effectuées, à 6 et 12 semaines, après sacrifice des animaux. La figure IV-5 donne les résultats de cette étude en affichant le pourcentage des pores occupé par l'os dans la zone corticale et dans l'implant entier, pour les implants sans et avec traitement, après 6 et 12 semaines d'implantation. On remarque que la quantité d'os augmente avec le temps quelque soit le type de traitement. Les deux traitements proposés, en particulier le traitement biphasé, permettent d'améliorer la croissance osseuse par rapport au titane brut. L'effet est flagrant dans la zone spongieuse où la croissance osseuse est plus difficile. Dans la zone corticale, après 12 semaines, on remarque que la quantité d'os est équivalente pour les trois types de substituts.

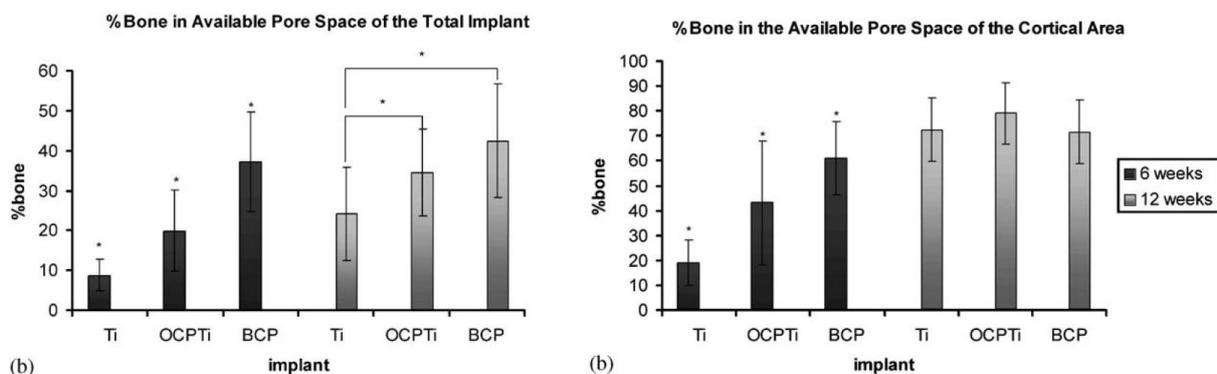


Figure IV-5 : Evolution du pourcentage d'os dans les pores des implants en fonction du temps et du traitement de surface (Ti : aucun traitement ; OCPTi : implants recouverts de phosphate octocalcique ; BCP : implants recouverts de phosphate de calcium biphasé) à gauche dans l'implant entier, à droite dans la zone corticale seulement<sup>49</sup>

## b. anodisation

L'anodisation ou oxydation anodique du titane est une technique permettant de faire varier et de contrôler l'épaisseur de la couche d'oxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) présente en surface du matériau. C'est cette épaisseur qui va donner au titane sa couleur après anodisation. Bien que ce procédé soit utilisé afin de colorer et d'améliorer la résistance à la corrosion du titane, il est aussi utile dans le domaine médical.

En effet, plusieurs auteurs ont montré que l'anodisation du titane avait un effet positif sur sa biocompatibilité.

Ainsi Vanzillota et al.<sup>56</sup> ont réalisé quatre types d'échantillons différents afin de comparer l'effet de l'anodisation avec d'autres traitements. Ces échantillons, sous forme de feuilles de titane, ont été immergés dans du SBF et la concentration en calcium du SBF a été mesurée à différents instants. Il est en effet possible de comparer l'efficacité des traitements en s'intéressant à la concentration de calcium restant dans le SBF. La figure IV-6 présente les résultats de cette étude. Le premier type d'échantillon « Ti-control » est en titane pur sans traitement de surface. L'échantillon « Ti-etched » est simplement décapé dans une solution de HCl et de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Le troisième type d'échantillon a subi le même décapage puis a été anodisé dans une solution de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> à une tension de 20V. Le quatrième échantillon a été décapé de la même manière que les précédents puis il a été soumis à un traitement thermique à 450°C pendant une heure afin de générer un film d'oxyde qui a ensuite été stabilisé par l'immersion de l'échantillon dans une solution de NaF.

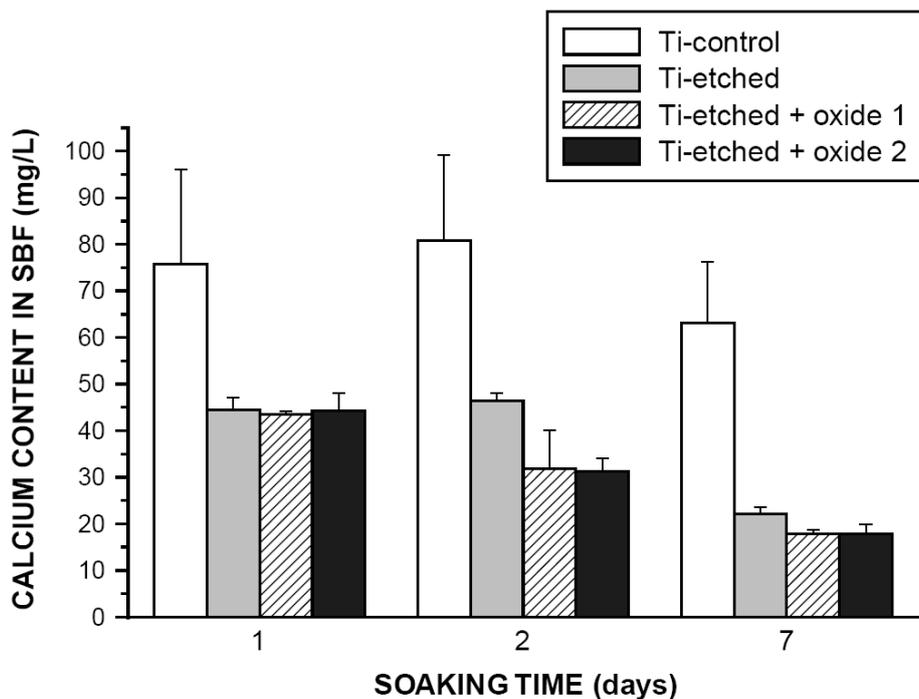


Figure IV-6 : Evolution de la concentration de calcium dans du SBF suite à l'immersion d'échantillons en titane ayant subi différents traitements de surfaces<sup>56</sup>

Sur la durée de sept jours testée, tous les traitements effectués permettent d'améliorer le comportement des échantillons dans le SBF par rapport au titane pur. En effet dès le premier jour d'immersion on remarque une différence très nette entre la concentration en calcium du SBF contenant les échantillons sans traitement, par rapport aux SBF dans lesquels sont immergés les autres échantillons. Jusqu'à sept jours, cette tendance se confirme avec une concentration en calcium dans le SBF quasiment équivalente dans le cas des trois traitements de surface. La seule légère différence s'observe au bout du deuxième jour où le décapage seul est un peu moins efficace que le décapage avec oxydations.

Cette étude montre que l'anodisation d'échantillons en titane permet d'améliorer leur capacité à être recouvert d'un film de phosphate de calcium durant leur immersion dans le SBF.

### c. traitement au NaOH

Comme nous l'avons noté auparavant, la couche d'apatite qui se dépose sur les matériaux implantés dans le corps humain se fait grâce aux groupes hydroxyles présents en surface du matériau. Ces groupes apparaissent grâce à l'action des fluides biologiques sur la surface du matériau. *In vitro*, une couche contenant des oxydes de titane hydratés ( $\text{HTiO}_3^-$ ) peut être déposée sur le titane, en l'immergeant dans une solution contenant de l'hydroxyde de sodium concentré à 10 moles par litre. En effet, l'immersion du titane dans cette solution permet de dissoudre la couche d'oxyde passive en surface et de créer une nouvelle couche d'oxydes nécessaires à l'accroche de la couche d'apatite<sup>46</sup>. Kokubo<sup>46</sup> nous informe sur le fait que cette nouvelle couche est instable à la fois mécaniquement et chimiquement. Pour la stabiliser, il réalise un traitement thermique à 600°C afin de rendre ce dépôt amorphe et cristallin. La présence de cette couche facilite l'apparition des groupes hydroxyles ( $\text{TiOH}$ ) en surface du matériau, qui vont induire la formation d'apatite.

Jonasova et al.<sup>57</sup> ont travaillé sur ce même sujet. Cependant ils ont cherché à améliorer ce traitement au NaOH en préparant le matériau en le découpant avec une solution contenant du HCl. Ceci permet, d'après leurs travaux, d'obtenir, avant le traitement au NaOH, une couche de  $\text{TiO}_2$  plus fine et plus uniforme que sans ce décapage. Des échantillons ont été traités avec ce procédé puis ont été immergés dans du SBF. Des analyses chimiques suite à chaque étape ont été effectuées et des suppositions sur les réactions chimiques ayant lieu ont été émises comme on peut le voir sur la figure IV-7.

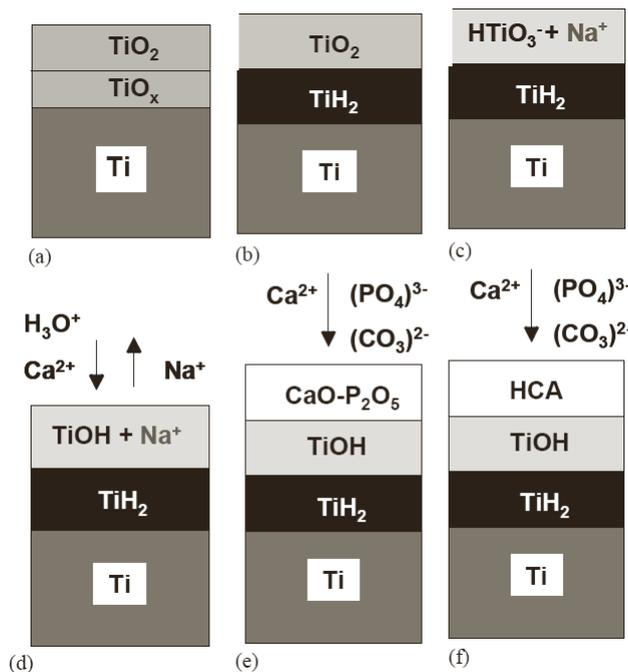


Figure IV-7 : Modifications de la surface du titane<sup>57</sup> : pendant le décapage au HCl (a-b), pendant le traitement au NaOH (b-c) et durant les phases de dépôt d'apatite dans le SBF (d-f)

Il semble que le décapage au HCl parvienne à dégrader la couche de  $\text{TiO}_2$  présente naturellement sur le titane. Suite à cela, une couche de  $\text{TiH}_2$  se forme. Au contact de l'air ambiant une nouvelle couche de  $\text{TiO}_2$  plus fine se forme. L'immersion dans la soude permet de dissoudre cette couche de  $\text{TiO}_2$  et de former un nouvel oxyde de titane contenant des ions  $\text{Na}^+$ . Suite à l'immersion dans le SBF, un échange d'ions se produit entre celui-ci et la surface du titane. Ceci conduit à la formation de  $\text{TiOH}$ . Les ions  $\text{Ca}^{2+}$  sont ensuite incorporés à cette couche. Ces ions, de par leur charge positive, vont permettre de former de l'apatite sur la surface. En effet, les ions  $(\text{PO}_4)^{3-}$  et  $(\text{CO}_3)^{2-}$  vont pouvoir s'y accrocher et ainsi former de l'apatite.

Jonasova et al.<sup>57</sup>, dans l'optique d'améliorer le traitement au NaOH, ont procédé à l'immersion de deux types d'échantillons dans du SBF pour des durées allant jusqu'à 20 jours, afin de comparer l'effet qu'a le décapage au HCl effectué avant le traitement au NaOH. La figure IV-8 montre que le dépôt de phosphate de calcium est bien plus rapide lorsqu'un décapage au HCl est réalisé.

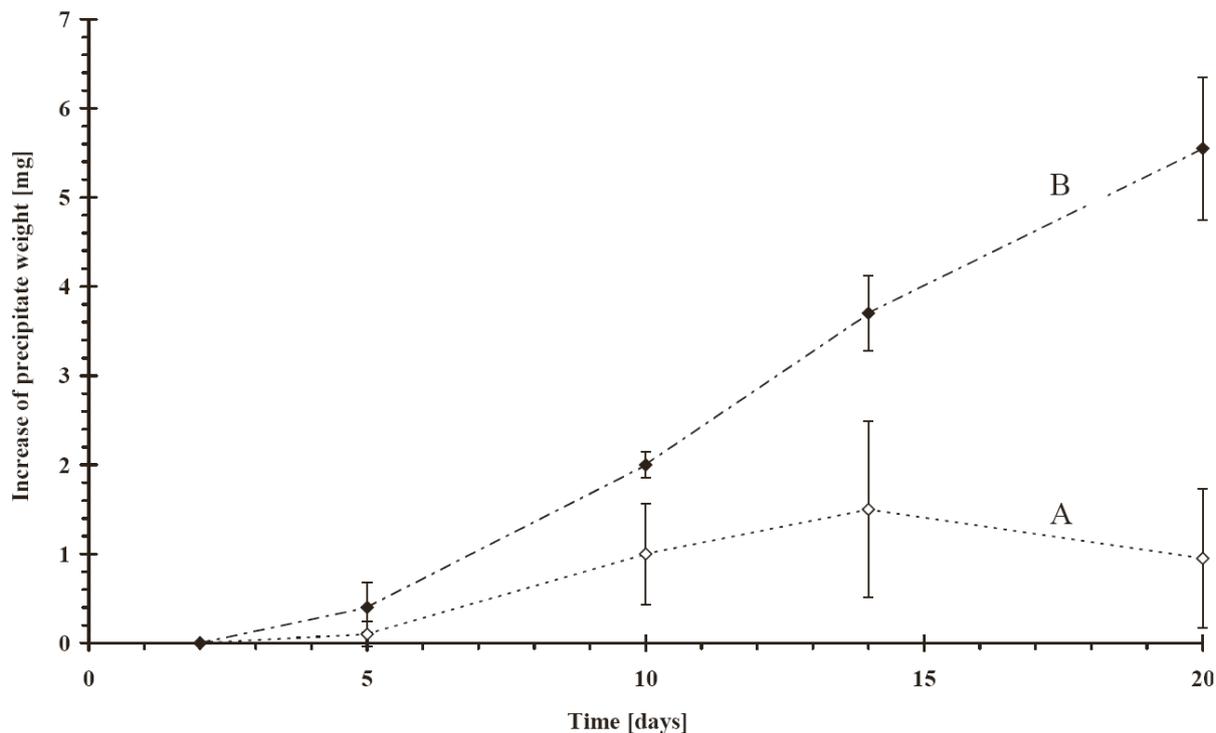


Figure IV-8 : Mesure gravimétrique du précipité de phosphate de calcium obtenu sur des échantillons ayant subi uniquement le traitement au NaOH (A) et sur des échantillons ayant subi les deux traitements HCl + NaOH (B)<sup>57</sup>

Takemoto et al.<sup>38</sup> en 2005 ont effectué une étude animale en implantant dans les condyles des fémurs de lapins des échantillons cylindriques en titane poreux. Ils ont cherché à déterminer l'influence du traitement à l'hydroxyde de sodium sur la croissance de l'os dans les implants poreux. Pour cela, deux types d'implants réalisés en titane commercialement pur ont été fabriqués par plasma spray. Les premiers n'ont subi aucun traitement. Les seconds, quant à eux, ont été successivement traités dans une solution contenant de l'hydroxyde de sodium à 5 moles par litre de NaOH à 60°C pendant 24h, puis immergés dans de l'eau distillée à 40°C pendant 48h. Ils ont ensuite subi un traitement thermique consistant en une montée en température à raison de 5°C/min jusqu'à atteindre une température maximale de 600°C maintenue pendant une heure.

Ces échantillons ont été implantés pour des durées variant de deux à 16 semaines. Après le sacrifice des animaux, les implants ont été retirés puis des analyses histomorphométriques ont été réalisées. Celles-ci permettent, entre autres, de connaître la surface de l'implant qui a été recouverte par l'os pendant la durée d'implantation. Les résultats sont donnés sur la figure IV-9, sur laquelle on trouve le pourcentage de surface recouvert par l'os en fonction du temps, pour les implants non traités (CG) et pour les implants traités chimiquement (BG).

Bien que durant les quatre premières semaines d'implantation il n'y ait pas de différence à ce niveau entre les deux types d'implants, c'est à partir de la huitième semaine que l'on voit l'avantage du traitement à l'hydroxyde de sodium. En effet, alors que la colonisation osseuse régresse dans le cas des implants qui n'ont pas été traités, la croissance osseuse continue dans les implants traités.

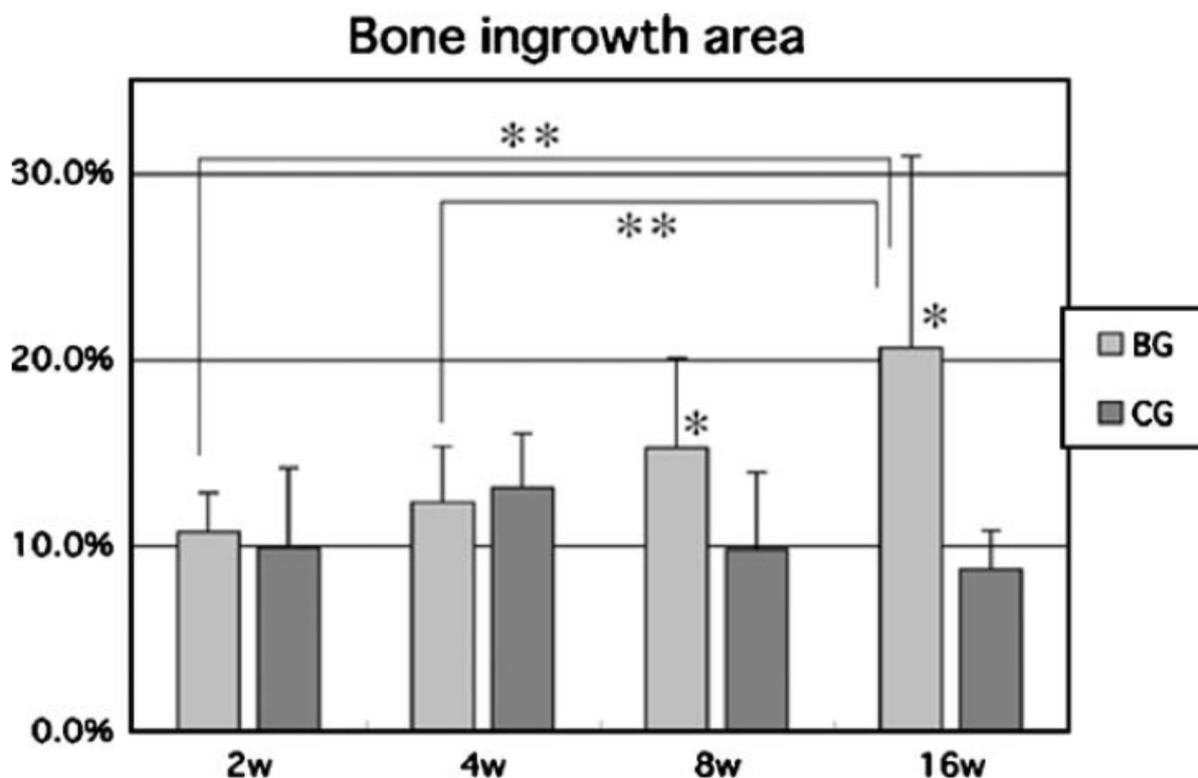


Figure IV-9 : Couverture de la surface (exprimée en %) d'implants poreux en titane par l'os, après implantation dans des fémurs de lapin en fonction du temps et du traitement de surface. BG : implants traités à l'hydroxyde de sodium, CG : implants non traités<sup>38</sup>.

Liang et al.<sup>58</sup>, en 2003, se sont intéressés à l'effet de la concentration de l'hydroxyde de sodium dans la solution servant au traitement chimique, ainsi qu'au traitement thermique nécessaire, d'après Kokubo<sup>46</sup>, à la stabilisation de la couche d'oxyde formée. Pour cela, ils ont réalisé des échantillons en titane poreux par frittage de poudre. Différentes catégories d'échantillons sont alors élaborées en fonction de la concentration en hydroxyde de soude qui peut prendre pour valeur 0.5, 1, 5 et 10 moles par litre (échantillons T05, T1, T5 et T10) et du traitement thermique qui a été effectué uniquement sur des échantillons traités avec une solution de NaOH de 5 et 10 moles par litre (échantillons T5H et T10H). Le traitement à l'hydroxyde de sodium s'effectue dans une solution à 60°C pour une durée de 24h. Le traitement thermique est similaire à celui présenté dans l'étude de Takemoto et al.<sup>38</sup> en 2005 qui consiste en l'élévation de la température à raison de 5°C/min et d'un maintien à 600°C pendant une heure. Ceci donne lieu à six types d'échantillons différents. Ces échantillons sont ensuite immergés dans du SBF pour des durées de 6 et 28 jours. Des analyses EDX sont réalisées afin de comparer le dépôt en surface des échantillons après leur immersion. Les figures IV-10 et IV-11 montrent respectivement les spectres des analyses EDX après 6 et 28 jours d'immersion dans le SBF des échantillons pour lesquels le dépôt a pu être quantifié. Ainsi on remarque sur la figure IV-10 que la concentration en NaOH a un effet important après 6 jours d'immersion. En effet, alors que le pic de phosphore est difficilement repérable pour les échantillons T5, le calcium et le phosphore sont visibles pour les échantillons T10. Le traitement thermique réalisé sur les échantillons a aussi un effet positif. En effet les quantités de calcium et de phosphore pour une même concentration de NaOH sont accrues grâce à celui-ci. La figure IV-11 présente le même type de résultats après 28 jours d'immersion dans le SBF. On remarque qu'un traitement au NaOH, à une concentration de 1 mol par litre, n'engendre quasiment pas de dépôt. La concentration de l'hydroxyde de sodium a toujours le même impact sur le dépôt d'apatite sur les échantillons. Par contre l'efficacité du traitement thermique au bout de 28 jours peut être remise en cause. En effet, les concentrations en phosphore et en calcium sont plus importantes pour les échantillons ayant subi uniquement le traitement à l'hydroxyde de sodium que pour les échantillons traités thermiquement. Cette observation est effectuée en comparant la taille des pics dûs au phosphore et au calcium au pic de titane.

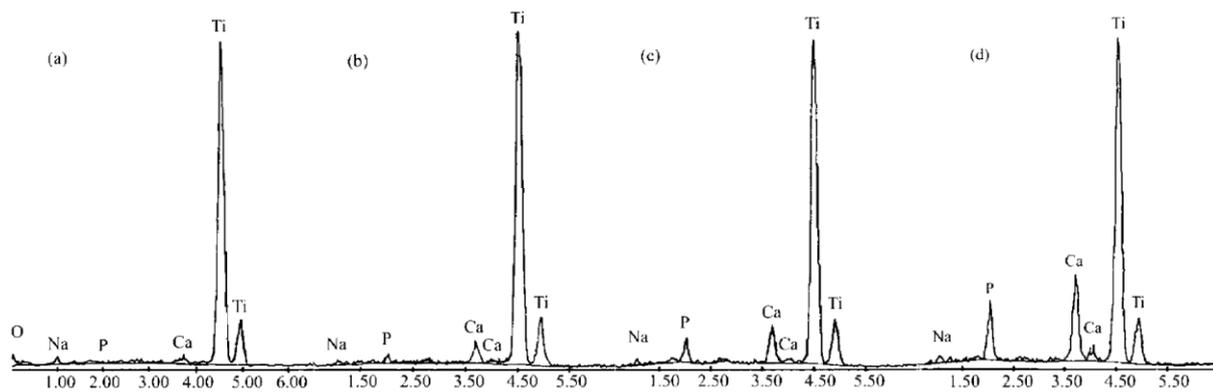


Figure IV-10 : résultats des analyses EDX après 6 jours d'immersion dans le SBF pour les échantillons T5(a), T10(b), T5H(c) et T10H(d)

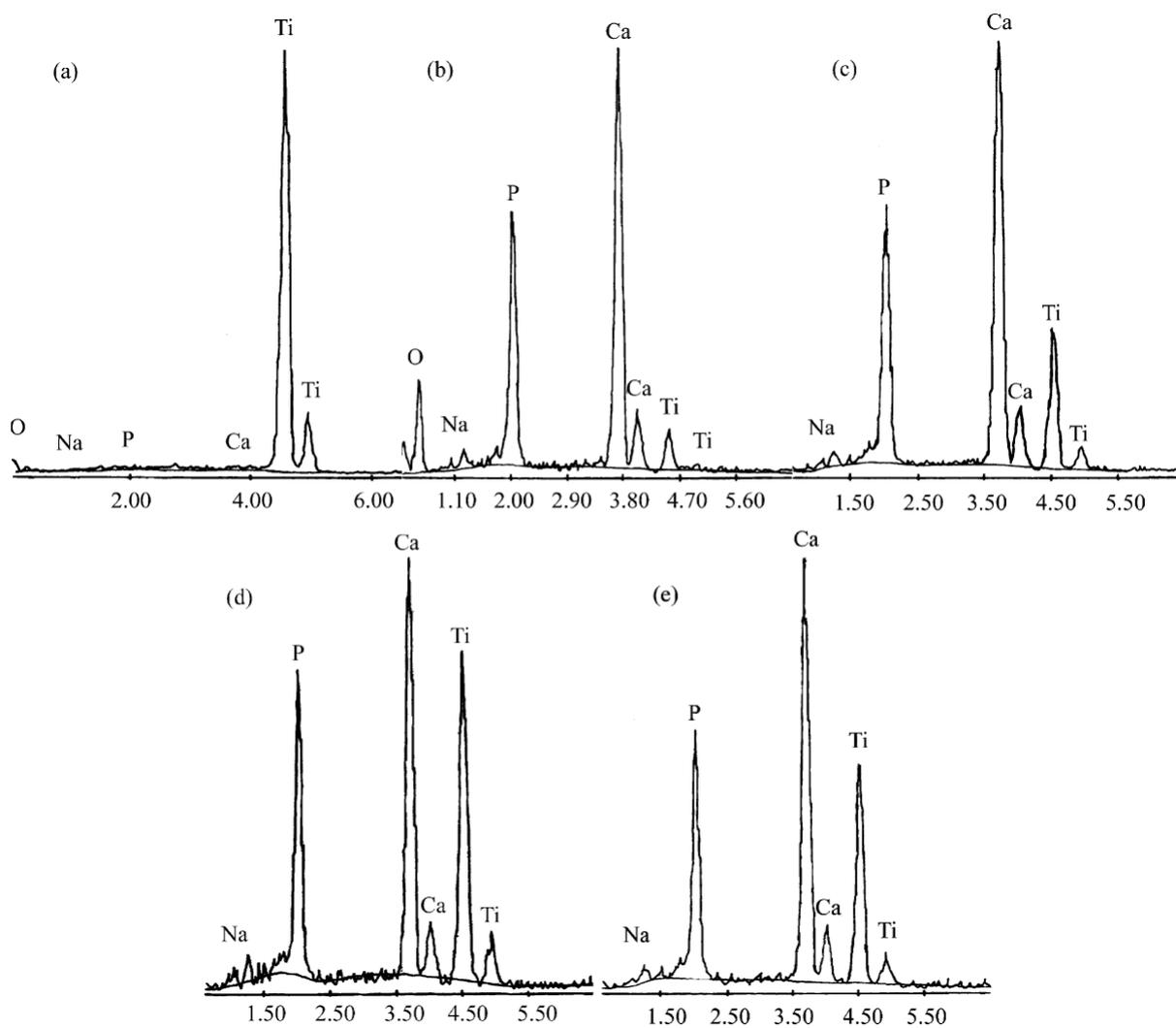


Figure IV-11 : résultats des analyses EDX après 28 jours d'immersion dans le SBF pour les échantillons T1(a), T5(b), T10(c), T5H(d) et T10H(e)

Cette étude a montré que le dépôt d'apatite est important lorsque les échantillons sont traités à l'hydroxyde de soude avec une concentration de 5 ou 10 mol par litre, qu'il y ait un traitement thermique ou non. Les analyses ont pu montrer également que la composition du dépôt formé sur ces échantillons est proche de celle de l'os humain. Cette comparaison est faite en s'intéressant au rapport Ca/P du dépôt et de l'os. Lors de cette étude, après 28 jours d'immersion dans le SBF, les rapports Ca/P sont estimés à 1,56, 1,66, 1,39 et 1,50 pour les échantillons T5, T10, T5H et T10H respectivement. Le rapport Ca/P pour l'os humain étant compris entre 1,57 et 1,62, nous pouvons donc en conclure que ces quatre traitements permettent d'améliorer de manière conséquente la biocompatibilité du titane. Cependant le traitement thermique présenté ici semble pouvoir être évité au vu de l'efficacité du traitement à l'hydroxyde de sodium seul.

Nous venons de réaliser une étude des traitements existants permettant d'améliorer la bioactivité de substituts osseux. Nous avons remarqué un traitement particulièrement efficace et simple à mettre en œuvre : le traitement à l'hydroxyde de sodium. Cependant peu d'études ont été menées afin de l'optimiser. Ces travaux ont été menés dans un contexte universitaire bien différent des impératifs liés à l'industrie. Nous allons par la suite présenter une étude consistant à l'optimisation de ce type de traitement dans un contexte industriel, puis à l'élaboration d'un nouveau traitement. Pour cela nous avons réalisé un dispositif expérimental permettant de tester la bioactivité d'échantillons auxquels différents traitements de surface ont été appliqués.

## B. Développement d'un dispositif expérimental

Les expériences consistent en l'immersion d'échantillons en titane grade 2 dans du SBF pendant un temps défini. Comme le montre la figure IV-12, les échantillons sont de petites pastilles. Le trou situé au centre des pastilles permet de les suspendre sur un porte-échantillons réalisé en fil d'acier inoxydable visible sur la figure IV-13. Le fil est fixé sur des bouchons, ce qui permet d'immerger les échantillons dans des bouteilles contenant le SBF. La figure IV-14 schématise ce principe. Chaque expérience du plan est réalisée dans une bouteille spécifique.

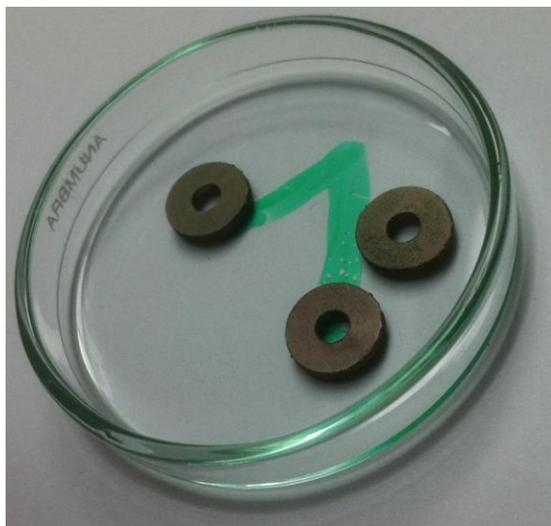


Figure IV-12 : Echantillons en forme de pastilles utilisés pour les essais de bioactivité

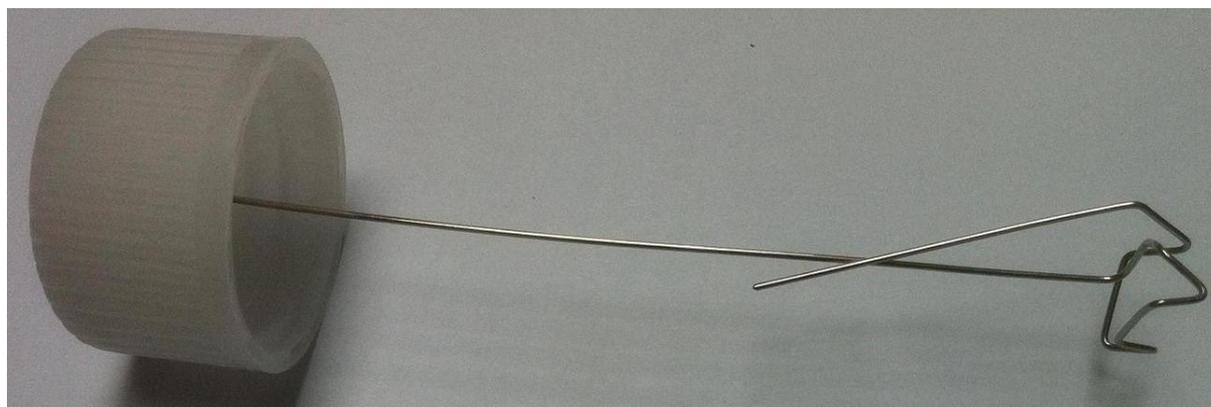


Figure IV-13 : Porte échantillon destiné aux pastilles, fixé sur un bouchon

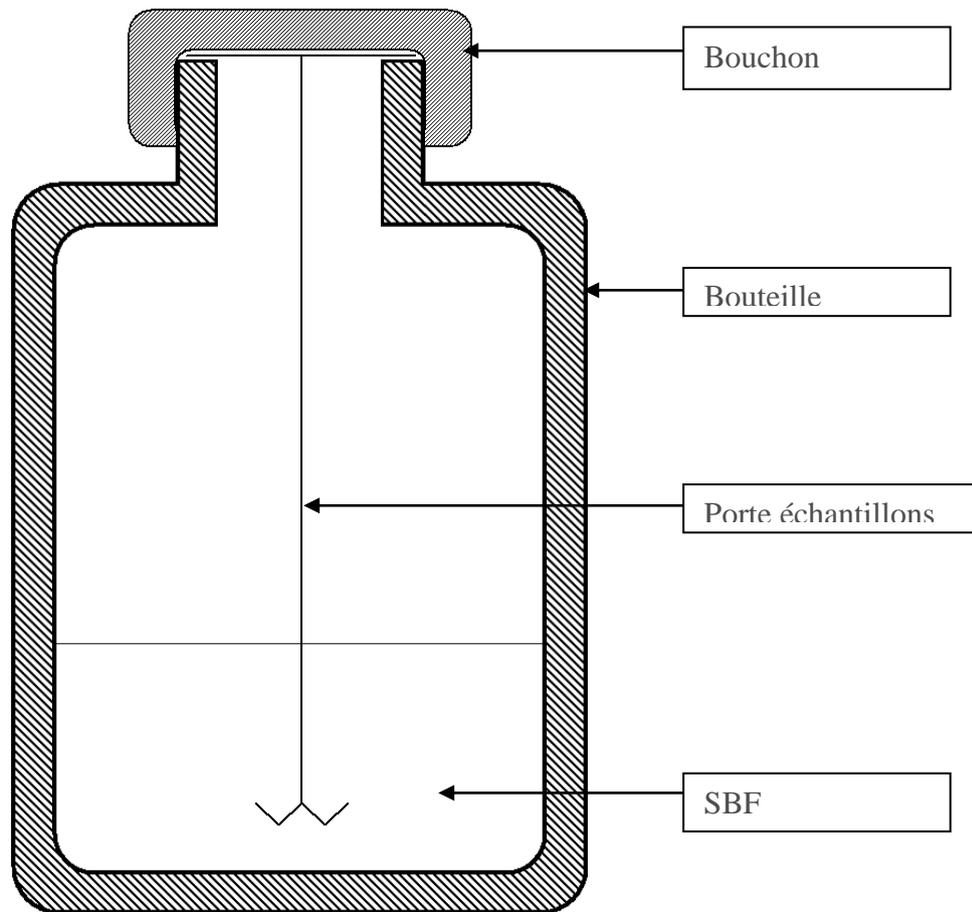


Figure IV-14 : schéma d'une bouteille contenant du SBF et un porte-échantillons

Afin d'être représentative des phénomènes se déroulant dans le corps humain, l'expérience est réalisée à une température de 37°C. Pour cela les bouteilles sont immergées dans un bain marie dont la température est régulée. La figure IV-15 est une photographie du dispositif expérimental. Des bouteilles contenant chacune trois échantillons sont suspendues au couvercle du bac principal, et mises en mouvement par une pompe d'agitation. Cette pompe permet également d'homogénéiser la température de l'eau servant au bain-marie.



Figure IV-15 : Dispositif expérimental

## C. Amélioration du traitement à la soude

La littérature nous présente de nombreux traitements de surface différents qui permettent d'accélérer l'intégration des implants à l'os. Le traitement le plus intéressant de tous est le traitement au NaOH qui prépare la surface du titane en créant une couche d'oxyde particulière permettant d'accélérer le processus d'ostéointégration. Nous avons donc décidé de nous pencher sur ce traitement de surface afin d'améliorer son efficacité.

Le traitement à la soude indiqué dans la littérature est trop long pour être industrialisable. En effet, le temps d'immersion du titane dans le NaOH est de 24 heures. Nous cherchons donc à comprendre l'influence de différents paramètres afin de pouvoir l'améliorer. Pour la société OBL, l'idéal serait de pouvoir traiter les échantillons en une seule journée. Ainsi, les implants arrivant le matin chez le sous-traitant s'occupant du traitement à la soude pourraient être renvoyés traités en fin de journée.

La technique de l'immersion dans le SBF présentée dans la littérature est utilisée afin de connaître l'efficacité du traitement. Nous savons que l'immersion dans le SBF mène à la création d'une couche d'apatite composée de calcium et de phosphore sur le titane. Des apatites dont le rapport Ca/P est inférieur à celui de l'os humain peuvent tout de même conduire à sa formation. Il n'existe aucune apatite dont le rapport Ca/P est supérieur à 2. Nous devons donc chercher à diminuer le temps de traitement tout en obtenant un dépôt d'apatite dont le rapport Ca/P est inférieur à 2, en tentant d'obtenir des quantités de calcium et de phosphore les plus élevées possibles.

### 1. Plan d'expériences

Les principaux paramètres pouvant permettre d'améliorer le traitement sont donc le temps d'immersion dans la soude et la température de la soude qui joue un rôle dans l'efficacité de l'attaque. Le dernier paramètre pris en compte dans le plan d'expérience et pouvant avoir un effet après le traitement est la température de séchage de l'échantillon. Nous souhaitons savoir si ce paramètre peut influencer sur la couche d'oxyde se formant après immersion dans la soude. Le temps de séchage étant standard, il n'est donc pas modifié.

Un plan d'expériences est donc créé afin d'analyser l'influence du temps d'immersion dans la soude, la température du bain de soude, et la température de séchage des échantillons après traitement.

Comme on peut le constater sur le tableau IV-4, un plan de Taguchi à 8 expériences est créé en nous basant sur une table de type L8.

Le nombre d'échantillons pour chaque expérience est de trois, afin de nous assurer de la reproductibilité du traitement.

Expérience	Temps traitement NaOH (h)	T° traitement NaOH (°C)	T° de séchage (°C)
1	3	60	90
2	6	75	90
3	12	75	110
4	3	80	110
5	24	70	110
6	6	60	110
7	12	70	90
8	24	80	90

Tableau IV-4 : Plan d'expériences pour l'amélioration du traitement à la soude

## 2. Analyses des échantillons après immersion dans le SBF

### a. analyses chimiques

L'expérience est lancée pour une durée de 7 jours. Ceci permet normalement d'obtenir un dépôt d'apatite visible au MEB et bien détectable à l'EDX. Ce temps est malgré tout assez raisonnable pour pouvoir réaliser l'ensemble des essais.

Les analyses EDX sont effectuées afin de connaître le taux de calcium et de phosphore sur chaque échantillon.

Trois analyses dites « globales » sur une zone importante de  $240 \times 240 \mu\text{m}^2$  sont réalisées sur chaque échantillon. Celles-ci sont représentatives du taux de chaque élément sur toute la surface de l'échantillon. Une cartographie de la composition chimique est réalisée pour chaque analyse globale. Ceci nous permet de visualiser la répartition des éléments dans la zone analysée.

Trois analyses locales d' $1 \mu\text{m}^2$  sont réalisées sur chaque échantillon afin de s'assurer que les taux des éléments présents sur les analyses globales sont aussi vérifiés en chaque point du matériau.

Le tableau IV-5 synthétise les résultats des analyses globales. On y trouve les paramètres des différentes expériences ainsi que les taux de calcium et de phosphore et le rapport Ca/P avec leurs écarts types respectifs. Les résultats présentés sont les moyennes des neuf mesures de chaque expérience (trois mesures sur trois échantillons par expérience). Les taux de chaque élément sont donnés en pourcentages atomiques. Les données du tableau sont classées dans l'ordre croissant par temps de traitement puis par température de traitement.

N° Expérience	Temps NaOH (h)	T° NaOH (°C)	T° Séchage (°C)	%Ca moyen	%P moyen	Ca/P moyen
1	3	60	90	0,63±0,09	0,49±0,04	1,29±0,10
4	3	80	110	0,75±0,09	0,47±0,03	1,57±0,15
6	6	60	110	0,70±0,11	0,35±0,07	1,99±0,19
2	6	75	90	0,73±0,08	0,37±0,13	2,13±0,61
7	12	70	90	0,85±0,04	0,33±0,04	2,57±0,25
3	12	75	110	0,96±0,12	0,37±0,04	2,60±0,12
5	24	70	110	1,26±0,11	0,43±0,10	3,02±0,51
8	24	80	90	1,57±0,21	0,45±0,06	3,52±0,17

Tableau IV-5 : résultats moyens des pourcentages atomiques de Ca et P et du rapport Ca/P pour chaque numéro d'expérience

L'observation de ce tableau de résultats nous indique que le taux de calcium dépend fortement des paramètres choisis et principalement du temps de traitement. En effet, le taux de calcium est multiplié par deux environ lorsque le temps de traitement passe de 3 à 24 heures. Le taux de phosphore est quasiment identique pour des durées de traitement de 3h et 24h. Il est par contre légèrement plus faible pour des durées de 6h et 12h. Ces phénomènes montrent un rapport Ca/P fortement dépendant des paramètres choisis.

Le fait que le taux de phosphore n'évolue quasiment pas avec les paramètres du traitement est une bonne chose. En effet, il sera donc possible en jouant sur ceux-ci de faire évoluer le rapport Ca/P afin d'obtenir à la surface de nos substituts un dépôt dont le rapport Ca/P est inférieur ou égal à celui de l'os humain qui est compris entre 1,57 et 1,62.

## b. observations au microscope électronique à balayage

Le traitement à l'hydroxyde de sodium a pour particularité de modifier l'aspect visuel de la surface du titane en créant des sortes d'écaillés. Ceci est visible sur les figures IV-16 et IV-17 où l'on compare des images provenant de la littérature avec les images que nous avons faites sur des échantillons traités au NaOH pendant 24h, à une échelle similaire. La figure IV-16 présente la comparaison avant immersion dans le SBF alors que la figure IV-17 compare les surfaces après cette immersion. On remarque que l'immersion dans le SBF change aussi l'aspect de la surface en augmentant la taille des cratères. Comme le montrent ces deux figures les résultats que nous obtenons concordent avec la littérature.

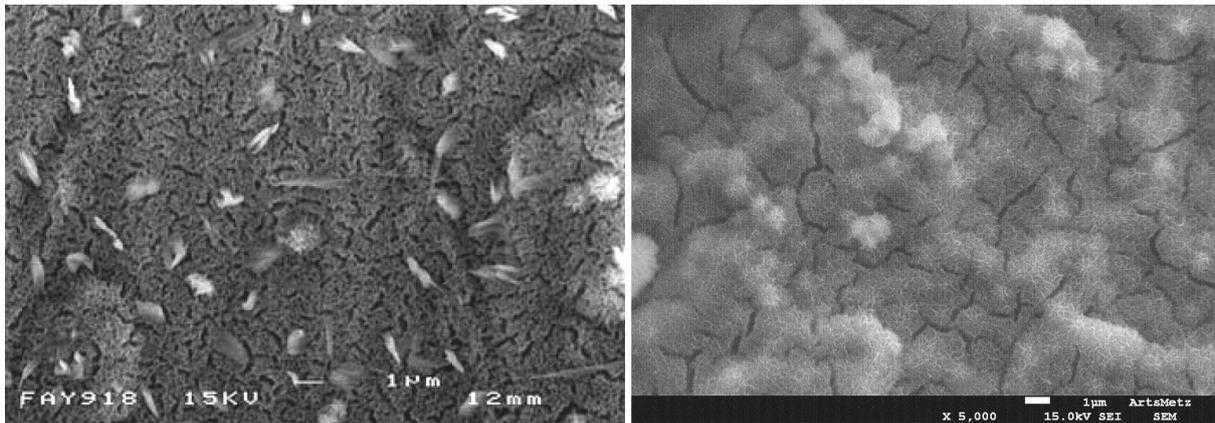


Figure IV-16 : Comparaison des aspects des surfaces obtenues après un traitement de 24h à la soude, avant immersion dans du SBF. A gauche image provenant des travaux de T.F. Hong et al.<sup>59</sup>, à droite image d'un de nos échantillons.

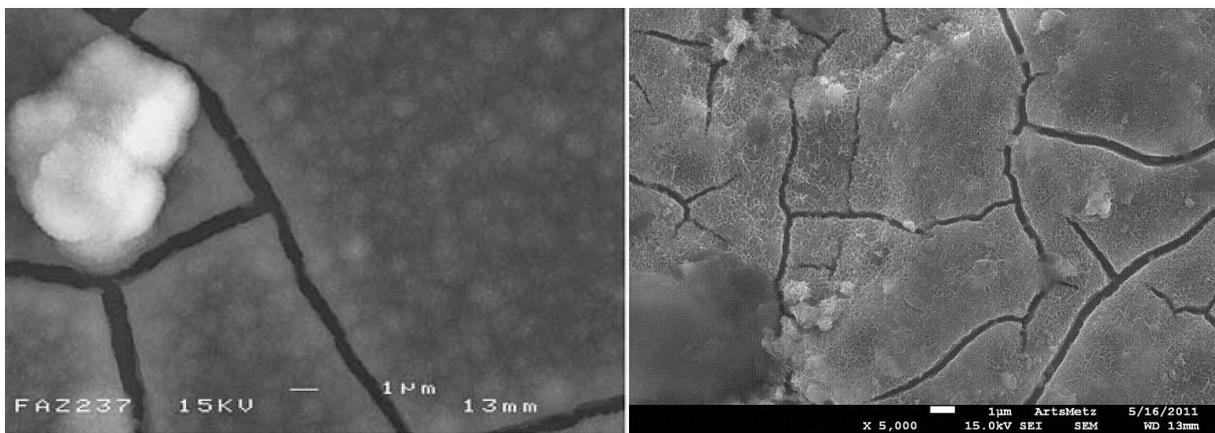


Figure IV-17 : Comparaison des aspects des surfaces obtenues après un traitement de 24h à la soude, après immersion dans du SBF. A gauche image provenant des travaux de T.F. Hong et al.<sup>59</sup>, à droite image d'un de nos échantillons.

La modification de la surface des échantillons par le traitement à l'hydroxyde de sodium est bien visible pour des traitements d'une durée assez longue. Par contre pour de petits temps de traitement, bien que la surface soit modifiée chimiquement, l'aspect visuel n'est pas le même. On constate sur la figure IV-18 la différence entre un traitement de 3h et de 24h. Ainsi l'aspect craquelé au bout de 3 heures de traitement est très superficiel et presque invisible.

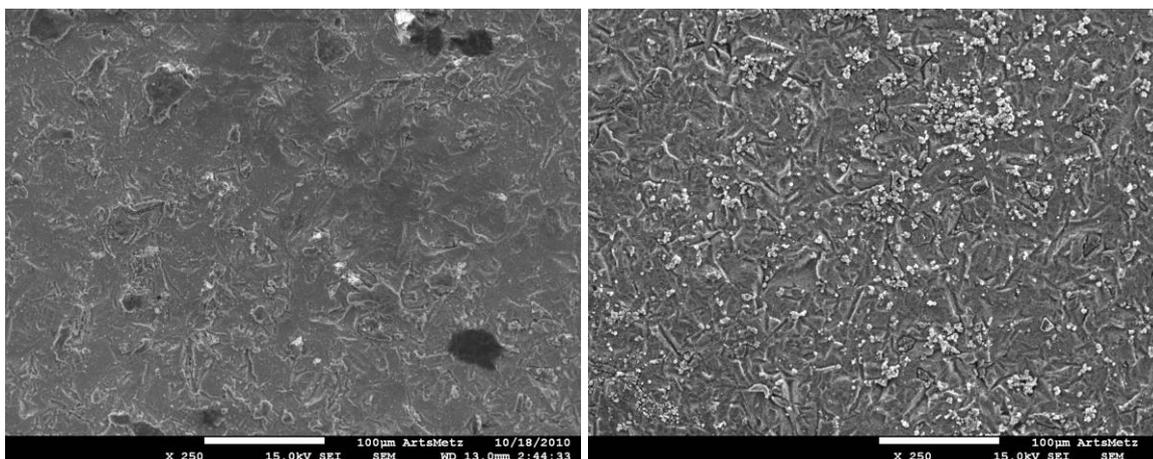


Figure IV-18 : Observation de la surface d'échantillons après le traitement à la soude. A gauche après 3h de traitement (expérience n°1), à droite après 24h (expérience n°8)

Les images de la figure IV-18, tout comme le tableau IV-5, montrent que le temps de traitement a une grande influence sur le dépôt de Ca. En effet l'échantillon de l'expérience 8 montre beaucoup plus de traces blanches qui, d'après les analyses chimiques, sont des traces de calcium. Sur l'échantillon de l'expérience n°1 il est impossible de voir le dépôt de phosphate de calcium à cette échelle. L'analyse chimique montre cependant qu'il y a bien un dépôt d'apatite. Ceci signifie que le dépôt a une épaisseur trop faible pour pouvoir être observé de cette manière.

### c. dépouillement du plan d'expériences

Le logiciel JMP 9 (SAS, USA) est utilisé pour traiter les données du plan d'expériences. Les quantités de calcium et de phosphore obtenues pour chaque mesure sont entrées dans le logiciel. Celui-ci est alors capable d'estimer les quantités moyennes de calcium et de phosphore ainsi que les écarts-types pour des valeurs de paramètres qui n'ont pas été testés. Il nous permet aussi d'observer finement l'influence de chaque paramètre sur l'efficacité du traitement.

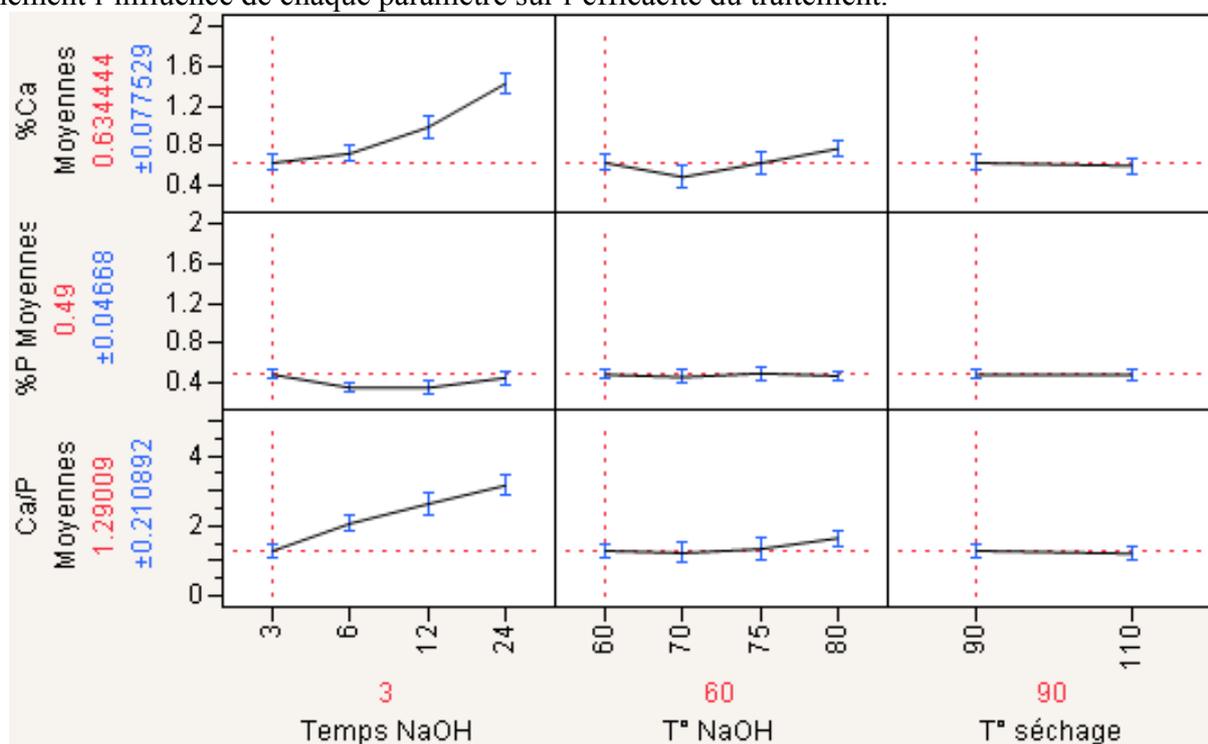


Figure IV-19 : Analyse des résultats moyens du plan d'expérience

La figure IV-19 présente l'influence de chaque paramètre sur les quantités de calcium et de phosphore et sur le ratio Ca/P. Les chiffres en rouge correspondent à une combinaison de paramètre bien définie : le temps de traitement au NaOH est de 3h, sa température de 60°C et la température de séchage de 90°C. Ces paramètres sont pris comme référence afin d'observer l'influence de leur modification sur la composition du dépôt. On constate sur cette figure que le taux de calcium augmente avec le temps de traitement à la soude. C'est le paramètre le plus influent sur le dépôt de phosphate de calcium et donc sur l'efficacité du traitement. La variation du taux de calcium est peu dépendante de la température de la soude, mais on observe tout de même une tendance à la croissance de ce taux avec la température.

L'influence de la température de la soude et de la température de séchage sur le taux de phosphore n'est pas significative. Par contre on remarque que le plus haut taux de phosphore est obtenu pour des durées d'immersion dans la soude de trois ou 24 heures.

Cette étude montre que les paramètres pris en compte n'influencent quasiment pas le dépôt de phosphore. Ils agissent principalement sur le dépôt de calcium qui modifie directement le rapport Ca/P. En effet, le rapport Ca/P augmente avec le temps de traitement et légèrement avec la température de la soude. Par contre la température de séchage, n'ayant quasiment pas d'effet sur les dépôts de calcium et de phosphore, n'influe pas sur ce rapport.

Le rapport Ca/P peut évoluer entre  $1,15 \pm 0,3$  et  $3,52 \pm 0,21$  en fonction des paramètres de traitement choisis. Il est donc évident de sélectionner des paramètres de traitement propices à la formation d'une forme de phosphate de calcium bien précise.

Les paramètres donnant lieu au traitement optimal ont été testés dans l'expérience n°4. En effet, un temps de traitement de 3h pour une température de l'hydroxyde de sodium de 80°C puis un séchage à 110°C sont les paramètres qui, parmi toutes les combinaisons possibles, permettent d'obtenir un dépôt en surface du matériau après immersion dans le SBF dont la composition est très proche de celle de l'os. Le dépôt engendré affiche un rapport Ca/P= $1,57 \pm 0,15$ , celui de l'os étant compris entre 1,57 et 1,62.

#### **d. étude de l'homogénéité du dépôt**

Les analyses précédentes ont été faites sur des surfaces importantes de  $240 \times 240 \mu\text{m}^2$ . Ceci nous permet de connaître la composition globale du film de phosphate de calcium déposé à la surface du titane. Cependant, celui-ci peut être totalement hétérogène avec des concentrations en calcium et phosphore variables sur cette zone. Pour vérifier l'homogénéité de ce dépôt deux approches sont envisagées. Tout d'abord des cartographies de la zone sont effectuées afin de connaître la répartition du calcium et du phosphore. Ensuite nous procédons à trois analyses dites « locales » par échantillon. Ces analyses effectuées sur des zones d'un  $\mu\text{m}^2$  permettent, même si leur faible nombre ne satisfait pas pour conclure quant à l'homogénéité du dépôt sur toute la surface du titane, de se faire une idée sur la répartition du calcium et du phosphore. Ces analyses locales nous permettent de connaître la composition exacte du dépôt en un endroit donné, alors que les analyses globales ne donnaient qu'une composition moyenne.

Les cartographies des principaux éléments se trouvant à la surface d'un échantillon de l'expérience n°5 sont présentées sur la figure IV-20. La figure IV-20a est une image de la surface analysée alors que les figures IV-20b, IV-20c, IV-20d et IV-20e sont respectivement les cartographies du titane, de l'oxygène, du calcium et du phosphore. Sur celles-ci, l'intensité de blanc correspond à la quantité de l'élément en question. On remarque la présence de titane et d'oxygène sur toute la surface. Le calcium et le phosphore sont eux aussi présents de façon homogène d'après les cartographies. En effet le mouchetis qui apparaît sur les cartographies est dû au temps de l'analyse qui doit être extrêmement long pour améliorer les statistiques. Les acquisitions ont été effectuées pendant 8 minutes pour chaque analyse, ce qui permet d'obtenir un bon compromis entre le temps et la qualité des résultats.

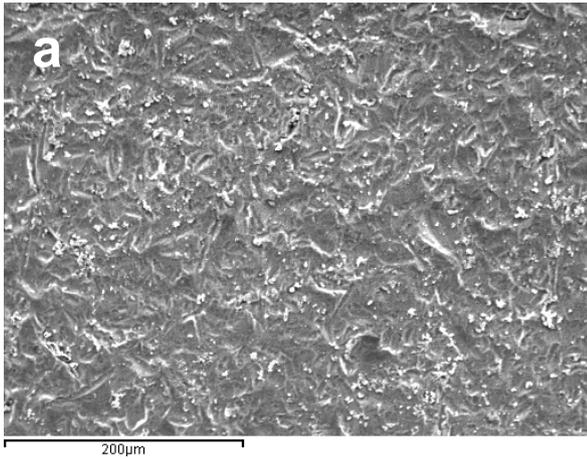
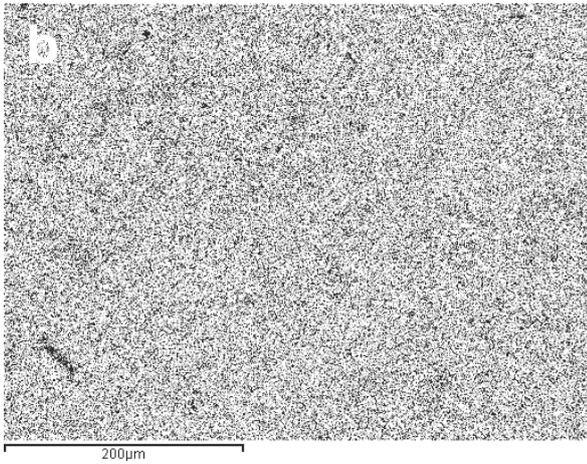
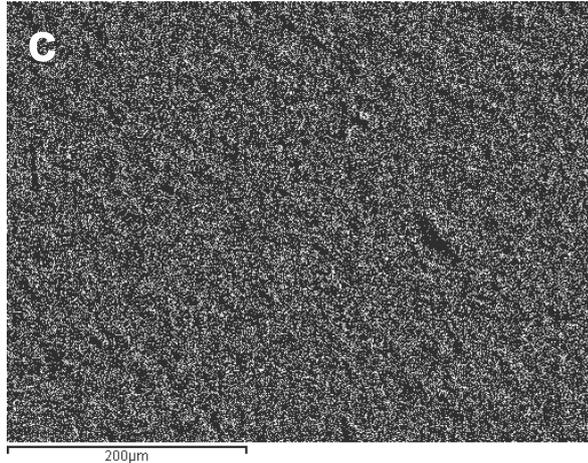


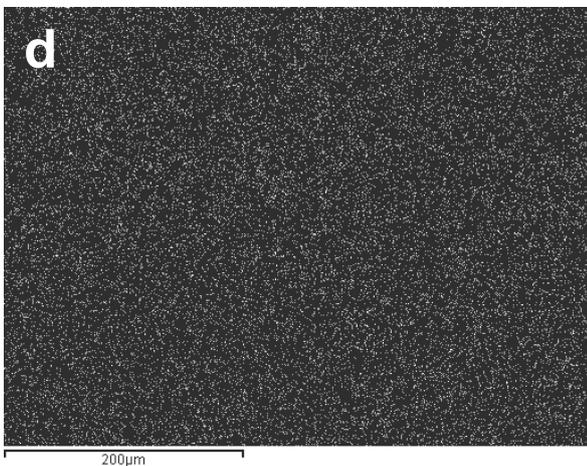
Image de la zone étudiée



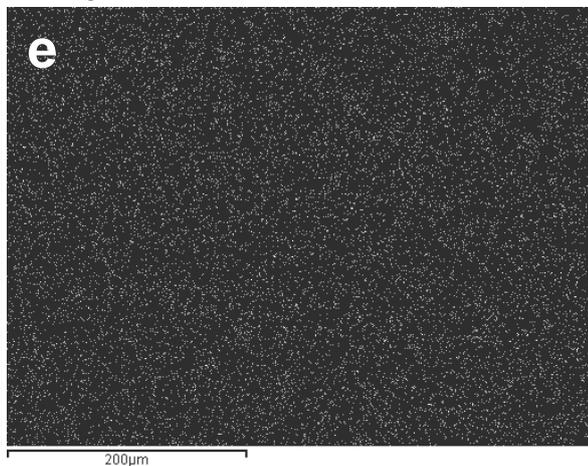
Ti



O



Ca



P

Figure IV-20 : Répartition des éléments dans une zone analysée par EDX sur un échantillon de l'expérience 5

Afin de confirmer les conclusions tirées des cartographies, trois analyses ponctuelles ont été réalisées sur chaque échantillon. La position des analyses, tout comme pour les analyses moyennes a été choisie au hasard. Il est ainsi possible d'étudier l'influence des paramètres du traitement sur la composition chimique du dépôt formé en surface des échantillons. Les seules trois analyses par échantillons seront insuffisantes pour réaliser de bonnes statistiques, mais elles nous permettent tout de même de nous assurer que la composition chimique du dépôt est semblable sur toute la surface de l'échantillon.

Sur le tableau IV-6 on peut observer les différences entre les moyennes et écarts types des analyses globales et des analyses locales pour chaque échantillon. Il est alors possible, en comparant ces deux grandeurs, d'évaluer l'homogénéité du dépôt de phosphate de calcium. En effet, en comparant les valeurs moyennes, il est possible de voir si les analyses locales sont représentatives de la composition chimique globale du film de phosphate de calcium. En nous intéressant aux écarts types, nous pouvons connaître la répartition des valeurs des Ca/P locaux autour de la valeur moyenne et donc l'homogénéité du dépôt. Les valeurs moyennes des analyses locales sont proches de celles obtenues suite aux analyses globales. Les écarts types quant à eux sont plus importants pour les analyses locales, mais ils restent dans la plupart des cas comparables à ceux observés pour les analyses globales. Il existe des exceptions pour les échantillons 4b, 5a et 6a où les moyennes et les écarts types des analyses locales sont bien plus élevés. Ceci est dû à une mesure sur les trois réalisées qui a été effectuée sur une particule de calcium. Le rapport Ca/P augmente donc considérablement ce qui fausse les données. Les résultats des analyses locales seraient beaucoup plus représentatifs s'il avait été possible d'en réaliser un nombre beaucoup plus important. Celles-ci ont été limitées à trois car le temps nécessaire aux analyses aurait été beaucoup trop élevé.

N° Echantillon	Ca/P globales	Ca/P locales
1a	1,36±0,07	1,28±0,15
1b	1,17±0,05	1,12±0,11
1c	1,34±0,04	1,42±0,64
2a	1,42±0,06	1,30±0,19
2b	1,55±0,05	1,42±0,09
2c	1,75±0,04	1,56±0,02
3a	1,86±0,09	2,10±0,05
3b	2,2±0,16	2,38±0,20
3c	1,92±0,06	2,17±0,10
4a	1,95±0,13	2,23±0,32
4b	1,82±0,92	9,57±11,64
4c	2,61±0,29	2,78±0,59
5a	2,42±0,24	6,11±5,35
5b	2,77±0,28	2,99±0,26
5c	2,52±0,12	2,39±0,16
6a	2,51±0,07	8,27±7,13
6b	2,65±0,08	2,56±0,23
6c	2,64±0,16	2,65±0,20
7a	3,28±0,46	3,57±0,42
7b	3,20±0,62	3,29±0,58
7c	2,58±0,08	2,70±0,20
8a	3,55±0,29	3,57±0,21
8b	3,47±0,11	3,55±0,35
8c	3,54±0,11	3,49±0,27

Tableau IV-6 : comparaison des rapports Ca/P des analyses globales et des analyses locales

En comparant le dépouillement du plan de Taguchi avec les résultats obtenus pour les analyses locales, visible sur la figure IV-21, avec le dépouillement de la figure IV-19 effectué suite aux analyses globales, on peut remarquer que les tendances sont les mêmes. En effet les mêmes conclusions que pour le tableau précédent peuvent être émises. Les valeurs moyennes sont très proches quel que soit le type d'analyses. Par contre les écarts types sont plus élevés en utilisant les analyses locales.

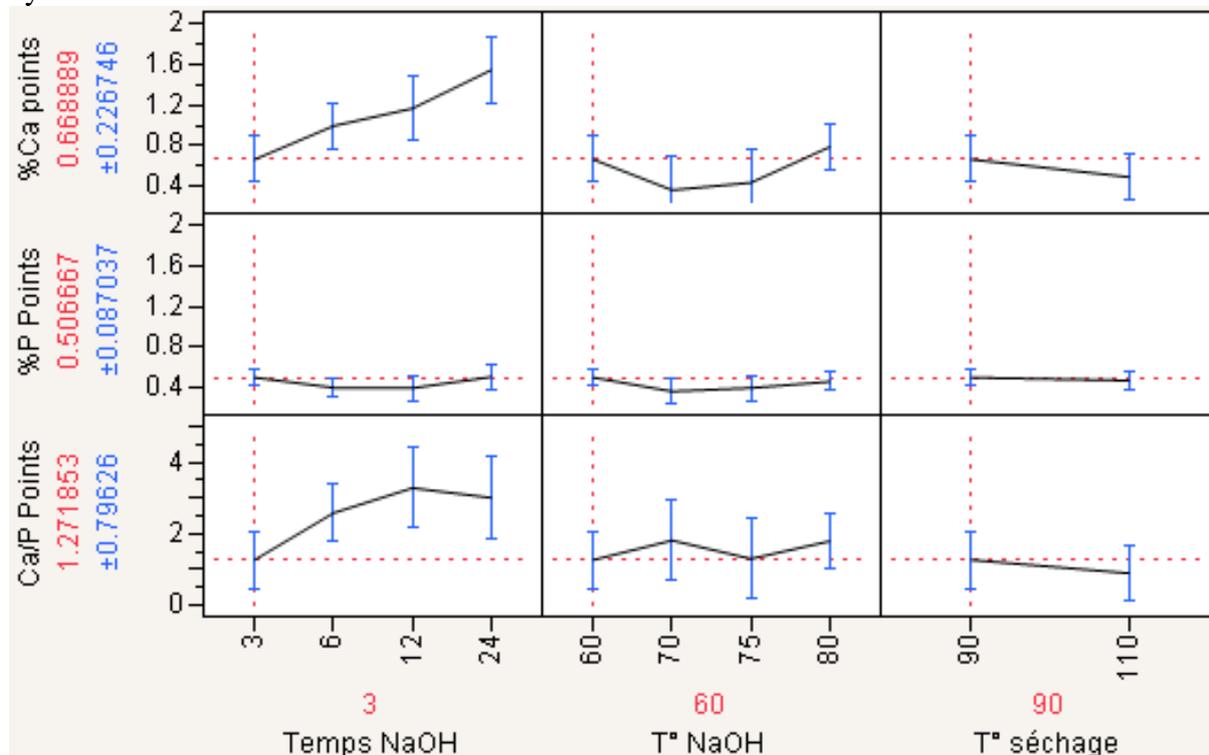


Figure IV-21 : Analyse des résultats locaux du plan d'expérience

Les différences entre les résultats pour les analyses globales et locales peuvent s'expliquer par le fait que, comme dit précédemment, pour limiter le temps d'étude, seulement trois analyses locales ont été réalisées par échantillon. Ce nombre d'analyses est faible et sûrement pas assez représentatif de ce que l'on peut trouver à la surface du matériau. Cependant ces analyses locales permettent de confirmer la répartition homogène du Phosphore et du Calcium sur la surface. Les analyses moyennes sont elles aussi représentatives car le gradient de concentration en phosphore et calcium sur la surface est très faible.

Cette étude a montré que le traitement à la soude avec un temps d'immersion de 24h et une température d'immersion de 60°C présenté dans la littérature n'est pas optimal. En effet les paramètres tels que le temps d'immersion dans la soude et la température du bain de soude ont pu être ajustés afin d'obtenir un dépôt de phosphate de calcium après immersion dans le SBF qui soit le plus proche possible de celui constituant l'os humain. De plus la réduction du temps de traitement à trois heures permet au sous traitant d'effectuer, dans une même journée, la réception de l'implant, son traitement chimique, son conditionnement et sa livraison. Le traitement idéal consiste en une immersion dans l'hydroxyde de sodium à 80°C pendant trois heures, suivie d'un séchage à 110°C. Ceci nous permet d'obtenir un rapport Ca/P de  $1,57 \pm 0,15$  qui est très proche de celui de l'os humain compris entre 1,57 et 1,62 (Kokubo<sup>46</sup>).

L'optimisation du traitement à l'hydroxyde de sodium a été effectuée. L'implantation d'un substitut osseux nécessite des phases de nettoyage et de stérilisation supplémentaires. Nous allons étudier l'influence de ces nouveaux paramètres sur le traitement à l'hydroxyde de sodium. Dans la partie qui suit le traitement à l'hydroxyde de sodium utilisé est celui présenté dans la littérature<sup>46</sup>. En effet, tous les échantillons ayant été fabriqués en même temps nous n'avons donc pas réalisé l'optimisation lors de la définition du plan d'expérience suivant.

## D. Influence des paramètres liés au conditionnement des substituts et à leur implantation

De nombreux paramètres peuvent entrer en compte, d'un point de vue industriel, au niveau de la capacité du matériau à être recouvert d'une couche d'apatite. En effet des paramètres tels que le type de décapage, le nettoyage des implants et leur stérilisation influent sur la surface du matériau.

### 1. Plan d'expériences

Le sous-traitant réalisant les traitements de surfaces sur les implants OBL a pour habitude d'utiliser de l'acide fluoro nitrique afin de décapier le titane. Ce procédé est bien plus efficace que le décapage au HCl préconisé dans la littérature avant le traitement à l'hydroxyde de sodium car un temps d'immersion de seulement 1 minute est réalisé comparé aux deux heures nécessaires dans le HCl. Le décapage précédant le traitement à la soude est réalisé, dans la littérature, avec du HCl. Pour plus d'efficacité nous souhaitons utiliser un décapage à l'acide fluoro nitrique mais nous devons comparer ces deux décapages afin de savoir si nous pouvons utiliser le HFNO<sub>3</sub> plutôt que le HCL. Cette analyse est faite en comparant les échantillons D et G. L'échantillon D a été décapé au HCl tandis que le G est décapé au HFNO<sub>3</sub>. Ces échantillons n'ont pas été autoclavés pour s'approcher au plus près du traitement proposé dans la littérature par Kokubo<sup>46</sup>. Le HFNO<sub>3</sub> est utilisé afin de désoxygéner la couche d'oxyde en surface du titane. Celle-ci est recréée naturellement une fois le titane à l'air libre. Cependant la nouvelle couche est plus fine que la précédente.

Ce même sous-traitant effectue un lessivage des implants (appelé nettoyage standard) avec une solution alcaline après les avoir traités. Nous allons étudier l'influence de ce lessivage sur la bioactivité d'échantillons de titane.

Enfin une opération nécessaire effectuée juste avant l'implantation est la stérilisation. Celle-ci est réalisée par autoclave et nous désirons savoir si ce paramètre a une influence sur le traitement à l'hydroxyde de sodium indiqué par la littérature (Kokubo<sup>46</sup>).

Le tableau IV-7 présente les quatre types de protocoles testés pour répondre à ces questions.

D	G
Décapage HCl (10%) 2h Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage + Séchage 100° Nettoyage standard	Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage + Séchage 100° Nettoyage standard

H	I
Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage + Séchage 100° Nettoyage standard Autoclavage	Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçages + Séchage 100° Autoclavage

Tableau IV-7 : Protocoles de préparation des échantillons pour tester l'influence du décapage, du nettoyage standard et de la stérilisation sur la bioactivité.

Les rinçages sont effectués avec de l'eau déminéralisée. Le nettoyage lavage standard consiste en un rinçage des échantillons avec de l'eau dure et à leur immersion dans une solution alcaline composée de 15 à 30% de phosphate. Les échantillons sont ensuite rincés à l'eau déminéralisée.

## 2. Analyse des échantillons

### a. influence du type de décapage

Au niveau de la structure du dépôt, sur la figure IV-22 on remarque que le décapage au  $\text{HFNO}_3$  engendre, après le traitement à la soude, un dépôt dont la structure paraît être plus fine que lors du décapage au  $\text{HCl}$ .

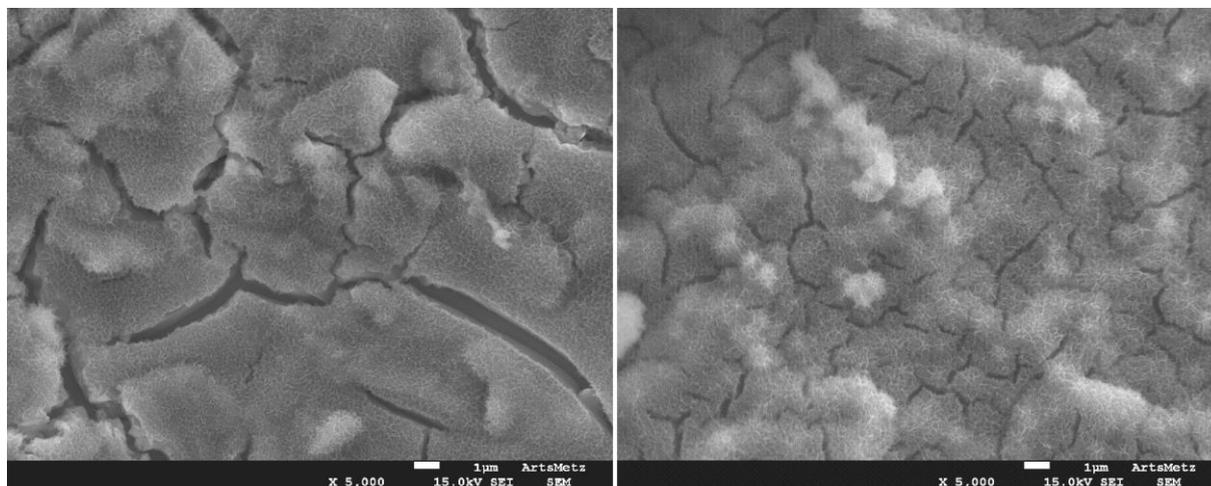


Figure IV-22 : comparaison des états de surface des échantillons D décapé au  $\text{HCl}$  (à gauche) et G décapé au  $\text{HFNO}_3$  (à droite) sans immersion dans le SBF.

Après immersion, sur le tableau IV-8, on remarque que le décapage au  $\text{HCl}$  fait augmenter le taux de calcium et de phosphore tout en diminuant le rapport  $\text{Ca/P}$ . Cependant, même si ce rapport chute, il est toujours proche de 4. Le dépôt en surface n'est donc pas composé uniquement d'apatite. Etant donné que le décapage  $\text{HCl}$  ne présente pas d'avantage flagrant par rapport à l'acide fluoro nitrique et qu'il doit être réalisé sur une durée bien plus longue, nous pouvons en conclure que son intérêt est moindre dans un contexte industriel.

	D moyenne	G moyenne
Ca	1,70 ± 0,09	0,99 ± 0,05
P	0,46 ± 0,04	0,23 ± 0,04
Ca/P	3,67 ± 0,35	4,29 ± 0,59

Tableau IV-8 : moyenne du taux de chaque élément présent en surface des échantillons D et G après leur immersion dans le SBF

### b. influence du nettoyage standard

Le sous-traitant réalisant le traitement chimique a pour habitude d'effectuer un « nettoyage standard » des échantillons après traitement. En comparant les échantillons H et I il est possible de connaître l'influence de ce nettoyage sur le dépôt d'apatite.

Avant l'immersion dans le SBF aucun dépôt de phosphore n'est présent sur les échantillons qui n'ont pas été nettoyés. Les dépôts visibles sur la figure IV-23 sont en effet uniquement composés de calcium pour l'échantillon I.

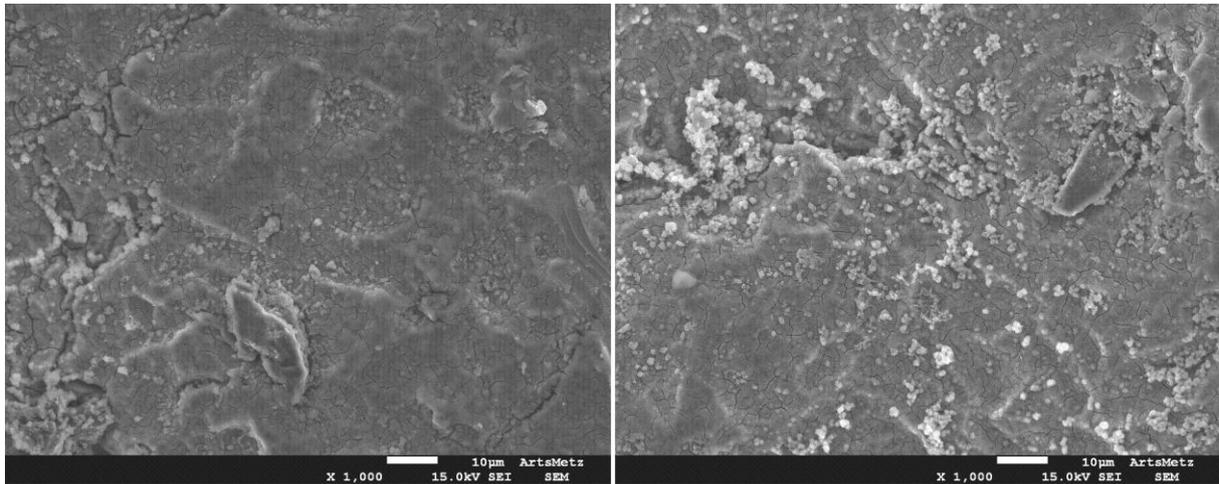


Figure IV-23 : comparaison de zones observées en microscopie électronique à balayage des échantillons H (à gauche) et I (à droite) sans immersion dans le SBF

Le constat est le même après immersion dans le SBF. En effet, le taux de phosphore est toujours proche de 0 sur l'échantillon I comme l'indique le tableau IV-9.

De plus, l'absence de nettoyage fait également chuter légèrement le taux de calcium, comme on peut le constater sur ce même tableau. On remarque sur la figure IV-24 un dépôt très important sur l'échantillon H. Le tableau IV-9 présente un rapport Ca/P de 2,8 ce qui signifie que celui-ci n'est pas composé uniquement d'apatite. Cependant il est de meilleure qualité que le dépôt visible pour l'échantillon I, pour lequel le rapport Ca/P est de 10,2.

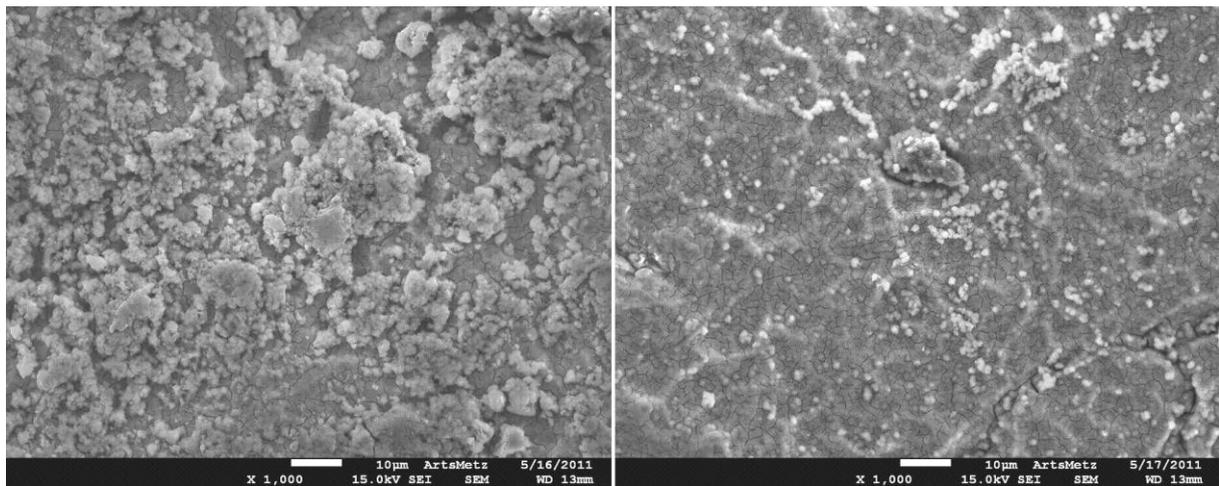


Figure IV-24 : comparaison de zones observées en microscopie électronique à balayage des échantillons H (à gauche) et I (à droite) après leur immersion dans le SBF

	H moyenne	I moyenne
Ca	1,16 ± 0,20	0,92 ± 0,06
P	0,41 ± 0,09	0,09 ± 0,01
Ca/P	2,86 ± 0,58	10,38 ± 1,60

Tableau IV-9 : moyenne du taux de chaque élément présent en surface des échantillons H et I après leur immersion dans le SBF

Le nettoyage standard est nécessaire et doit être réalisé sur les implants, sans quoi le dépôt qui se formera en surface sera composé quasiment exclusivement de calcium. Ceci écarte donc la possibilité de formation d'apatite.

### c. influence de la stérilisation

La stérilisation des implants dans les hôpitaux se fait fréquemment grâce à un autoclave. Il s'agit d'un équipement hermétique dans lequel est placé le matériel à stériliser. La stérilisation s'effectue par une mise en pression et en température de vapeur d'eau saturée. Nous souhaitons connaître l'influence de ce traitement sur le dépôt d'apatite en comparant des échantillons G et H.

Comme le montre la figure IV-25, l'état de l'oxyde formé par le traitement à l'hydroxyde de sodium n'est pas modifié par l'autoclave avant immersion dans le SBF. Nous pouvons donc en conclure que ce procédé n'agit pas négativement sur le traitement à l'hydroxyde de sodium effectué au préalable.

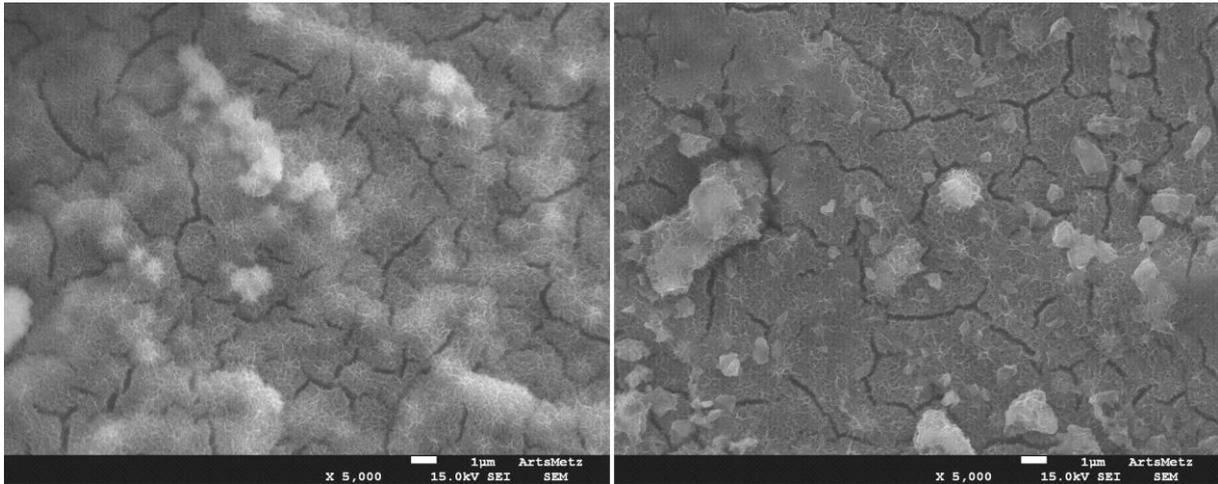


Figure IV-25 : Comparaison de zones observées en microscopie électronique à balayage des échantillons G (à gauche) et H (à droite) sans immersion dans le SBF

L'examen du tableau IV-10 représentant les taux de Ca et P après immersion dans le SBF montre que l'autoclavage permet d'augmenter légèrement la quantité de calcium (de 0,99% à 1,16% dans le tableau IV-10) mais augmente significativement la quantité de phosphore (de 0,23% à 0,41%)

La figure IV-26 montre un dépôt blanchâtre pour l'échantillon G. Le rapport Ca/P de cet échantillon est de 4,3. Le dépôt présent sur l'échantillon H est bien plus important et possède un rapport Ca/P égal à 2,8 d'après le tableau IV-10. Nous pouvons donc supposer qu'en proportion, le dépôt contient plus d'apatite avec autoclavage que sans. De plus les quantités de calcium et de phosphore sont plus importantes.

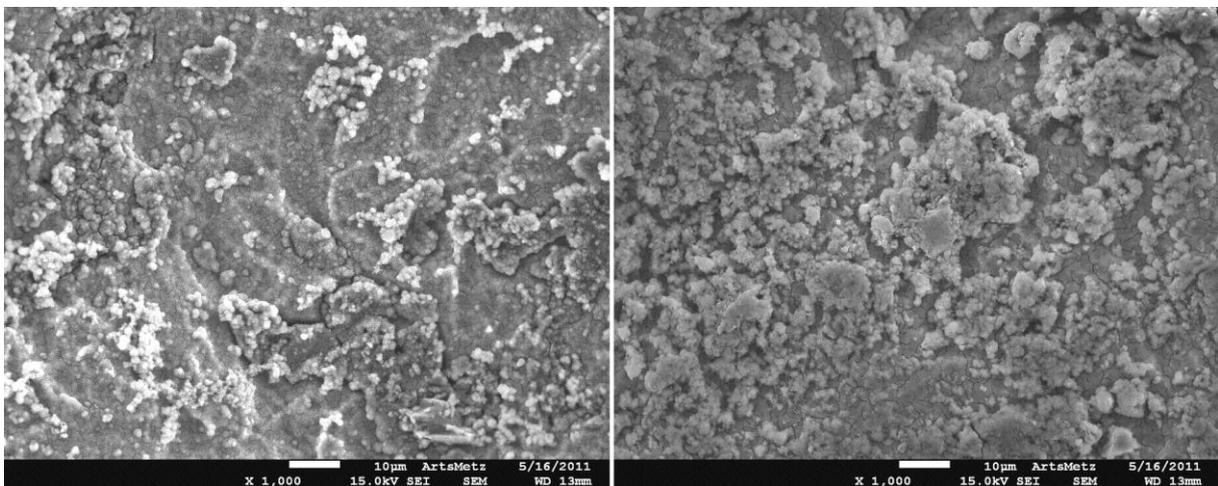


Figure IV-26 : Comparaison de zones observées en microscopie électronique à balayage des échantillons G (à gauche) et H (à droite) après leur immersion dans le SBF

	G moyenne	H moyenne
Ca	0,99 ± 0,05	1,16 ± 0,20
P	0,23 ± 0,04	0,41 ± 0,09
Ca/P	4,29 ± 0,59	2,86 ± 0,58

Tableau IV-10 : moyenne du taux de chaque élément présent en surface des échantillons G et H après leur immersion dans le SBF

Dans la littérature, principalement dans l'étude réalisée par Kokubo<sup>46</sup>, nous avons vu que la présence de groupes hydroxyles à la surface du titane permet d'induire la formation d'apatite. Le fait de soumettre nos échantillons à l'autoclave peut permettre de créer ces groupes TiOH. En effet la vapeur d'eau va avoir pour effet de modifier la structure de la couche en surface et de l'hydrater. Nous pouvons conclure de cette analyse que l'autoclave, traitement nécessaire à l'implantation, s'avère très efficace pour la bioactivité des échantillons.

## E. Définition d'un nouveau traitement

D'après la littérature<sup>46</sup>, le traitement à la soude est instable à la fois mécaniquement et chimiquement. Bien que nous n'ayons pas remarqué de problème au niveau chimique alors que les échantillons ont été utilisés un mois après leur fabrication, nous n'avons pas réalisé d'essais mécaniques sur ceux-ci afin de contrôler la tenue de la couche d'oxyde générée par le traitement. Nous avons donc décidé de créer un nouveau traitement combinant le traitement à la soude indiqué par la littérature avec une anodisation.

Le rôle de l'anodisation réalisée après le traitement à l'hydroxyde de sodium est de stabiliser la couche d'oxyde que l'on trouve suite à ce dernier.

Une anodisation réalisée avant ce traitement permet de préparer la surface des échantillons afin de maîtriser l'épaisseur de la couche de TiO<sub>2</sub>.

Pour cela nous étudions dans cette partie l'influence de différents paramètres sur ce nouveau traitement, tels que la tension d'anodisation ou l'ordre dans lequel ces traitements consécutifs sont réalisés.

Tout comme lors des études précédentes, des échantillons ayant subi divers traitements (tableau IV-11) sont immergés pour une durée d'une semaine dans le SBF. L'observation des échantillons ainsi que leur analyse chimique suite à l'immersion dans le SBF permet de connaître l'influence de tous les paramètres étudiés.

### 1. Plan d'expériences

Le tableau IV-11 présente les cinq types d'échantillons qui ont été fabriqués afin de proposer une optimisation du traitement de surface des échantillons.

Les valeurs de tension ont été choisies : 15, 50, 75, 90 et 110V après concertation avec un chimiste réalisant les anodisations. Les tensions d'anodisation ont été limitées à deux dans le cas où elles ont été réalisées avant le traitement à l'hydroxyde de sodium car ce traitement paraissait a priori moins intéressant que de réaliser l'anodisation après le traitement à la soude.

A	B	C
Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage Anodisation 50V Rinçage + Séchage 100° Nettoyage lavage standard	Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage Anodisation 75V Rinçage + Séchage 100° Nettoyage lavage standard	Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage Anodisation 110V Rinçage + Séchage 100° Nettoyage lavage standard

E	F
Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages Anodisation 90V Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage + Séchage 100° Nettoyage lavage standard	Décapage HFNO <sub>3</sub> 1min Rinçages Anodisation 15V Rinçages NaOH 10M 60° 24h Rinçage + Séchage 100° Nettoyage lavage standard

Tableau IV-11: Différents traitements appliqués aux échantillons de titane

## 2. Analyses des échantillons

### a. résultats des analyses chimiques

Après leur immersion dans le SBF, chaque échantillon est observé par microscopie électronique et des analyses chimiques sont réalisées afin de connaître la composition du dépôt formé en surface. Trois analyses chimiques sur des zones de  $240 \times 240 \mu\text{m}^2$  sont réalisées sur chaque échantillon afin d'améliorer les statistiques. Les résultats des différents essais sont rapportés dans le tableau IV-12.

	Ca	P	Ca/P
A	$1,45 \pm 0,03$	$0,86 \pm 0,04$	$1,68 \pm 0,06$
B	$1,21 \pm 0,05$	$0,58 \pm 0,04$	$2,07 \pm 0,08$
C	$0,47 \pm 0,09$	$0,39 \pm 0,07$	$1,23 \pm 0,18$
E	$0,62 \pm 0,11$	$0,23 \pm 0,05$	$2,73 \pm 0,23$
F	$1,22 \pm 0,16$	$0,39 \pm 0,07$	$3,10 \pm 0,20$

Tableau IV-12 : Taux de calcium et phosphore (en % atomique) et rapport Ca/P moyens pour chaque groupe d'échantillons après leur immersion dans le SBF

### b. définition du traitement optimal

En comparant les données du tableau IV-12 pour les échantillons A, B et C, on remarque que la tension d'anodisation a une influence sur le dépôt qui s'effectue lors de l'immersion. En effet, l'augmentation de la tension fait chuter les taux de ces éléments.

Le traitement NaOH + anodisation est intéressant, car si on compare ces traitements (A, B, C) à un traitement à la soude uniquement (échantillon G, données du tableau IV-11) on remarque que le rapport Ca/P est bien plus faible (inférieur à 2 pour anodisation + NaOH contre 4,3 pour le traitement NaOH). Il y a donc beaucoup plus de chance pour que le composé formé à la surface des échantillons ayant subi les deux traitements consécutifs soit de l'apatite.

De plus, on peut remarquer que les taux de calcium et de phosphore sont bien plus importants pour le traitement combiné à faible tension d'anodisation que pour le traitement NaOH seul.

En observant la figure IV-27, on remarque également que la tension d'anodisation a une grande influence sur l'état de surface des échantillons. En effet, à faible et moyenne tension la couche provenant du traitement à l'hydroxyde de sodium est altérée. On remarque sur la figure IV-29 un léger décollement de la couche due au traitement chimique. Les dépôts d'apatite sont de bonne qualité comme le montre le tableau IV-12. Par contre pour une tension de 110V la couche du traitement à la soude paraît avoir été totalement modifiée, on remarque sur la figure IV-29c une surface oxydée. Ceci conduit à un rapport Ca/P de 1.22, ce qui est convenable, cependant les quantités de calcium et de phosphore sont plus faibles que pour les échantillons A et B. En conclusion pour ces trois premiers essais, le traitement à l'hydroxyde de sodium suivi d'une anodisation à 50V paraît être optimal.

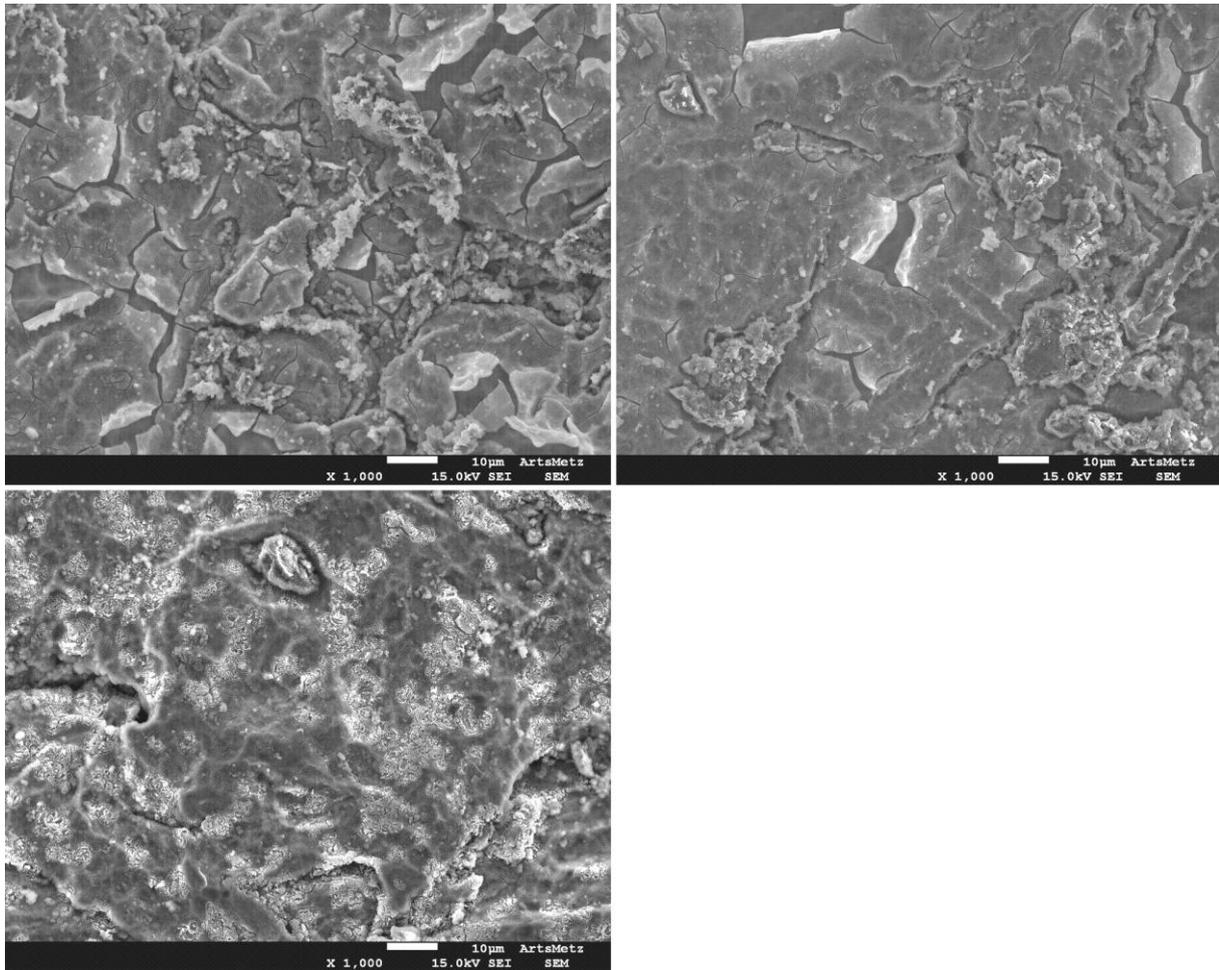


Figure IV-27 : Comparaison des zones observées en microscopie électronique à balayage des échantillons A (en haut à gauche), B (en haut à droite) et C (en bas) après leur immersion dans le SBF

Les échantillons E et F ont subi un traitement combiné : anodisation puis NaOH. Nous souhaitons déterminer l'influence de la préparation de la surface des échantillons par une anodisation contrôlée avant d'effectuer le traitement à l'hydroxyde de sodium. Contrairement aux échantillons A, B et C, l'anodisation a donc eu lieu avant le traitement à la soude. Après immersion, une anodisation à faible voltage (échantillon F) semble augmenter les taux de calcium et de phosphore par rapport à une anodisation à tension élevée (cf tableau IV-12). Par contre le rapport Ca/P augmente également. Ceci est dû au fait qu'avec une tension d'anodisation élevée l'épaisseur de la couche de  $\text{TiO}_2$  présente sur le titane est augmentée et le traitement à l'hydroxyde de sodium peine à remplacer cette couche d'oxyde. L'anodisation à 15V ne crée qu'une faible couche de  $\text{TiO}_2$ , le traitement à l'hydroxyde de sodium est plus efficace et on se rapproche des conditions d'un traitement à l'hydroxyde de sodium seul.

Ce traitement est moins efficace que le traitement NaOH + Anodisation. En effet, il engendre un dépôt de calcium et de phosphore plus faible que le traitement réalisé sur les échantillons de type A et un rapport Ca/P plus élevé. Le traitement à la soude a pour effet de détruire la couche de  $\text{TiO}_2$  afin de la remplacer par un oxyde de titane hydraté. Or, l'anodisation fait croître l'épaisseur de la couche de  $\text{TiO}_2$  présente initialement à la surface du titane. Ceci rend le processus de désoxydation par l'hydroxyde de sodium beaucoup plus difficile. Ainsi l'effet du traitement à l'hydroxyde de sodium est réduit.

## F. Conclusion partielle

Un traitement de surface à l'hydroxyde de sodium a été identifié comme étant le mieux adapté pour améliorer l'ostéointégration des implants en titane. Les traitements présentés dans la littérature étant relativement longs et les paramètres semblant différer selon les équipes de recherche, nous avons décidé de créer un plan d'expérience afin d'optimiser ce traitement. Les paramètres conduisant au traitement le plus efficace sont une immersion dans une solution d'hydroxyde de sodium à 10 mol/litre à 80°C pendant 3h suivi d'un séchage à 110°C.

L'étude de l'influence des paramètres liés au nettoyage des échantillons nous a permis de remarquer que le nettoyage est indispensable à la création d'un film d'apatite. De plus, la stérilisation par autoclave permet d'améliorer l'efficacité du traitement à l'hydroxyde de sodium en augmentant les taux de Ca et P déposés et en faisant chuter le rapport Ca/P du dépôt, ce qui laisse à penser qu'une quantité plus importante d'apatite a été formée.

Suite à cela nous avons cherché à créer un nouveau traitement de surface basé sur le traitement à l'hydroxyde de sodium et sur l'anodisation. L'anodisation doit stabiliser la couche d'oxydes formée par le traitement à la soude. Nous avons déterminé qu'un traitement à l'hydroxyde de sodium tel qu'il est présenté dans la littérature<sup>46</sup> suivi d'une anodisation à 50V est optimal. Ce traitement conduit à un rapport Ca/P proche de celui de l'os humain tout en engendrant des taux de calcium et de phosphore conséquents.

Le traitement idéal paraissant être le couplage NaOH + Anodisation, il pourrait être utile de réaliser des échantillons traités de cette façon puis stérilisés. Au vu des résultats présentés dans cette étude, le dépôt ne pourrait être que de meilleure qualité, car le rapport Ca/P resterait inférieur à 2, avec des taux de calcium et de phosphore plus importants que ceux obtenus pour le traitement sans stérilisation.

Le dernier point intéressant est l'ajustement des paramètres du traitement à l'hydroxyde de soude. En effet l'étude sur l'influence de ces paramètres a montré que le traitement optimal est obtenu pour une immersion de 3 heures dans une solution à 10M NaOH à 80°C. Ceci modifierait fortement les résultats obtenus pour l'échantillon A. Ces conclusions doivent être confirmées par une étude en faisant varier la tension d'anodisation pour des échantillons traités au NaOH pendant de courtes durées.

# **Chapitre V**

**Applications à un cas réel :  
influence de l'environnement  
sur la température du crâne**



Les études réalisées sur la définition de l'architecture ainsi que des traitements de surfaces pour les implants poreux ont mené à de premières implantations. Les premiers cas traités sont des cranioplasties. Une partie du crâne a été endommagée et il est nécessaire de combler l'os manquant par un implant dont un exemple est visible sur la figure 5-1. Ces chirurgies améliorent grandement la vie quotidienne du patient. Tout d'abord d'un point de vue mécanique, l'implant protège le cerveau qui était vulnérable au choc principalement. Puis, l'aspect esthétique est très dégradé lors d'un manque osseux au niveau du crâne.

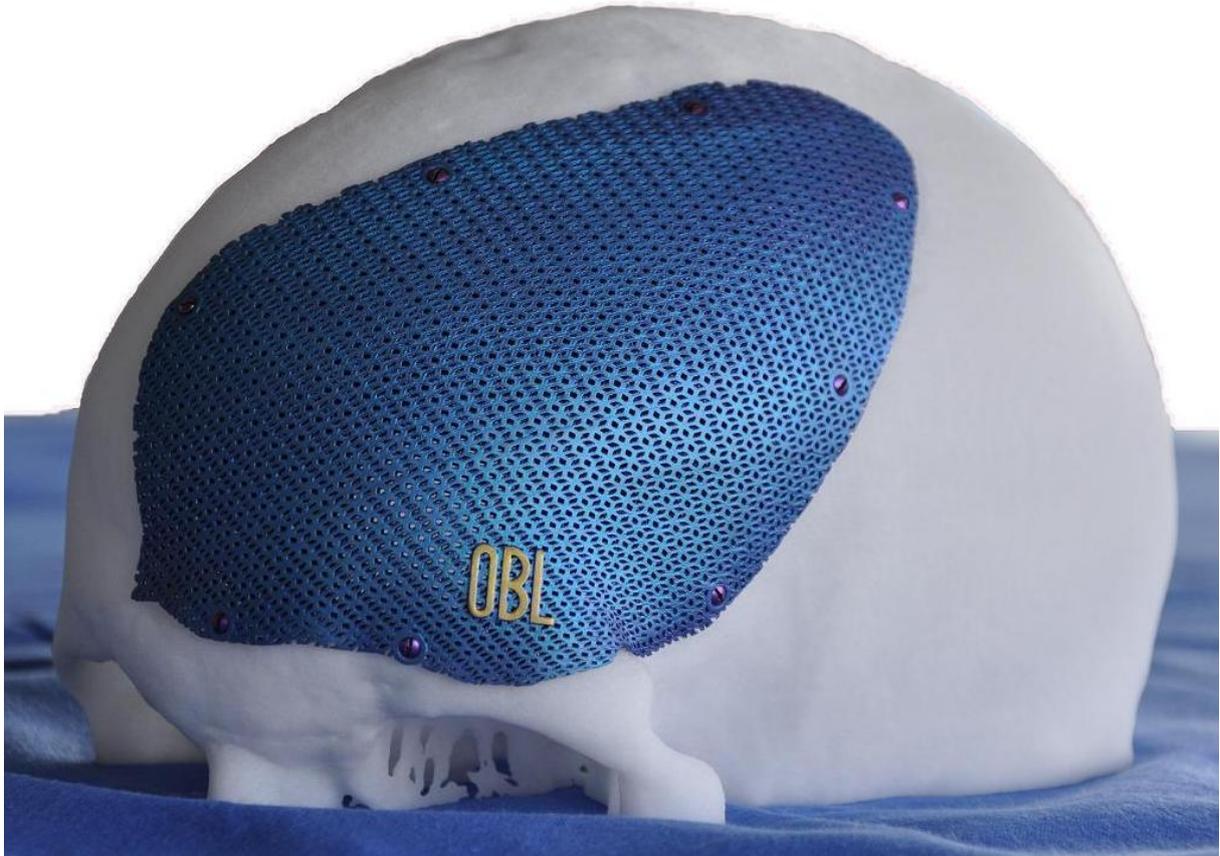


Figure V-1 : Photographie d'un modèle de démonstration d'un implant pour cranioplastie fixé sur un crâne réalisé par stéréolithographie

D'après la société OBL des patients implantés au niveau du crâne peuvent ressentir des douleurs ou des gênes importantes lorsqu'ils s'exposent à des températures très froides ou très chaudes. Nous nous interrogeons donc sur le confort des patients ayant subi une telle intervention et sur les possibilités d'améliorer leur qualité de vie. Pour cela l'étude suivante consiste à évaluer l'influence des variations des conditions ambiantes sur la distribution des températures au niveau de la tête. Nous décidons de comparer différents types d'implants à une personne saine afin de comprendre ce qui peut provoquer les gênes évoquées par les patients.

## A. La tête et sa régulation en température

### 1. Régulation de la température

D'après K.P. Ivanov<sup>60</sup> la thermorégulation a pour but de maintenir la température corporelle d'un organisme homéothermique dans une plage restreinte de quelques dixièmes de degrés. En effet, une température constante relativement élevée couplée à un métabolisme élevée, permet pour les organismes homéothermiques un développement rapide du système nerveux central et l'acquisition d'un comportement de forme complexes et progressifs. Cependant, la vie est limitée à des températures de l'ordre de 37 à 39°C. Les protéines ne résistent pas à des températures trop élevées. Ainsi, pour des températures dépassant 40°C, les membranes des cellules se détruisent et les organismes meurent. La thermorégulation a deux effets précis. Tout d'abord ce phénomène permet de contrer des variations brutales de températures externes ou internes qui pourraient perturber l'équilibre thermique d'un organisme vivant et ainsi mettre sa vie en danger. La deuxième fonction de la thermorégulation est, chez l'humain, de maintenir la température du corps à un niveau donné malgré les petites variations dues à la vie quotidienne.

La thermorégulation se fait de nombreuses façons. Si l'organisme est menacé d'être refroidit, les vaisseaux sanguins présents dans la peau se rétractent et la production de chaleur augmente. Tout d'abord les muscles se tonifient en se contractant de façon irrégulière ce qui permet d'augmenter la production de chaleur dans l'organisme de 15 à 50%. Si le froid est plus prononcé il y aura apparition de frissons qui peuvent augmenter la production de chaleur de 200 à 250%. La protection contre la chaleur est effectuée soit par la transpiration qui consiste en l'évaporation d'eau à la surface du corps, soit par l'halètement et donc à travers les mucosités respiratoires. Bien que la thermorégulation soit utile dans les cas que nous venons de citer, elle participe principalement à l'homéostasie thermique. En effet, on peut remarquer que l'activité quotidienne influence la température du corps. Ainsi les auteurs nous indiquent que le seul fait de marcher, sans thermorégulation, pourrait augmenter la température corporelle d'approximativement 3,4°C en une heure et donc conduire à la mort.

La figure V-2 indique les différents signaux thermiques existants ainsi que les actions que le corps peut effectuer afin de réguler sa température.

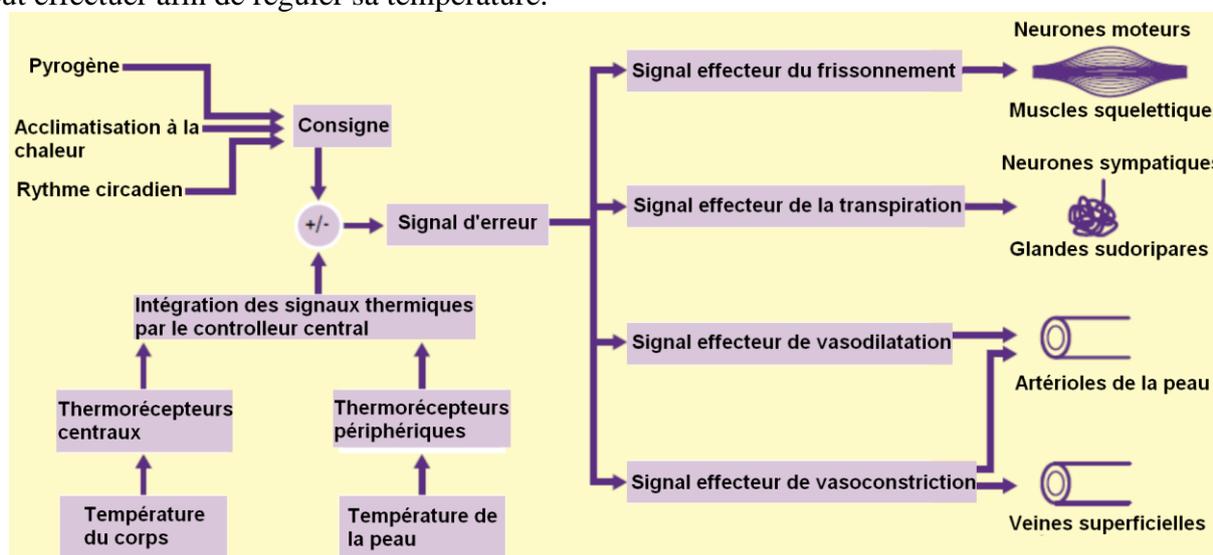


Figure V-2 : Schéma de la thermorégulation du corps humain<sup>61</sup>

Il existe des thermorécepteurs centraux et des thermorécepteurs périphériques. Les thermorécepteurs centraux se situent dans des zones profondes de l'organisme telles que l'hypothalamus, la moelle épinière ou la paroi des organes intra abdominaux. Les thermorécepteurs périphériques quant à eux se situent dans la peau et permettent de détecter la température au niveau cutané. Ils sont ainsi sensibles aux variations rapides de température. Ces thermorécepteurs envoient l'information à l'hypothalamus qui se charge de la régulation de la température corporelle<sup>62</sup>.

## 2. Equation de Pennes

Les modèles présentés ci après sont basés sur l'équation de Pennes. Cette équation de la bio chaleur a été développée par Pennes<sup>63</sup> en 1948 et considère que l'irrigation sanguine assure l'équilibre thermique avec les tissus environnants<sup>64</sup>. Elle suggère que le taux de transfert de chaleur entre le sang et les tissus est proportionnel au produit du taux de perfusion volumétrique avec la différence entre la température artérielle du sang et la température locale du tissu. Ceci s'exprime de la façon suivante<sup>65</sup> :

$$q_b = w\rho_b C_b (1-\kappa)(T_a - T) \quad (\text{V.1})$$

où  $q_b$  est le flux de chaleur par unité de volume de tissu en  $W.m^{-3}$ ,

$w$  est le taux de perfusion sanguine en  $s^{-1}$

$\rho_b$  est la densité du sang en  $kg.m^{-3}$

$C_b$  est la chaleur spécifique du sang en  $J.kg^{-1}.K^{-1}$ ,

$\kappa$  est un facteur tenant compte de l'équilibre thermique incomplet entre le sang et les tissus,

$T_a$  est la température artérielle du sang,

$T$  est la température du tissu au niveau local

L'équilibre d'énergie thermique pour les tissus irrigués est suggéré par Pennes comme étant :

$$\rho C \frac{\partial T}{\partial t} = k\nabla^2 T + q_m + q_b \quad (\text{V.2})$$

où  $\rho$ ,  $C$  et  $k$  sont respectivement la densité, la chaleur spécifique et la conductivité thermique du tissu

$q_m$  est le taux de production métabolique de chaleur par unité de volume de tissu.

Pennes a résolu son équation pour un état stable dans le système de coordonnées cylindriques. Ceci provient du fait que ses études portaient sur la distribution de la température dans l'avant bras. Cette équation est exprimée de la façon suivante :

$$T = \frac{\left(T_s - \frac{b}{a}\right) I_0(r\sqrt{a})}{I_0(R\sqrt{a})} + \frac{b}{a} \quad (\text{V.3})$$

où  $T_s$  est la température à la surface de l'avant bras,

$R$  est le rayon de l'avant bras,

$I_0$  est la fonction de Bessel modifiée d'ordre 0,

a et b sont définis de la façon suivante :

$$a = \frac{V\rho_b C_b}{k}$$

$$b = \frac{V\rho_b C_b T_a + h_m}{k}$$

### 3. Modèles thermiques de la tête

Nous cherchons à modéliser l'incidence d'un implant sur le comportement de la tête lors d'une variation de température ambiante. Aucun travail n'a été effectué dans ce sens. Cependant la littérature nous propose quelques études du comportement thermique de la tête saine qui sont intéressantes pour comprendre comment modéliser le crâne et les tissus environnants et comment appliquer les conditions aux limites spécifiques à ce type d'analyses.

En 1998, Nelson et Nunneley<sup>64</sup> proposent un modèle thermique de la tête pour évaluer l'effet d'une hyperthermie au niveau de l'afflux sanguin au cerveau. Le modèle est unidimensionnel et les calculs effectués dans un repère sphérique, composé du cerveau, du liquide céphalorachidien, du crâne et du scalp, comme on peut le voir sur la figure V-3 où sont représentés le crâne humain à travers une coupe frontale (à gauche) et le modèle hémisphérique développé (à droite).

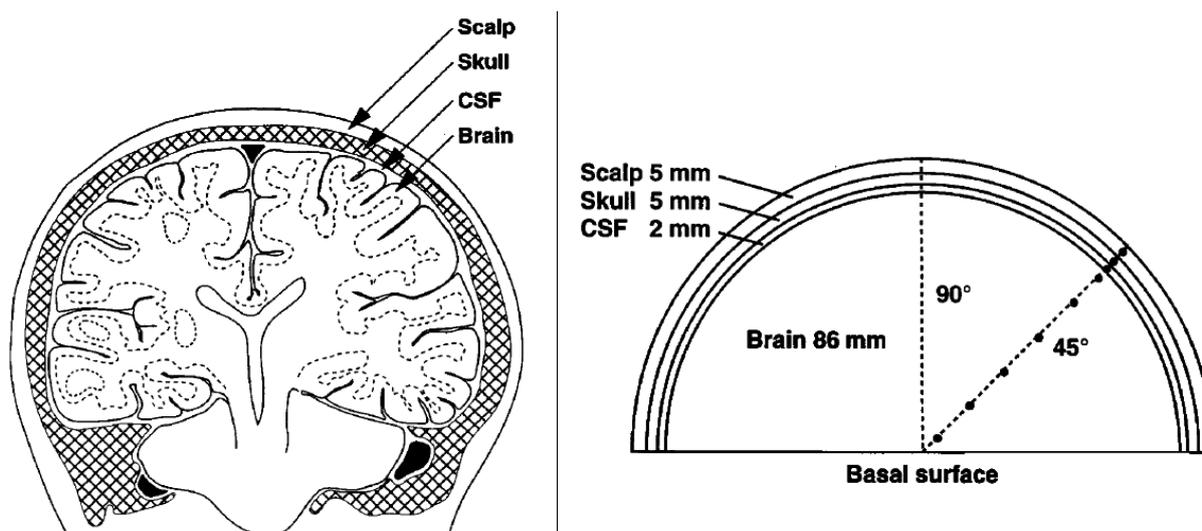


Figure V-3 : A gauche représentation du crâne selon une coupe frontale, à droite schématisation du modèle développé dans l'étude de Nelson et Nunneley<sup>64</sup>

Les propriétés physiques et physiologiques des tissus composant la tête utilisées dans ce modèle sont regroupées dans le tableau V-1 où l'on trouve des informations provenant de la littérature<sup>64</sup>.

Propriété	Valeur	Unité
Coefficient de convection	4,00	$W.m^{-2}.K^{-1}$
Chaleur spécifique du sang	3800	$J.kg^{-1}.K^{-1}$
Densité du sang	1050	$kg.m^{-3}$
Conductivité du cerveau	0,503	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Conductivité du liquide céphalo-rachidien (LCR)	0,582	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Conductivité du crâne	1,16	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Conductivité du scalp	0,340	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Taux de perfusion sanguine dans le cerveau	$9,0 \times 10^{-3}$	$s^{-1}$
Taux de perfusion sanguine dans le crâne	$3,0 \times 10^{-4}$	$s^{-1}$
Taux de perfusion sanguine dans le scalp	$8,0 \times 10^{-4}$	$s^{-1}$
Production de chaleur métabolique du cerveau	11000	$W.m^{-3}$
Production de chaleur métabolique du crâne	26,1	$W.m^{-3}$
Production de chaleur métabolique du scalp	172	$W.m^{-3}$

Tableau V-1 : Propriétés physiques et physiologiques utilisées dans le modèle de Nelson et Nunneley<sup>64</sup>

Le transfert de chaleur s'effectue par conduction à l'intérieur de la tête entre les différents tissus, et par convection avec l'air pour le scalp. L'étude a été menée pour deux températures artérielles différentes (normothermie et hyperthermie), deux températures ambiantes  $T_{db}$  (30°C et 40°C) et pour trois débits surfaciques d'évaporation différents pour la sueur (cf tableau V-2).

L'équation de la chaleur est écrite pour chaque élément  $i$  :

$$\nabla(k_i \nabla T_i) + \rho_b c_b w_{bi} (T_{ar} - T_i) + q_{mi} = 0 \quad (V-4)$$

où  $k_i$  est la conductivité thermique locale,

$T_i$  est la température locale

$w_{bi}$  est le taux de perfusion du sang dans différents tissus

$q_{mi}$  est le taux de production de chaleur métabolique pour chaque tissu  $i$

$k_i$  est la conductivité thermique du tissu  $i$

$T_{ar}$  est la température artérielle

Le tableau V-2 résume les principaux résultats de cette étude, à savoir les températures du scalp, en surface du cerveau (à 1,5mm de la surface) et en profondeur dans le cerveau pour les différents cas de conditions aux limites. Le tableau montre que l'effet de la température ambiante sur la température du cerveau est négligeable. En effet, si en surface du cerveau on remarque une différence de 0,2°C pour une différence de température ambiante de 10°C, en profondeur l'effet n'est pas perçu. L'effet de la température ambiante se ressent en surface principalement au niveau du scalp avec 0,9°C de différence. La condition de transpiration a une influence un peu plus marquée en surface du cerveau avec des différences de 0,7°C et 0,5°C en fonction de son débit surfacique et de la température artérielle. Ce paramètre n'a par contre, comme la température ambiante, que peu ou pas d'effet en profondeur. Le scalp, le crâne et le liquide céphalo-rachidien jouent donc un rôle de tampon permettant de limiter l'influence des conditions extérieures sur la température du cerveau.

Variables d'entrée du problème			Résultats de la simulation		
$T_{ar}$ (°C)	$T_{db}$ (°C)	Evaporation ( $m^3 \cdot m^{-2} \cdot s^{-1}$ )	$T_{sc}$ (°C)	$T_{brs}$ (°C)	$T_{brd}$ (°C)
37	30	$6,94 \times 10^{-8}$	32,8	36,4	37,3
37	40	$6,94 \times 10^{-8}$	33,7	36,6	37,3
37	40	0	37,4	37,3	37,3
40	30	$1,39 \times 10^{-7}$	31,8	38,6	40,2
40	40	$1,39 \times 10^{-7}$	32,7	38,8	40,2
40	40	$6,94 \times 10^{-8}$	40,2	40,3	40,3

Tableau V-2 : Résultats des simulations en fonction des variables d'entrée (Nelson et Nunnely<sup>64</sup>)  
 ( $T_{ar}$  : température artérielle,  $T_{db}$  : température ambiante,  $T_{sc}$  : température du scalp,  $T_{brs}$  :  
 température en surface du cerveau,  $T_{brd}$  : température en profondeur dans le cerveau)

Sukstanskii et Yablonskiy<sup>66</sup> en 2004 ont développé un modèle analytique décrivant la distribution de la température dans la tête de l'homme sous différentes conditions telles que le refroidissement à l'air ou l'eau, l'exposition à des températures ambiantes élevées ou la réalisation d'exercice intensif. Le modèle est composé du cerveau sur lequel sont disposées différentes couches : le liquide céphalorachidien, le crâne et le scalp. Les auteurs ont déterminé qu'il n'y a aucun flux sanguin et aucune génération de chaleur dans le fluide céphalo-rachidien. Ces paramètres peuvent être négligés dans le crâne. La température artérielle est supposée constante dans tout le cerveau. Ce modèle est unidimensionnel, le cerveau est considéré comme un milieu semi infini dont la coordonnée de la surface est  $x=0$ . Celui-ci est recouvert du liquide céphalorachidien d'épaisseur  $d_1=2\text{mm}$ , du crâne d'épaisseur  $d_2=5\text{mm}$  et du scalp d'épaisseur  $d_3=3\text{mm}$ . La densité et la chaleur spécifique du sang ainsi que les conductivités thermiques des différents tissus sont repris du travail de Nelson et Nunnely<sup>64</sup> et se trouvent dans le tableau V-1.

Pour chaque graphique de la figure V-4 le tracé 1 est donné pour un coefficient de convection entre le scalp et le milieu extérieur  $h = 4,0 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ , une température ambiante équivalente  $T_e = 20^\circ\text{C}$  et des taux de perfusion pour le scalp et le cerveau qui valent respectivement  $w_3 = 8,4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  et  $w_0 = 9,45 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . Chaque graphique est donné afin d'évaluer l'influence de différents paramètres. Ainsi le graphique (a) fait varier le coefficient de convection entre le scalp et le milieu extérieur qui prend les valeurs  $h = 0, 8 \text{ et } \infty \text{ [W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}]$  respectivement pour les tracés 2, 3 et 4. Le graphique (b) fait varier la température ambiante en lui donnant les valeurs  $T_e = 30, 40, 10, 0 \text{ [}^\circ\text{C]}$  respectivement pour les tracés 2, 3, 4 et 5. Le graphique (c) indique l'influence du taux de perfusion dans le scalp en lui donnant les valeurs  $w_3 = 1,6 \times 10^{-3}, 3,2 \times 10^{-3} \text{ et } 0 \text{ [s}^{-1}]$  respectivement pour les tracés 2, 3 et 4. Enfin le graphique (d) présente l'effet du taux de perfusion au niveau du cerveau en lui donnant les valeurs  $w_0 = 1,9 \times 10^{-3}, 0,5 \times 10^{-3}, 0,25 \times 10^{-3} \text{ et } 0,1 \times 10^{-3} \text{ [s}^{-1}]$  pour les tracés 2, 3, 4 et 5.

Le graphique (a) montre que l'augmentation du coefficient de convection fait chuter la température dans la tête. En effet, l'échange avec le milieu extérieur qui possède une température constante étant plus important, la température du scalp tend à s'approcher de la température ambiante. Le coefficient d'échange dépend notamment de la nature du fluide extérieur. Il sera plus important (d'un rapport 10 à 1000) pour l'eau que pour l'air par exemple.

Le graphique (b) nous indique que la température ambiante a un effet sur la température des tissus superficiels de la tête. Ainsi la distribution des températures internes évoluent de la même façon que la température extérieure.

Le graphique (c) nous indique que le taux de perfusion au niveau du scalp a un léger effet sur la température des tissus périphériques. En effet une variation de ce paramètre de 0 à 4 fois la valeur physiologique n'engendre qu'une différence de température de un degré au niveau du scalp.

Le graphique (d) permet de remarquer que la variation du taux de perfusion au niveau du cerveau influence légèrement la température de la tête entière. La réduction de ce taux de perfusion fait chuter la température globale de la tête. En s'approchant d'une valeur nulle il est possible de faire chuter la température de 0,5 à 1 degré sur la partie de la tête sur laquelle les températures sont calculées.

Les trois premiers paramètres n'influencent de façon importante que les tissus se situant en périphérie de la tête. Ceci nous permet de remarquer, tout comme dans les travaux de Nelson et Nunnely<sup>64</sup>, que ces tissus jouent un rôle de protection pour le cerveau en maintenant sa température quasi constante. Le seul paramètre permettant d'influencer la température du cerveau en profondeur est le taux de perfusion au niveau de celui-ci. Nous pouvons donc conclure que les paramètres extérieurs au cerveau n'ont que très peu d'influence sur sa température.

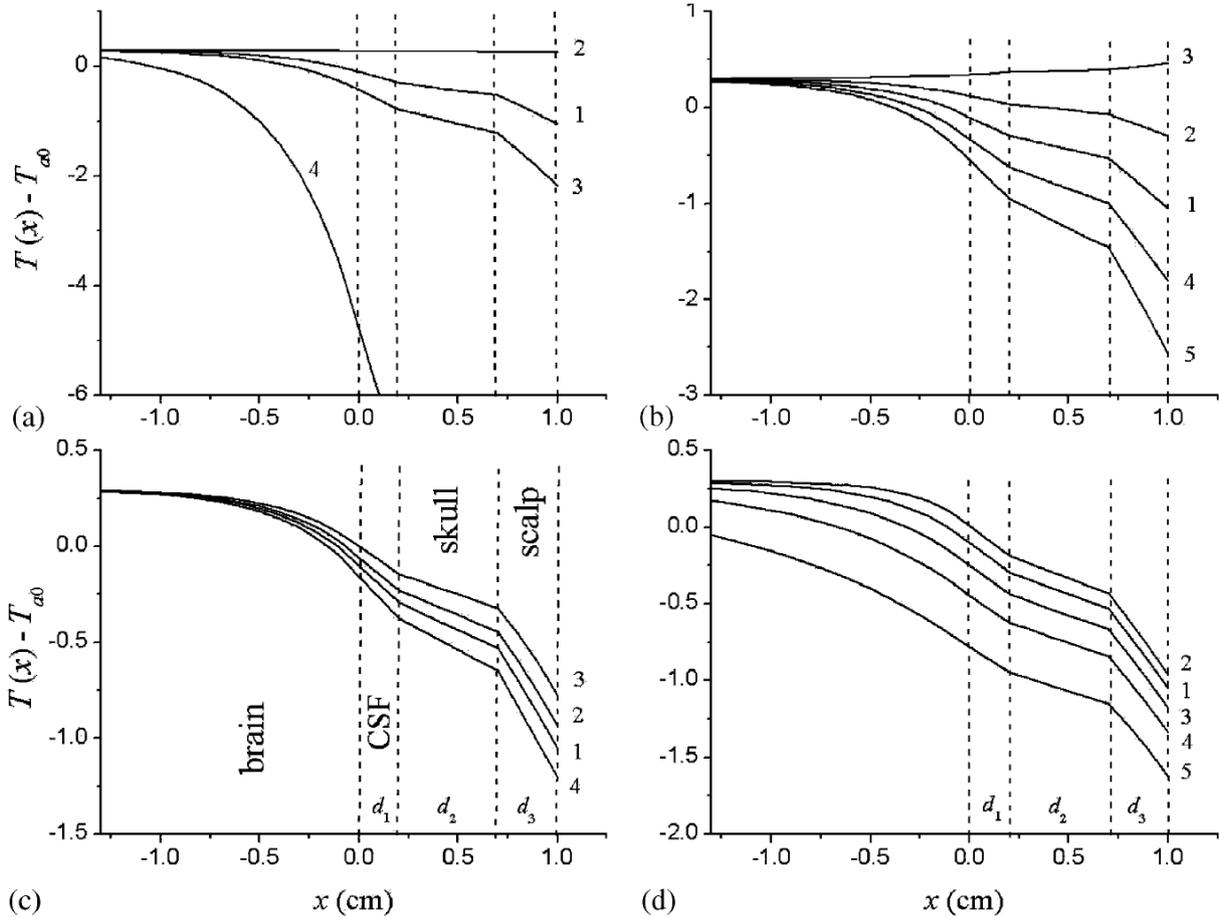


Figure V-4 : Evolution de la température aux alentours de la périphérie du cerveau en fonction du coefficient d'échange avec l'extérieur  $h$ , de la température ambiante équivalente  $T_e$  et du taux de perfusion dans le scalp et le cerveau  $w_3$  et  $w_0$ . (a) : influence de  $h$ , (b) : influence de  $T_e$ , (c) : influence de  $w_3$ , (d) : influence de  $w_0$ <sup>66</sup>.

L'étude de Zhu et al.<sup>67</sup> en 2006 démontre que le cerveau humain est protégé des variations extérieures brutales de température. En effet, ces auteurs constatent que la périphérie du cerveau joue le rôle de bouclier sur une certaine longueur caractéristique notée  $l$ . Celle-ci est indépendante de l'espèce de mammifère, dépend uniquement du débit sanguin au niveau du cerveau et son écriture apparaît dans l'équation V-5 :

$$l = \left( \frac{k}{\rho \rho_b c_b Q_b} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{V-5})$$

$k$  étant la conductivité du tissu,  $\rho$  la masse volumique du tissu,  $\rho_b$  la masse volumique du sang et  $Q_b$  le débit de sang par unité de masse du tissu.

En considérant des valeurs de  $k = 0,503 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ,  $\rho = 1000 \text{ kg.m}^{-3}$ ,  $\rho_b = 1050 \text{ kg.m}^{-3}$ ,  $c_b = 3800 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et  $Q_b = 1,12 \times 10^{-5} \text{ m}^3.\text{kg}^{-1}.\text{s}^{-1}$  pour l'homme, la valeur de  $l$  est alors de  $3,6\text{mm}$ <sup>67</sup>. Il est donc évident que cette longueur est très inférieure à la dimension du cerveau dont le rayon est approximativement de  $7\text{cm}$  chez l'adulte.

Les auteurs de ce travail ont déterminé une fonction permettant d'approximer la température du cerveau en fonction de la position par rapport à sa surface.

$$T(x) = T_a + T_m - \frac{hl(T_a + T_m - T_e)}{[K I_1(R/l) + hI_0(R/l)]} \times I_0[(R-x)/l] \quad (V-6)$$

où  $T(x)$  est la température à une distance  $x$  de la surface de tête,

$T_a$  est la température du sang dans les artères,

$T_m$  est la différence entre la température corporelle et celle du cerveau, due à la production métabolique de chaleur (chez l'homme  $T_m$  est compris entre 0,3 et 0,4°C)

$h$  est un coefficient de transfert de chaleur effectif entre le cerveau et l'environnement

Il est calculé en tenant compte de  $h_0$  qui est le coefficient de transfert de chaleur entre la surface de la tête et l'environnement et des différents tissus présents entre le cerveau et l'extérieur, à savoir le scalp, le crâne et le liquide céphalorachidien

$T_e$  est la température de l'environnement extérieur

$I_0$  et  $I_1$  sont les fonctions de Bessel modifiées d'ordres 0 et 1,

$R$  est le rayon du cerveau

Dans ce modèle les épaisseurs du scalp, du crâne et du liquide céphalorachidien sont considérées comme étant négligeables.  $T(x)$  est donc la température à une distance  $x$  de la surface du cerveau.

A des fins de validation, des expériences sont réalisées sur des rats. En effet, il est possible de calculer, en connaissant le débit sanguin au niveau du cerveau, la température théorique du cerveau en fonction de la profondeur. Pour cela, 10 rats sont utilisés afin de mesurer la température au niveau du cerveau, et six rats servent à mesurer le débit sanguin dans le cerveau. Les 10 rats du premier groupe sont anesthésiés et ventilés mécaniquement, puis différents dispositifs sont mis en place. Ainsi il est possible de mesurer la pression artérielle, la température du corps. Le torse des rats est enveloppé par un tube permettant de réguler leur température corporelle. Le haut du crâne de chaque rat est ensuite incisé puis un trou est effectué afin d'y placer un thermocouple. Le thermomètre est inséré par pas de 1mm jusqu'à une profondeur de 9mm afin d'obtenir les températures en fonction de la profondeur.

Le débit sanguin dans le cerveau est mesuré sur les six rats du second groupe ventilés mécaniquement après anesthésie. La pression artérielle est mesurée grâce à la mise en place d'un cathéter sur une artère fémorale. Une pompe de précision est placée sur l'artère fémorale gauche afin de délivrer du sang à un débit parfaitement contrôlé. Une solution contenant des microsphères est injectée dans le ventricule gauche. Après deux minutes les rats sont euthanasiés et leur cerveau est retiré et découpé en quatre parties (left unspecific cortex, left striatum, right unspecific cortex, right stratum) qui sont pesées. Après un séchage à 70°C une nuit entière, les microsphères peuvent être comptées et permettent de connaître le débit sanguin dans chacune des quatre parties du cerveau, en fonction de différents paramètres tels que la pression artérielle. Ceci permet donc, à l'aide de la formule V-5, de calculer de façon théorique la température au niveau du cerveau pour chaque rat du premier groupe.

La figure V-6 présente les résultats de cette étude. On y trouve pour chacun des 10 rats l'évolution de la température en fonction de la position par rapport à la surface du cerveau. Les symboles sont utilisés pour les mesures expérimentales des températures alors que les lignes proviennent du modèle théorique. Tout d'abord on peut remarquer une parfaite adéquation entre la théorie et l'expérimental. De plus, on constate la présence du bouclier thermique en surface de la tête qui apparaît à travers la diminution de la différence entre la température du corps et celle du cerveau avec la distance par rapport à la surface de la tête. Enfin, on constate que la distribution des températures est différente pour chaque rat. Ceci s'explique par le fait que la longueur caractéristique du bouclier thermique est différente pour chaque spécimen pour lesquels le débit sanguin au niveau du cerveau est légèrement différent.

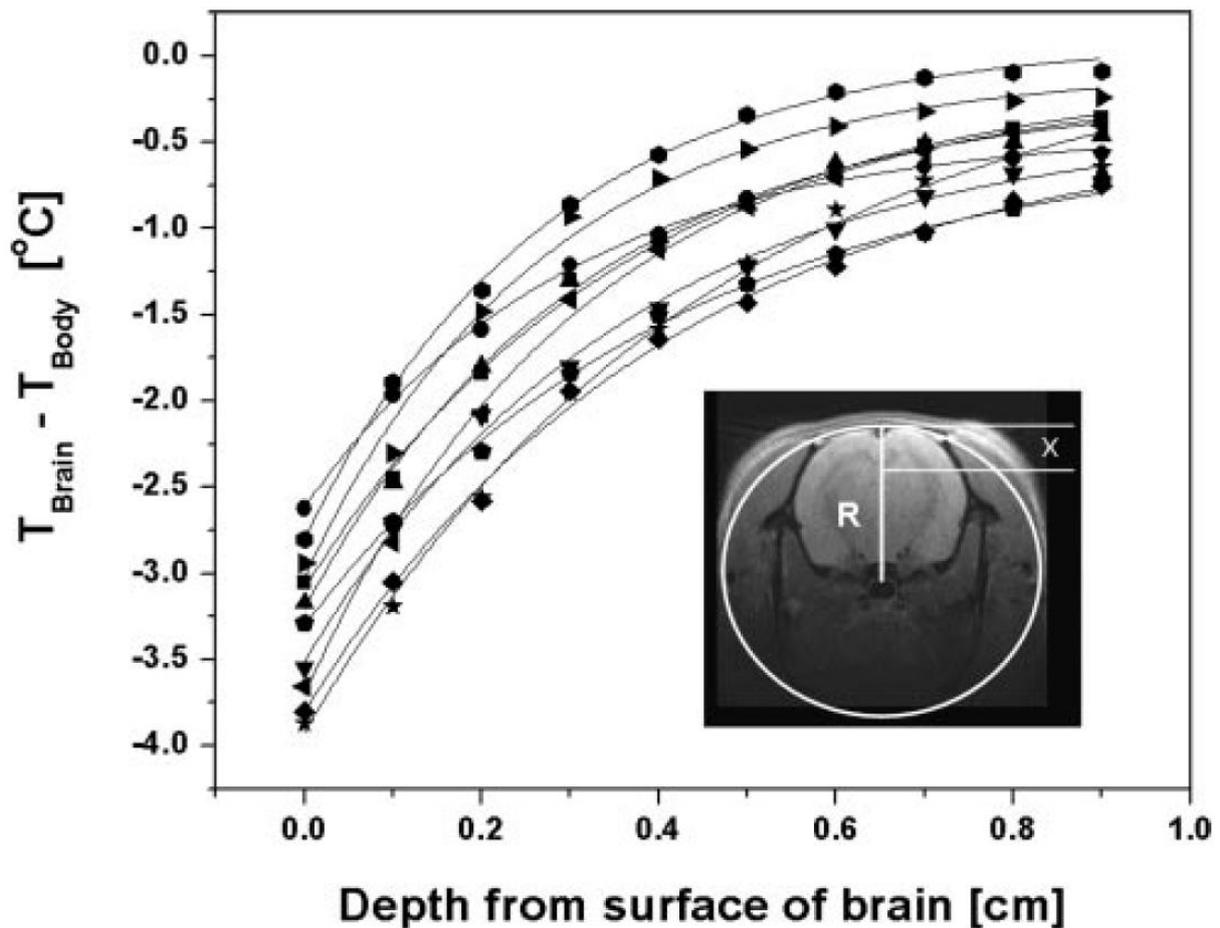


Figure V-5 : Evolution de la différence de température entre le corps et le cerveau de rats en fonction de la distance par rapport à la surface de la tête<sup>67</sup>.

Cette analyse de la littérature nous permet de comprendre les phénomènes de thermorégulation au niveau du corps humain et plus particulièrement au niveau de la tête et du cerveau. Ainsi, nous avons pu remarquer que le scalp, le crâne et le liquide céphalorachidien jouent un rôle de tampon ou de bouclier thermique afin de maintenir le cerveau à une température propice à la survie. Ceci permet de supporter les variations de températures de l'environnement, mais aussi de réguler la température lors d'activités physiques. Nous avons pu constater que quelques modèles existent afin d'évaluer la distribution de la température au niveau du cerveau. Cependant ces modèles sont très simplifiés et utilisés pour des personnes saines. Dans notre cas, il nous faudra développer un modèle permettant de prendre en compte la présence d'un implant au niveau du crâne pour le cas particulier d'un patient.

#### 4. Modélisation d'un crâne d'après la géométrie d'un patient obtenue par examen scanner

Nous allons nous pencher dans cette partie sur la façon dont est généré le modèle éléments finis de la tête du patient. Cette étape nécessite plusieurs phases. Tout d'abord nous nous intéresserons à la récupération des données scanner du patient à l'aide du logiciel Mimics (Materialise, Belgique). Ensuite nous verrons comment transformer ces données en un fichier géométrique tridimensionnel en utilisant 3-Matic (Materialise, Belgique), un logiciel de CAO permettant de travailler sur des fichiers numériques de type STL. Enfin le maillage de cette géométrie sera effectué sous Hypermesh (Altair, USA) afin de pouvoir réaliser les calculs souhaités. Dans un deuxième temps nous nous intéresserons à la conception de l'implant sur mesure puis à son maillage.

##### a. Récupération des données scanner

La première étape consiste à récupérer les données scanner du patient. Celui-ci s'étant fait poser un implant sur mesure, des images scanner ont été réalisées afin de disposer de sa géométrie réelle. Les données scanner sont une pile d'images comprenant des coupes de la tête du patient à des intervalles de distance réguliers. Un exemple d'image est présent à gauche de la figure V-6. Nous souhaitons récupérer la géométrie du crâne du patient uniquement. En effet nous avons vu dans la littérature qu'il est possible de modéliser une partie de la tête en omettant certains tissus qui sont représentés par des conditions aux limites particulières. En modélisant uniquement le crâne nous parviendrons donc à prendre en compte le cerveau, le fluide céphalorachidien et le scalp à travers certaines conditions aux limites. Le logiciel Mimics permet de définir un seuillage sur les images provenant du scanner. Nous pouvons donc sélectionner une partie de la tête possédant une densité particulière. L'os étant plus dense que les tissus mous, il est aisé de faire le seuillage sur le crâne. Ce logiciel peut ensuite convertir les images seuillées en fichier tridimensionnel de type STL.

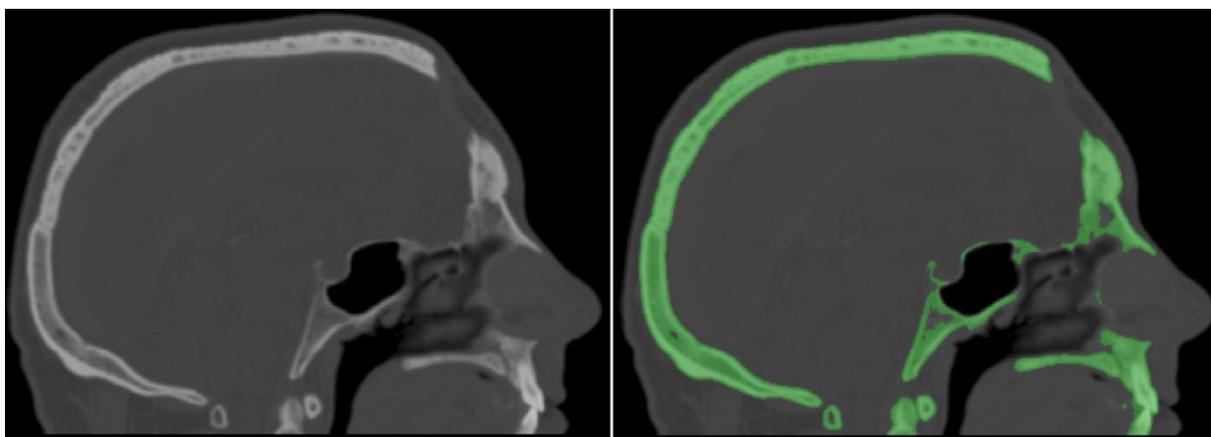


Figure V-6 : Images issues du scanner de la tête du patient. À gauche dans l'état brut, à droite après seuillage

## b. Génération du volume

Le fichier STL obtenu par le logiciel Mimics comporte de nombreux défauts comme on peut le constater sur la gauche de la figure V-7. En effet, de nombreux artefacts sont présents suite au scanner à cause de parties métalliques présentes dans le corps du patient (plombages, broches) et certaines pièces anatomiques telles que la mandibule doivent être retirées car nous n'en avons pas besoin dans notre modèle. Après avoir retravaillé le fichier STL initial avec le logiciel 3-Matic nous obtenons un fichier 3D propre, dont une image est visible à droite de la figure V-7, prêt à être maillé.

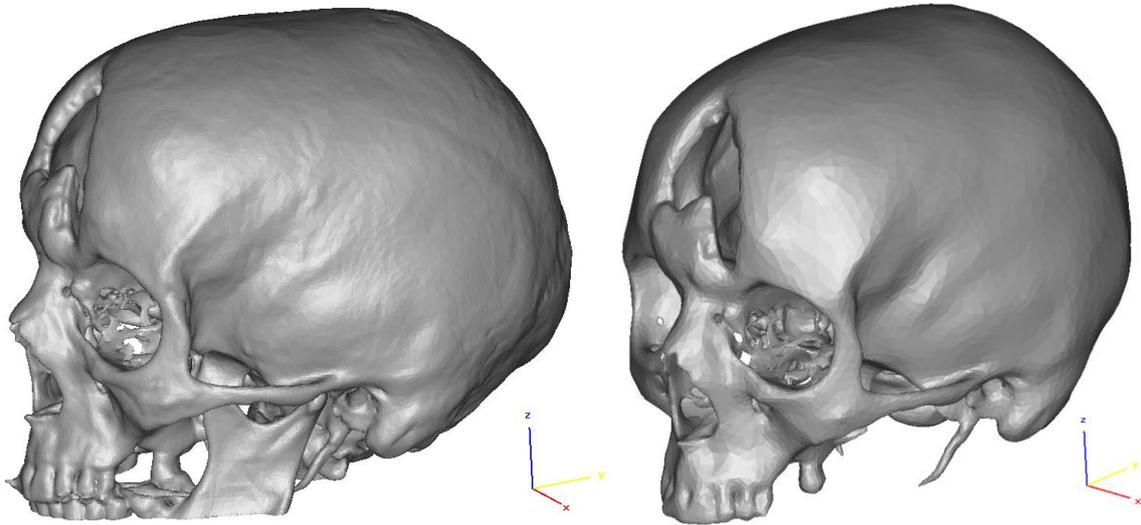


Figure V-7 : vue 3D du crâne utilisé immédiatement après la reconstruction 3D d'après les images scanner (à gauche) et après son nettoyage (à droite)

Notre étude est destinée à réaliser des simulations sur le patient implanté. Cependant afin de connaître l'impact de l'implant sur le comportement thermique de la tête du patient il est nécessaire d'avoir une référence. Pour cela nous décidons de travailler sur ce patient dans un état sain. Le patient n'ayant pas passé de scanner avant son accident il est nécessaire de réparer manuellement son crâne. Le logiciel 3-Matic est utilisé. Il permet comme on peut le voir sur la gauche de la figure V-8, de recréer le crâne du patient dans la zone où celui-ci était lésé. A droite de cette figure nous pouvons observer le crâne du patient muni de l'implant sur mesure.

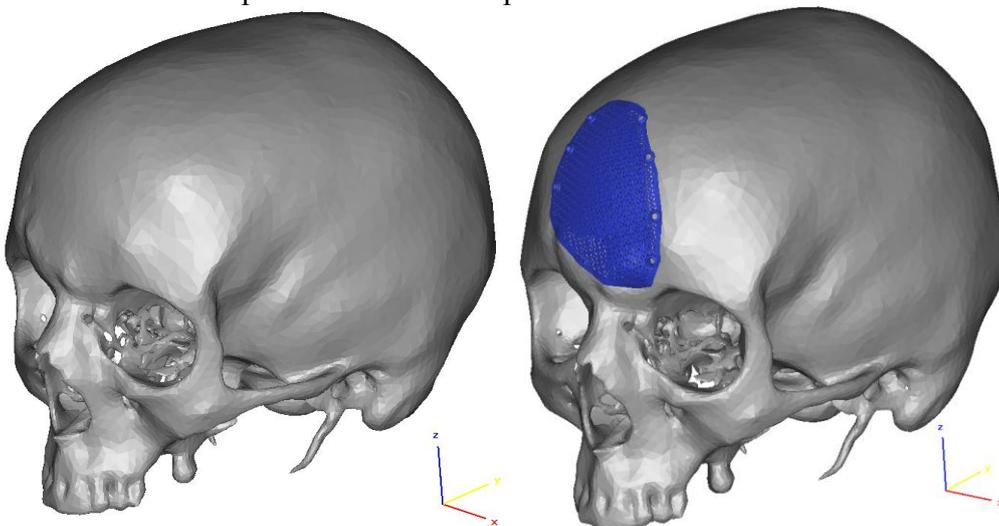


Figure V-8 : vue 3D du crâne réparé (à gauche) et du crâne implanté (à droite)

### c. Maillage du crâne

Le maillage du crâne peut ensuite être effectué. Pour cela nous avons décidé de diviser le crâne en deux parties distinctes. La première partie concerne la partie inférieure du crâne qui comprend le maxillaire, les orbites, la partie basse de l'os frontal et les voies aériennes. Ces zones sont de géométries extrêmement complexes. Nous choisissons donc de les mailler de façon automatique en éléments tétraédriques comme on peut le voir sur la partie gauche de l'image V-9. La seconde partie concerne le reste du crâne comprenant les os pariétal, occipital, frontal et temporaux. De géométrie nettement plus simple, cette partie est maillée semi-manuellement principalement avec des éléments hexaédriques et quelques éléments pentaédriques. Ce maillage précis que l'on peut voir à droite de la figure V-10 est nécessaire car c'est sur cette partie que nous désirons avoir les résultats les plus fiables.

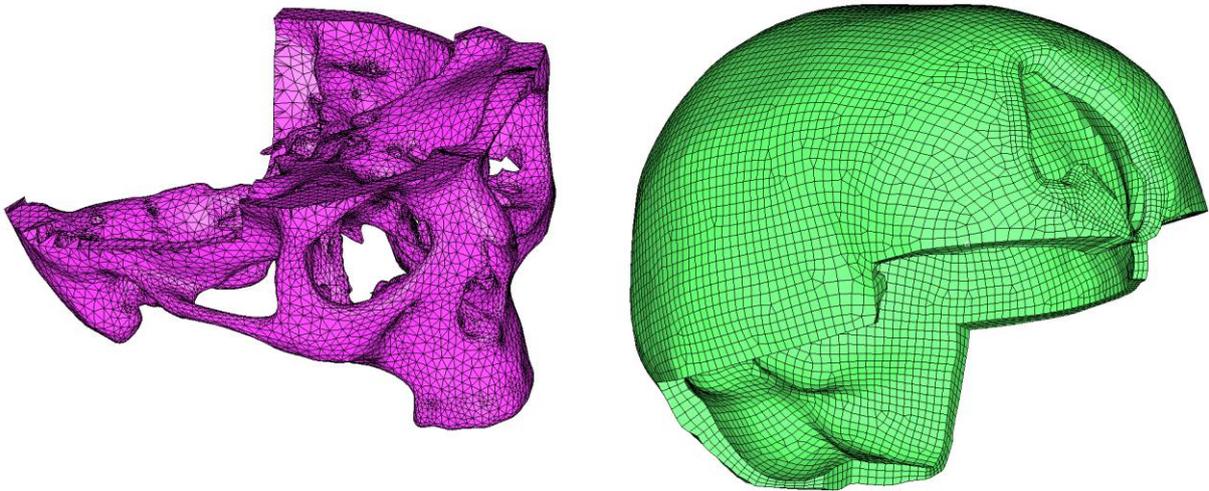


Figure V-9 : Maillage de la partie inférieure du crâne en éléments tétraédriques (à gauche) et de la partie supérieure et postérieure en éléments hexaédriques (à droite)

Les deux parties du crâne sont ensuite assemblées grâce à une couture réalisée avec des éléments pyramidaux et tétraédriques. En effet, la jonction entre des éléments tétraédriques et des hexaédriques peut se faire uniquement grâce à ce type d'éléments. Le crâne complet est visible sur la figure V-10 où l'on distingue la partie basse en violet, la zone de couture en jaune et la partie haute du crâne en vert.

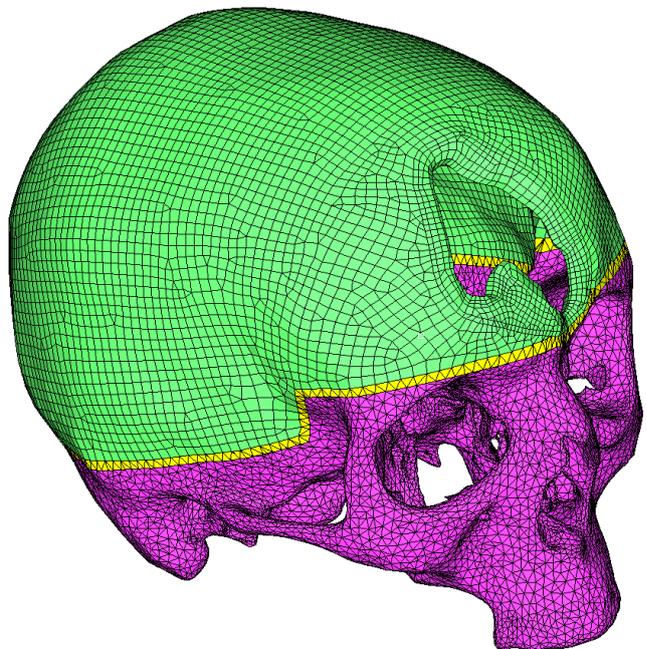


Figure V-10 : Maillage tridimensionnel du crâne entier du patient

Le maillage du crâne réparé que nous avons vu sur la gauche de la figure V-8 a été obtenu de la même façon afin de pouvoir réaliser des études comparatives sur ces deux modèles.

#### d. Maillage de l'implant en titane poreux sur mesure

Un implant dont la représentation tridimensionnelle est visible sur la figure V-11 a été conçu par la société OBL. Le motif poreux que nous avons développé dans ce travail a été utilisé pour réaliser cet implant.

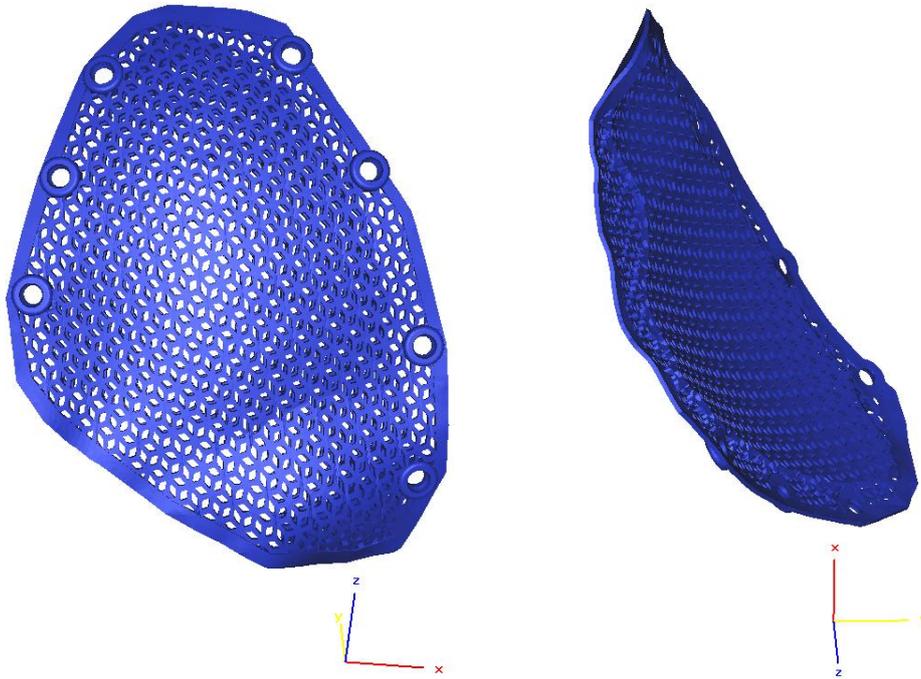


Figure V-11 : vue 3D de l'implant poreux

Afin d'alléger les calculs, l'implant ne sera pas maillé tel quel. Nous souhaitons réaliser une enveloppe de cet implant afin de lui attribuer des propriétés équivalentes. Ceci permet de réduire considérablement le nombre d'éléments constituant l'implant. En dehors de la réduction du nombre d'éléments, ce maillage permettra d'attribuer à l'implant des propriétés mécaniques et thermiques d'autres matériaux et ainsi de les comparer. La figure V-12 est une vue de l'enveloppe de l'implant.

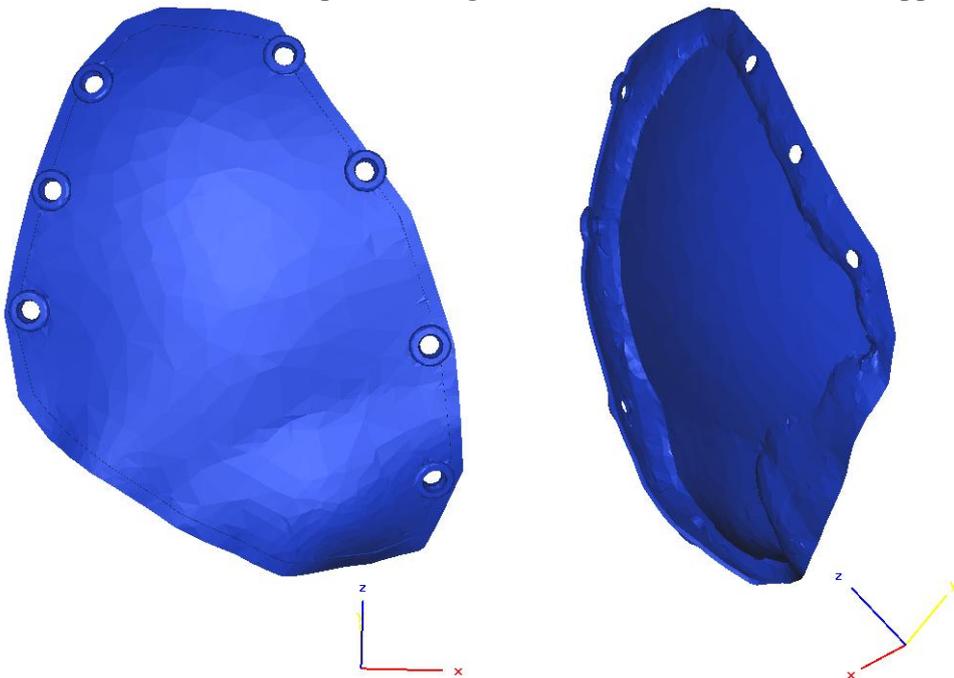


Figure V-12 : vue 3D de l'implant enveloppé

Le maillage de l'implant est effectué grâce au logiciel Hypermesh (Altair, USA) et contient principalement des éléments hexaédriques. La figure V-13 présente le maillage du crâne réparé à gauche et du crâne muni de l'implant sur mesure à droite. Le modèle est composé de 206662 éléments et de 76860 nœuds. Ceci engendre un nombre important de degrés de liberté. L'ajout du scalp et du cerveau ne pourrait pas se faire sans alourdir d'avantage ce modèle et le temps de calcul serait majoré. De plus, la géométrie exacte du cerveau n'étant pas connue, il est préférable de ne réaliser ces simulations qu'en modélisant le crâne et l'implant.

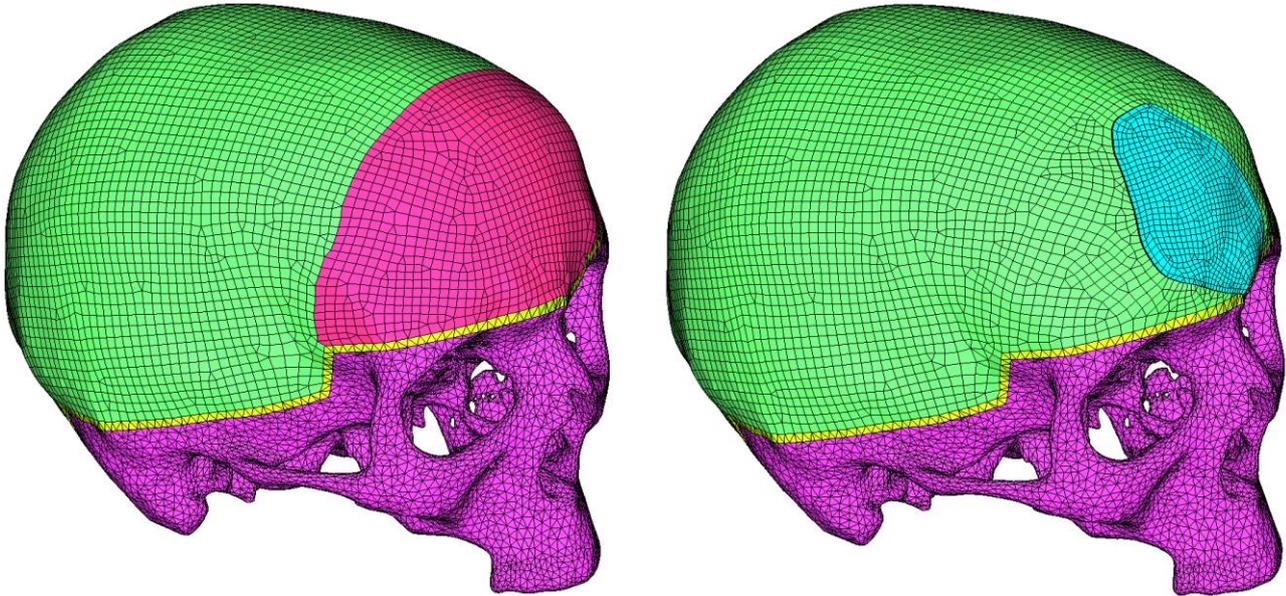


Figure V-13 : Maillage du crâne réparé à gauche et du crâne avec l'implant sur mesure à droite

## B. Simulations du comportement thermique de la tête

La géométrie du crâne du patient est très complexe. Nous ne pouvons pas réaliser de simulations immédiatement sur le modèle s'approchant de la réalité car nous devons tout d'abord comprendre l'influence des autres tissus. Pour cela nous débutons notre étude avec un modèle simplifié tout comme l'a fait Nunnely<sup>64</sup>. Une fois les conditions aux limites ainsi que les différents chargements thermiques à appliquer seront déterminés nous pourrons alors nous en servir afin de simuler le comportement du crâne grâce au modèle dont la géométrie provient des images scanner du patient.

### 1. Définition des conditions aux limites et des chargements thermiques

Dans un problème thermique les conditions aux limites sont la température et le flux de chaleur échange avec l'extérieur. Lorsque tous les tissus que l'on peut voir sur la figure V-14 sont pris en compte dans la simulation, le modèle se résume à l'attribution des propriétés thermiques de chaque tissu et à l'application des conditions aux limites sur le scalp. Ici les propriétés thermiques de chaque tissu doivent être appliquées, à savoir la conductivité thermique  $k_i$  et le taux de production métabolique de chaleur  $q_i$  pour chaque tissu  $i$ . Les conditions aux limites doivent être appliquées sur la couche externe du modèle et doivent comprendre la température extérieure  $T_e$  et le coefficient d'échange avec l'extérieur  $h_e$ .

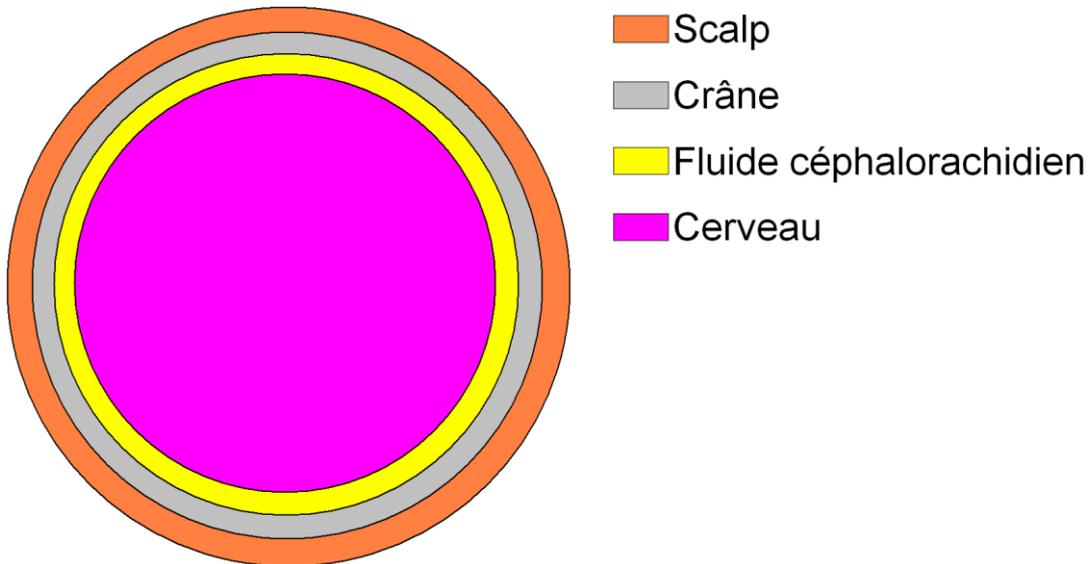


Figure V-14 : Modèle sphérique de la tête prenant en compte tous les tissus existants

Nous souhaitons simplifier notre modèle en ne représentant que le crâne. Les autres tissus doivent alors être pris en compte grâce à des conditions aux limites particulières qu'il va falloir déterminer.

Afin de réaliser un modèle équivalent de la tête du patient nous avons mesuré grâce aux données scanner les diamètres équivalents intérieurs et extérieurs du crâne ainsi que l'épaisseur moyenne du scalp constitué de graisse et de peau. Comme il n'est pas possible sur les images provenant du scanner de différencier la graisse de la peau, nous avons utilisé l'étude de Janssen et al.<sup>68</sup> qui ont défini un rapport de 3/2 entre la graisse et la peau. L'étude de Nelson<sup>64</sup> nous a permis de définir une épaisseur de liquide céphalorachidien de 2mm. Le rayon du cerveau a ainsi pu être calculé par la différence entre le rayon intérieur du crâne et l'épaisseur de la zone contenant ce liquide. Le tableau V-3 liste les dimensions des différents tissus présents dans la tête et donne leurs propriétés thermiques tirées de la littérature<sup>68, 69, 70</sup>.

Organe	Epaisseur (mm)	Rayon extérieur (mm)	Densité (kg/m <sup>3</sup> )	Conductivité (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Chaleur spécifique (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )
Peau	2,9	91,8	1130 <sup>68</sup>	0,384 <sup>68</sup>	3570 <sup>68</sup>
Graisse	4,3	88,9	1050 <sup>68</sup>	0,2 <sup>68</sup>	2390 <sup>68</sup>
Crâne	7,5	84,6	1500 <sup>68</sup>	1,16 <sup>68</sup>	1254 <sup>70</sup>
LCR	2	77,1	1000 <sup>69</sup>	0,582 <sup>64</sup>	3850 <sup>69</sup>
Cerveau	-	75,1	1080 <sup>69</sup>	0,503 <sup>64</sup>	3850 <sup>69</sup>

Tableau V-3 : dimensions et propriétés thermiques des tissus composant la tête

Un modèle équivalent a pu être réalisé grâce à ces données. Celui-ci consiste en une sphère équivalente composée de différentes couches modélisant les tissus. Comme on peut le remarquer sur la figure V-15 le modèle a été réalisé de façon axisymétrique autour de l'axe X. La symétrie selon l'axe Y est prise en compte par l'absence de flux de chaleur sur la face parallèle à cet axe.

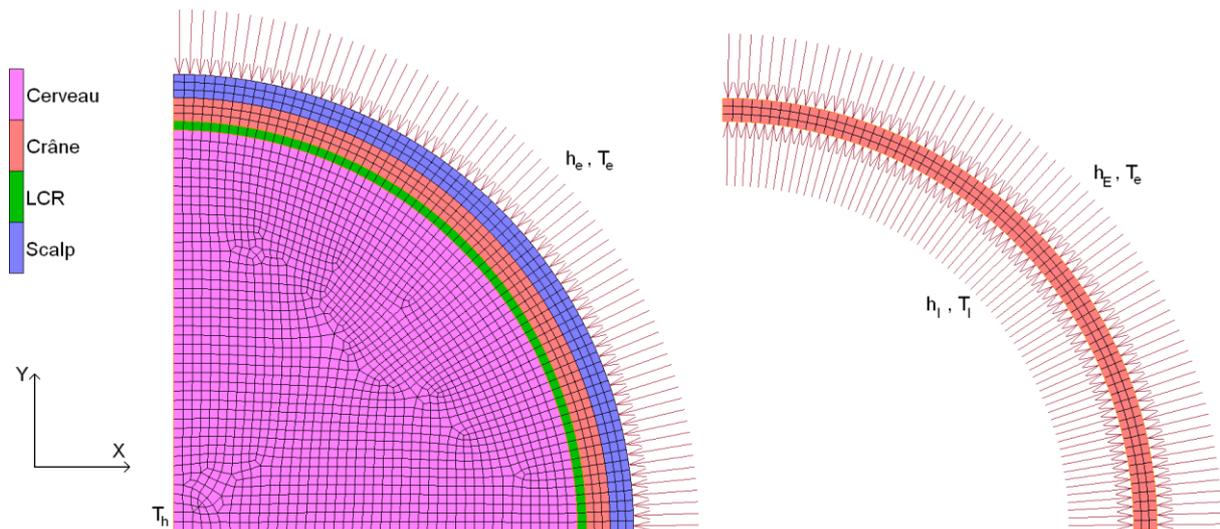


Figure V-15 : Modélisation axisymétrique de la tête simplifiée, à gauche avec tous les tissus, à droite avec le crâne uniquement et les conditions aux limites tenant compte des autres tissus.

Nous réalisons une simulation thermique consistant à placer la tête à une température ambiante de 30°C. Pour cela, la valeur du coefficient d'échange avec l'air dans ce cas est tiré de la littérature<sup>64</sup> avec  $h_e = 4,0 \text{ W.m}^{-2}.K^{-1}$ . Les propriétés thermiques des matériaux composant la tête sont présentées dans le tableau V-3. Nous supposons, tout comme dans l'étude de Nelson et Nunnely<sup>64</sup>, qu'au sein du cerveau règne une production métabolique de chaleur  $q_b = 11000 \text{ W.m}^{-3}$ , cette production de chaleur étant négligée pour les autres tissus.

La régulation de la température se fait par la perfusion sanguine dans le cerveau qui génère une production ou un puit de chaleur équivalent à

$$q_p = c_b \rho_b w_b (T_b - T_i) = 35910(37 - T_i) W.m^{-2}.K^{-1}. \quad (V-7)$$

où  $c_b$  est la chaleur spécifique du sang,

$\rho_b$  est la densité du sang,

$w_b$  est le taux de perfusion du sang dans le cerveau,

$T_b$  est la température artérielle du sang,

$T_i$  est la température locale dans le cerveau

On remarque que dans cette écriture de  $q_p$ , si la température locale du cerveau dépasse  $37^\circ C$ , un enlèvement de chaleur va s'opérer. Si au contraire la température est inférieure à  $37^\circ C$ , le sang va apporter de la chaleur. C'est ce phénomène qui va permettre la régulation de la température dans notre modèle. La distribution de la température stabilisée dans la tête suite à ce calcul est visible sur la figure V-16. Nous pouvons remarquer que, tout comme dans la littérature<sup>64</sup>, la température est légèrement supérieure à  $37^\circ C$  en profondeur dans le cerveau. En bordure de celui-ci, la température commence à chuter puis diminue réellement dans les tissus en périphérie. Suite à ce calcul nous allons réaliser un modèle simplifié dans lequel uniquement le crâne est modélisé. Des conditions aux limites particulières devront être appliquées à l'extérieur et à l'intérieur du crâne. Ainsi les coefficients d'échange par convection  $H_E$  et  $H_I$  vont être déterminés afin que le flux de chaleur soit équivalent à celui présent dans le crâne lorsque tous les tissus sont modélisés. Celles-ci représentent respectivement le coefficient d'échange équivalent entre le crâne et les milieux extérieur et intérieur équivalents.

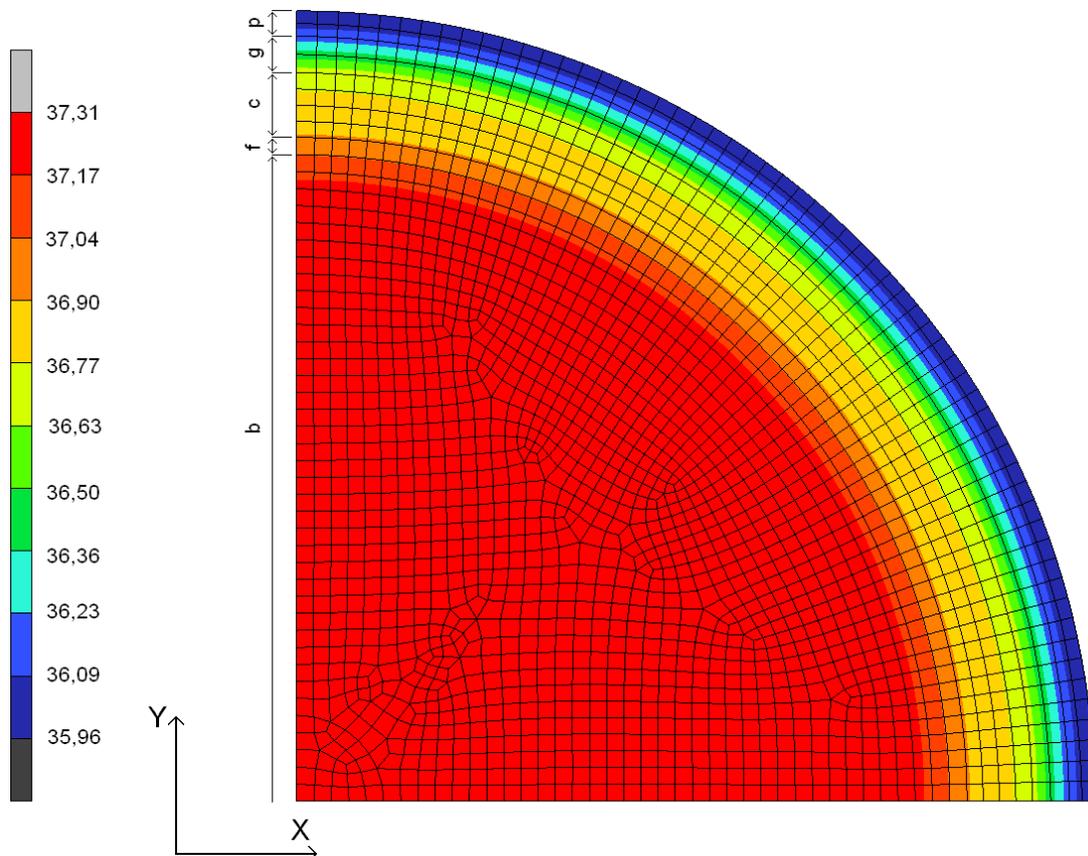


Figure V-16 : Distribution de la température dans la tête exposée à une température ambiante de  $30^\circ C$

La suppression du scalp, composé de graisse et de peau, au niveau du modèle, nous conduit à calculer un nouveau coefficient d'échange thermique avec l'extérieur  $H_E$ , tout comme l'a fait Jaramillo<sup>71</sup> dans une étude préalable, qui sera fonction de la conductivité de la graisse  $k_s$ , de la conductivité de la peau  $k_p$  et de leurs épaisseurs respectives ainsi que du coefficient d'échange  $h_e$  entre le scalp et le milieu environnant. Dans le cas d'un modèle sphérique, le coefficient d'échange thermique équivalent au niveau de l'extérieur se calcule de la façon suivante :

$$\frac{1}{H_E A_E} = \frac{1}{4\pi h_e r_e^2} + \sum_{i=0}^n \frac{r_i - r_{i-1}}{4\pi r_i r_{i-1} k_i} \quad (V-8)$$

où  $r_i$  est le rayon externe du tissu  $i$ ,

$h_e$  est le coefficient d'échange entre l'extérieur et le tissu  $e$ , en contact avec le milieu extérieur,

$A_E$  est l'aire de la surface externe du tissu en contact avec le milieu extérieur équivalent,

$k_i$  est la conductivité thermique du tissu  $i$ ,

$n$  est le nombre de tissus entre le milieu extérieur et le tissu sur lequel le coefficient d'échange équivalent sera appliqué.

Dans notre cas, nous souhaitons conserver uniquement le crâne. Il y a donc deux tissus entre celui-ci et le milieu extérieur : la graisse et la peau. Le calcul du coefficient d'échange thermique équivalent se fait de la manière suivante :

$$\frac{1}{H_E A_p} = \frac{1}{4\pi h_e r_p^2} + \frac{r_p - r_g}{4\pi r_p r_g k_p} + \frac{r_g - r_c}{4\pi r_g r_c k_g}$$

$$H_E = \left[ A_p \left( \frac{1}{4\pi h_e r_p^2} + \frac{r_p - r_g}{4\pi r_p r_g k_p} + \frac{r_g - r_c}{4\pi r_g r_c k_g} \right) \right]^{-1}$$

$$H_E = \left[ r_p^2 \left( \frac{1}{h_e r_p^2} + \frac{r_p - r_g}{r_p r_g k_p} + \frac{r_g - r_c}{r_g r_c k_g} \right) \right]^{-1} \quad (V-9)$$

où  $r_p$ ,  $r_g$  et  $r_c$  sont respectivement les rayons extérieurs de la tête, de la zone contenant la graisse et du crâne,

$k_p$  et  $k_g$  sont respectivement les conductivités thermiques de la peau et de la graisse

$A_p$  est l'aire de la surface de la sphère représentant la tête

Cette dernière expression conduit, avec les valeurs des différentes propriétés physiques et géométriques rappelées plus haut, au résultat suivant

$$H_E = \left[ 0,0918^2 \left( \frac{1}{4 \times 0,0918^2} + \frac{0,0918 - 0,0889}{0,0918 \times 0,0889 \times 0,384} + \frac{0,0889 - 0,0846}{0,0889 \times 0,0846 \times 0,2} \right) \right]^{-1}$$

$$H_E = 3,547 \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1} \quad (V-10)$$

La température ambiante extérieure reste la même et est donc de  $T_E = T_e = 30^\circ\text{C}$ .

Alors que les chargements thermiques présents à l'intérieur de la tête sont la génération de chaleur métabolique par le cerveau et la régulation de température effectuée par l'irrigation sanguine, il est nécessaire de remplacer le cerveau ainsi que le fluide céphalorachidien par un coefficient d'échange thermique équivalent appliqué sur l'intérieur du crâne. Le cerveau dans notre cas ne peut pas être seulement caractérisé par son rayon et sa conductivité thermique. En effet un phénomène complexe de régulation de température s'y effectue. Le calcul de  $H_I$  est effectué différemment. En effet, le coefficient d'échange ne tient pas compte de la génération de chaleur au sein du cerveau. Nous décidons donc, en accord avec les résultats des différentes modélisations présentées plus haut, de considérer le cerveau comme étant à une température stabilisée et de calculer le coefficient d'échange  $H_I$  en prenant en compte uniquement le liquide céphalorachidien. Cette approximation concernant le cerveau se justifie par le fait que sa température est quasiment constante dans toute la matière<sup>64</sup>. Ainsi  $H_I$  se calcule de la façon suivante :

$$\frac{1}{H_I A_I} = \frac{r_f - r_b}{4 \pi r_f r_b k_f}$$

$$\frac{1}{H_I A_I} = \frac{r_f - r_b}{4 \pi r_f r_b k_f}$$

$$H_I = \left[ A_I \left( \frac{r_f - r_b}{4 \pi r_f r_b k_f} \right) \right]^{-1}$$

$$H_I = \left[ 4 \pi r_f^2 \left( \frac{r_f - r_b}{4 \pi r_f r_b k_f} \right) \right]^{-1}$$

$$H_I = \left[ 4 \pi r_f \left( \frac{r_f - r_b}{4 \pi r_b k_f} \right) \right]^{-1} \quad (V-11)$$

où  $A_I$  est l'aire de la surface en contact avec le milieu intérieur équivalent,  
 $r_f$  et  $r_b$  sont respectivement les rayons extérieurs de la zone comprenant le liquide céphalorachidien et du cerveau,  
 $k_f$  est la conductivité thermique du liquide céphalorachidien

En tenant compte des valeurs présentes dans le tableau V-3 nous obtenons :

$$H_I = \left[ 4 \times 0,0771 \left( \frac{0,0771 - 0,0751}{4 \times 0,0751 \times 0,582} \right) \right]^{-1}$$

$$H_I = 283,451 \text{ W.m}^{-2} . \text{K}^{-1} \quad (V-12)$$

La température du film au niveau interne qui sera prise en compte dans cette étude est celle que l'on trouve en surface du cerveau suite à la simulation dans laquelle tous les tissus sont modélisés. Ainsi,  $T_f = 37,03^\circ\text{C}$ .

Suite à la simulation dans laquelle ces conditions ont été appliquées sur le crâne, la distribution de température dans ce tissu apparaît sur la figure V-17. La figure V-18 permet de comparer le champ de la température dans le crâne en fonction du modèle utilisé. Bien que l'on remarque une différence entre les deux courbes nous pouvons remarquer que les écarts de température sont très faibles et que l'erreur maximale commise en utilisant le modèle équivalent est de 0,13% et concerne l'extérieur du crâne.

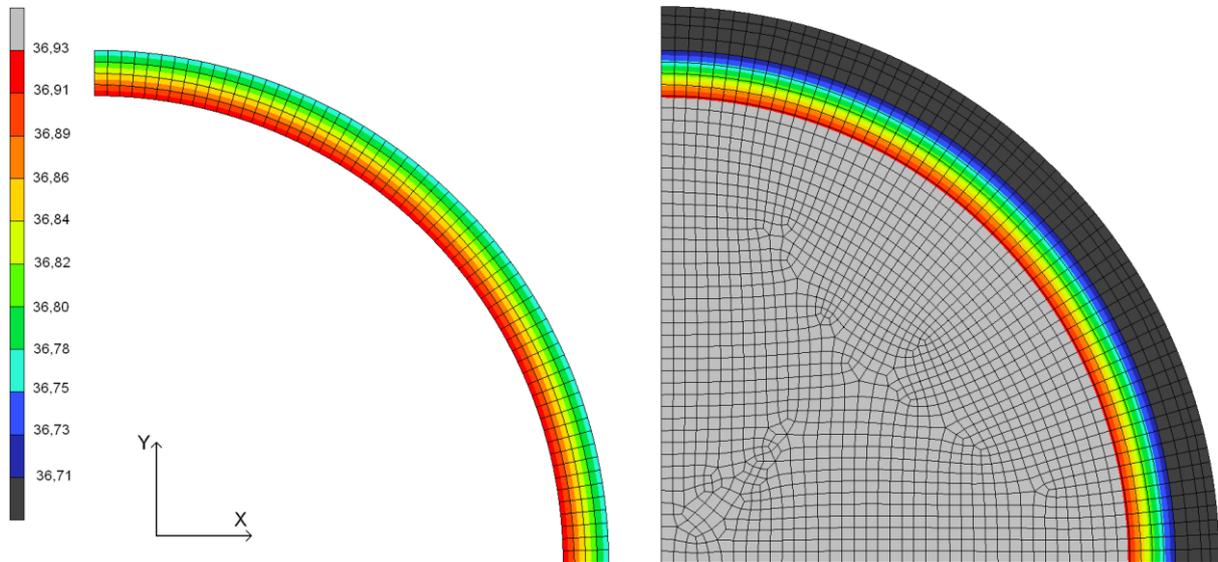


Figure V-17 : Distribution de la température dans le crâne sur le modèle équivalent (à gauche) et sur le modèle complet (à droite)

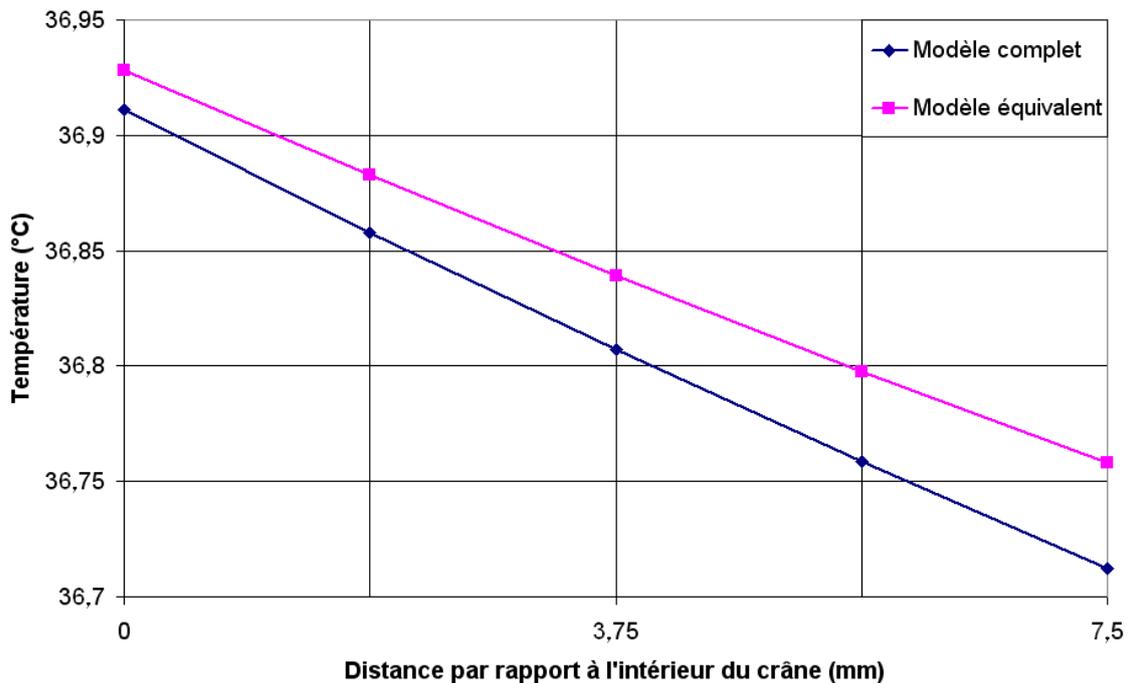


Figure V-18 : Evolution de la température dans le crâne pour les modèles simplifiés complet et équivalent

Nous pouvons donc conclure de cette première approche que l'utilisation de ces conditions aux limites sur le modèle ne comprenant que la géométrie du crâne du patient est tout à fait envisageable. En effet la géométrie réelle du patient est très complexe et modéliser tous les tissus afin d'obtenir un modèle extrêmement fidèle à la réalité n'est pas réalisable à cause de la complexité du maillage et de la lourdeur des calculs. Cette approche consistant à imposer des conditions aux limites équivalentes est donc particulièrement adaptée à ce type de problème.

## 2. Etude de l'influence de l'implant sur le comportement thermique du crâne lors d'un changement brutal de température

### a. définition de l'étude

Cette partie de l'étude est destinée à comprendre l'effet qu'a la mise en place d'un implant sur le comportement thermique au niveau du crâne. Pour cela nous décidons de modéliser un choc thermique important en simulant, après une phase de stabilisation à une température ambiante de 30°C, un plongeon dans une eau froide à 15°C. Lors d'un plongeon, nous estimons à 11 secondes le temps pendant lequel la personne a la tête sous l'eau. Ceci nous permet de comparer la distribution de la température, dans ce cas très particulier, sur un crâne sain et sur un crâne implanté avec notre implant poreux, un implant en titane plein ou avec un implant en PEEK. Nous choisissons d'effectuer une comparaison avec un implant en PEEK car une société concurrente à OBL réalise ce type d'implant avec ce matériau. Il est donc intéressant d'évaluer les champs de température dans ce cas afin de les confronter à ceux obtenus avec un implant OBL.

En supposant un plongeon de 3m au dessus de la surface de l'eau nous considérons que le plongeur reste la tête dans l'eau pendant 11,22 secondes (étapes détaillées plus loin).

### b. détermination des conditions aux limites

Quelque soit le cas traité, les conditions aux limites à l'intérieur du crâne sont les mêmes. Ainsi il est possible d'utiliser le coefficient d'échange équivalent  $H_f$  calculé dans le cas du modèle simplifié afin de représenter le cerveau et le liquide céphalorachidien. Ce coefficient d'échange équivalent intérieur sera appliqué sur l'intérieur du crâne. L'implant est moins épais que le crâne, il existe donc un vide entre la surface interne du substitut et la surface extérieure de la zone contenant le liquide céphalo-rachidien. L'avis de plusieurs chirurgiens est qu'un tissu fibreux se forme dans cette cavité afin de ne pas laisser de vide. Nous modélisons donc une zone de tissu fibreux. Sur sa surface intérieure nous appliquerons également le coefficient d'échange équivalent  $H_f$ .

Les conditions aux limites pour l'extérieur du crâne doivent être redéfinies car cette étude propose un chargement thermique particulier dans un milieu aquatique. Nous devons donc calculer le coefficient d'échange  $h_w$  entre la peau et l'eau dans un premier temps. Pour déterminer  $h_w$  nous devons connaître le nombre de Nusselt, le nombre de Reynolds et le nombre de Prandtl qui sont liés par les équations suivantes :

$$Nu = 2 + 0,03Pr^{0.33} Re^{0.54} + 0,35Pr^{0.36} Re^{0.58} \quad (V-13)$$

$$Nu = \frac{h_w D}{k_w} \quad (V-14)$$

où  $D$  est le diamètre hydraulique (diamètre de la tête dans notre cas), et  $k_w$  est la conductivité thermique de l'eau.

Ces deux relations nous permettent donc d'exprimer  $h_w$  :

$$h_w = \frac{k_w \left( 2 + 0,03Pr^{0.33} Re^{0.54} + 0,35Pr^{0.36} Re^{0.58} \right)}{D} \quad (V-15)$$

Le nombre de Prandtl dépend uniquement des propriétés thermiques de l'eau :

$$\text{Pr} = \frac{\mu_w C_p}{k_w} \quad (\text{V-16})$$

où  $\mu_w$  est la viscosité dynamique de l'eau,  $C_p$  sa chaleur spécifique et  $k_w$  sa conductivité thermique.

Dans notre cas,  $\mu_w = 1,14 \times 10^{-3} \text{ N.s.m}^{-2}$ ,  $C_p = 4186 \text{ J.kg}^{-1}.\text{°C}^{-1}$  et  $k_w = 0,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{°C}^{-1}$  pour une eau à 15°C.

$$\text{Pr} = \frac{1,14 \times 10^{-3} \times 4186}{0,6} = 7,95 \quad (\text{V-17})$$

Le nombre de Reynolds quant à lui dépend de la vitesse relative entre l'objet et le fluide qui s'écoule :

$$\text{Re}(t) = \frac{v(t) D}{\nu_w} \quad (\text{V-18})$$

où  $v(t)$  est la vitesse relative entre la tête et l'eau et  $\nu_w$  est la viscosité cinématique de l'eau.

Dans notre cas,  $D=0,1836\text{m}$  et  $\nu_w = 1,141 \times 10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$

Afin de calculer le coefficient d'échange par convection équivalent entre le crâne et l'eau  $H_w$  tout au long de la plongée il est nécessaire de calculer la vitesse théorique de la tête du plongeur dans l'eau. Une évolution de cette vitesse est donnée sur la figure V-19. La vitesse maximale de l'eau par rapport à la tête est obtenue lors de l'arrivée du corps dans l'eau. Après une chute libre de 3m on estime la vitesse d'entrée dans l'eau d'un corps à  $v_m = 7,7 \text{ m.s}^{-1}$ .

Le calcul de la vitesse du nageur dans l'eau est effectuée en considérant une diminution linéaire de sa vitesse initiale, pendant 1,22 secondes, jusqu'à atteindre une vitesse stabilisée  $v_2 = 1 \text{ m.s}^{-1}$  à un temps  $t=2\text{s}$ . Cette vitesse est conservée pendant 10 secondes. Après ce temps nous considérons que le plongeur est remonté à la surface et est de nouveau à l'air libre.

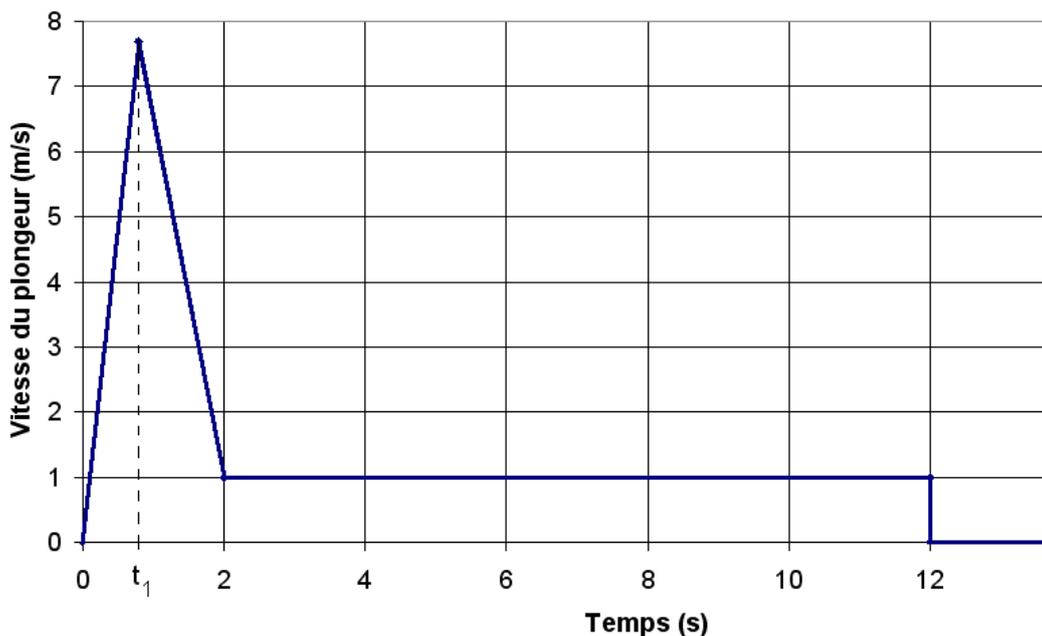


Figure V-19 : Evolution de la vitesse du nageur au cours du plongeon

La vitesse du plongeur étant connue dans l'eau nous pouvons désormais calculer le coefficient d'échange par convection  $h_w$  entre la tête et l'eau en fonction du temps. Comme nous souhaitons modéliser le crâne uniquement nous devons calculer le coefficient d'échange équivalent  $H_w$  entre le crâne et le milieu extérieur équivalent de la même façon que lors de la simulation à température ambiante.

$$H_w = \left[ r_p^2 \left( \frac{1}{h_w r_p^2} + \frac{r_p - r_g}{r_p r_g k_p} + \frac{r_g - r_c}{r_g r_c k_g} \right) \right]^{-1} \quad (V-19)$$

L'évolution de ces deux coefficients d'échange par convection  $h_w$  et  $H_w$  est présentée sur les figures V-20 et V-21 respectivement.

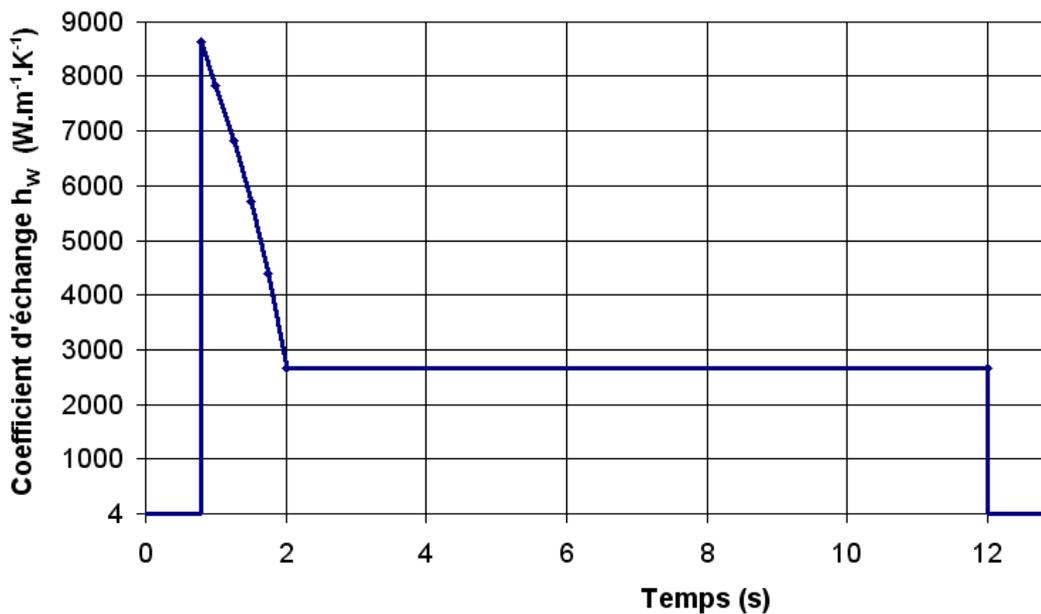


Figure V-20 : Evolution du coefficient d'échange  $h_w$  entre la peau et l'eau pendant le plongeon

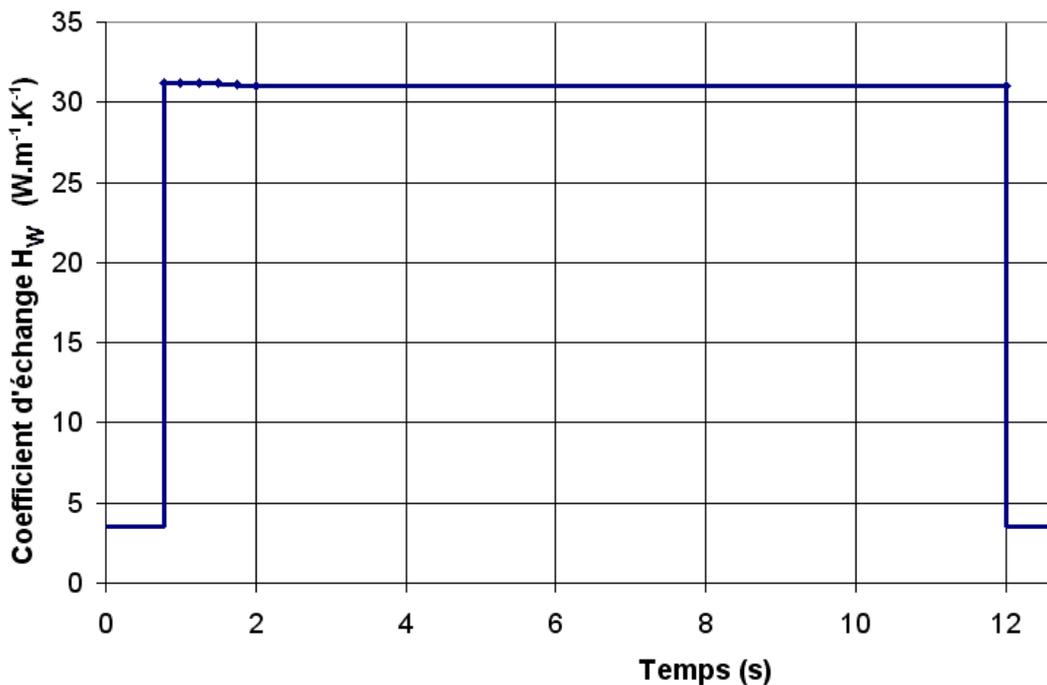


Figure V-21 : Evolution du coefficient d'échange équivalent  $H_w$  entre le crâne et le milieu extérieur équivalent pendant le plongeon.

### c. détermination des propriétés de l'implant

Différents matériaux peuvent être utilisés pour réaliser des implants destinés à une cranioplastie<sup>72, 73</sup>. Nous avons décidé de comparer l'effet d'un implant en titane plein et d'un implant en PEEK avec notre implant poreux. Quatre cas seront donc traités afin de connaître l'influence d'un implant sur la distribution de la température dans le crâne. Le premier consiste à effectuer une simulation avec le crâne réparé. Ceci servira de référence au niveau du comportement thermique. Le deuxième cas consiste à modéliser notre implant en titane poreux afin d'évaluer son effet sur le comportement thermique du crâne. Les deux autres simulations seront effectuées avec un implant en PEEK et un implant en titane plein. Pour cela l'implant que nous avons conçu se verra affecté les propriétés thermiques des différents matériaux disponibles dans le tableau V-4.

La conductivité de l'implant en titane poreux doit être déterminée. En effet, cet implant étant poreux il faut tenir compte de la conductivité du titane pur et du tissu comblant les pores. Actuellement il est impossible de savoir exactement ce qu'il se passe après l'implantation d'un tel substitut osseux. Cependant le corps humain tente toujours de combler le vide. Nous supposons donc dans cette étude que les pores du substitut sont remplis d'un tissu fibreux. Les propriétés thermiques du titane pur et du tissu fibreux pris en compte sont données dans le tableau V-4.

Matériau	Conductivité (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Chaleur spécifique (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	Densité (kg.m <sup>-3</sup> )	$\rho Cp$ (J.m <sup>-3</sup> .K <sup>-1</sup> )	Diffusivité (m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup> )
Titane plein	17	523	4510	2,359×10 <sup>6</sup>	7,2×10 <sup>-6</sup>
Tissu fibreux	0,55	4050	1000	4,050×10 <sup>6</sup>	0,14×10 <sup>-6</sup>
Peek	0,222	320	1320	0,422×10 <sup>6</sup>	0,53×10 <sup>-6</sup>
Titane poreux	7,51	2216	2825	6,260×10 <sup>6</sup>	1,20×10 <sup>-6</sup>
Crâne	1,16 <sup>68</sup>	1254 <sup>70</sup>	1500 <sup>68</sup>	1,881×10 <sup>6</sup>	0,62×10 <sup>-6</sup>

Tableau V-4 : Propriétés thermiques du titane pur, du tissu fibreux, du Peek<sup>74, 75, 76</sup>, du titane poreux présenté dans cette étude rempli de tissu fibreux et du crâne

Le calcul de la conductivité de l'implant poreux  $k_s$  est réalisé grâce à la méthode d'homogénéisation de Maxwell Eucken<sup>77</sup>.

$$k_s = \frac{k_T f_T + k_F f_F \frac{3k_T}{2k_T + k_F}}{f_T + f_F \frac{3k_T}{2k_T + k_F}} \quad (\text{V-20})$$

où  $k_T$  et  $k_F$  sont les conductivités thermiques respectives du titane et du tissu fibreux,  
 $f_T$  et  $f_F$  sont les fractions volumiques respectives du titane et du tissu fibreux

Pour la structure de notre implant poreux,  $f_T = 0,52$ . Nous considérons l'implant totalement comblé par le tissu fibreux, ainsi  $f_F = 0,48$ .

Nous obtenons :

$$k_s = \frac{k_T f_T + k_F f_F \frac{3k_T}{2k_T + k_F}}{f_T + f_F \frac{3k_T}{2k_T + k_F}}$$

$$k_s = \frac{17 \times 0,52 + 0,55 \times 0,48 \frac{3 \times 17}{2 \times 17 + 0,55}}{0,52 + 0,48 \frac{3 \times 17}{2 \times 17 + 0,55}}$$

$$k_s = 7,51 \text{ W.m}^{-1}\text{K}^{-1} \quad (\text{V-21})$$

Le calcul de la chaleur spécifique équivalente  $Cp_s$  peut se faire de la façon suivante<sup>78</sup> :

$$Cp_s = Cp_T f_T + Cp_F f_F \quad (\text{V-22})$$

où  $Cp_T$  et  $Cp_F$  sont respectivement les chaleurs spécifiques du titane et du tissu fibreux

$$Cp_s = 523 \times 0,52 + 4050 \times 0,48$$

$$Cp_s = 2216 \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1} \quad (\text{V-23})$$

La densité équivalente de l'implant poreux  $\rho_s$  est calculée de la même façon :

$$\rho_s = \rho_T f_T + \rho_F f_F \quad (\text{V-24})$$

où  $\rho_T$  et  $\rho_F$  sont respectivement les densités du titane grade 2 et du tissu fibreux

$$\rho_s = 4510 \times 0,52 + 1000 \times 0,48$$

$$\rho_s = 2825 \text{ kg.m}^{-3} \quad (\text{V-25})$$

#### d. simulations avec le modèle simplifié

La surface interne de l'implant  $A_s$  est de  $1660\text{mm}^2$ . Nous pouvons alors calculer un rayon équivalent  $r_s$  en considérant que l'implant est bien plus petit que le crâne. Ce rayon équivalent est calculé comme si l'implant était plat. Ainsi :

$$r_s = \sqrt{\frac{A_s}{\pi}} \quad (\text{V-26})$$

$$r_s = \sqrt{\frac{0,00166}{\pi}}$$

$$r_s = 0,023 \text{ m} \quad (\text{V-27})$$

Le modèle simplifié est créé avec une couche de tissu fibreux entre l'implant et le LCR comme on peut le voir sur la figure V-22. Les propriétés thermiques de l'implant sont modifiées afin de réaliser la simulation du plongeon avec notre implant poreux, un implant en titane plein et un implant plein en PEEK. Nous souhaitons ensuite observer les températures à la périphérie de l'implant et à la périphérie de la zone contenant le liquide céphalorachidien afin de les comparer à celles obtenues sans implant.

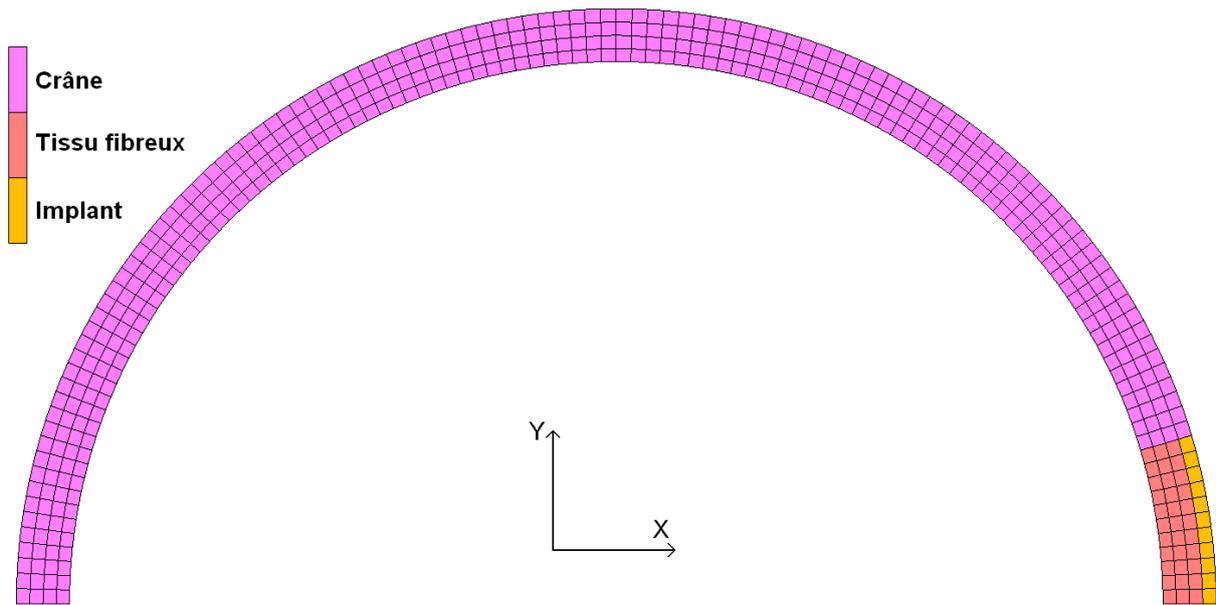


Figure V-22 : Maillage axisymétrique avec implant et tissu fibreux

La figure V-23 présente la distribution de la température dans le crâne, l'implant en titane poreux et le tissu fibreux dans la zone autour de l'implant. On peut observer une température sensiblement équivalente en tout point sur la partie intérieure du crâne et du tissu fibreux que ce soit avant ou pendant l'immersion dans l'eau. La différence de température se remarque en périphérie. En effet l'implant est plus conducteur que le crâne ce qui permet au cerveau d'apporter de la chaleur au scalp plus facilement. Ainsi, à l'air ambiant, la température en périphérie du crâne est légèrement inférieure au niveau de l'implant. Lors de l'immersion dans l'eau, la température au niveau du rayon extérieur du crâne chute plus rapidement qu'à la surface de l'implant. Une différence de température peut donc être ressentie par les thermorécepteurs de la peau, mais celle-ci est faible.

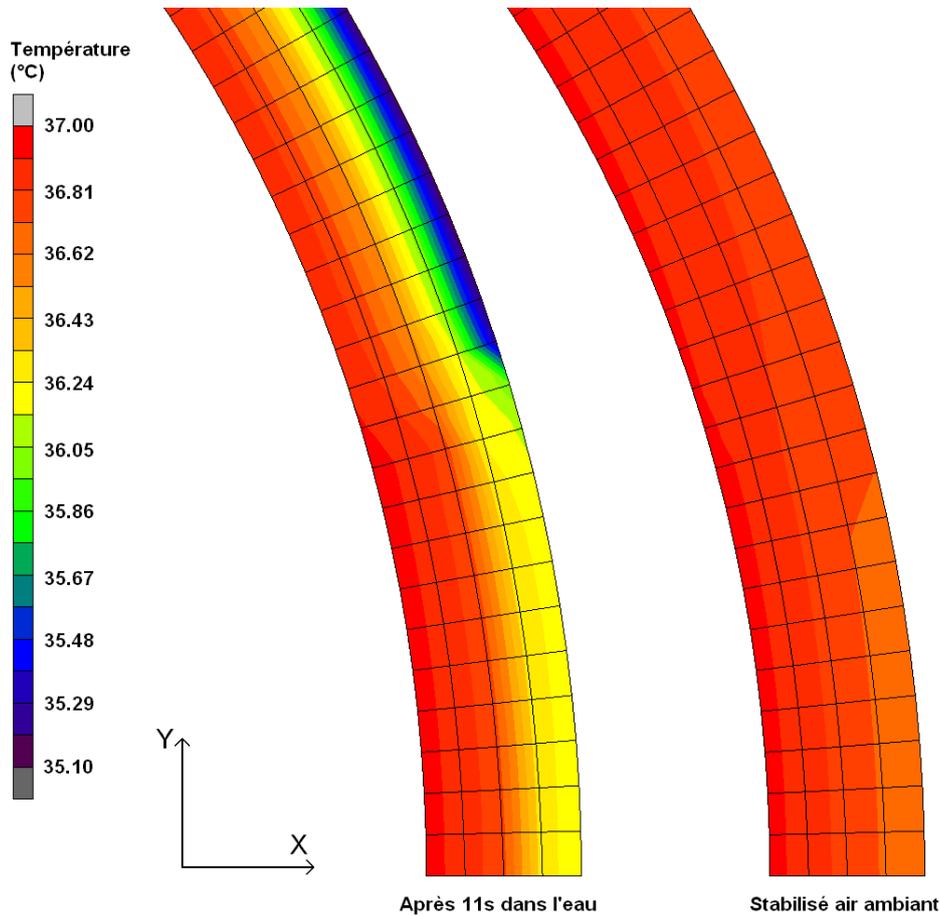


Figure V-23 : Distribution de la température dans le crâne autour de l'implant en titane poreux après 11 secondes d'immersion dans l'eau et stabilisé à l'air ambiant

La figure V-24 permet de comparer les distributions des températures dans cette même zone pour les trois types d'implants. On peut facilement remarquer que l'implant PEEK engendre une grande diminution de la température en périphérie. Ceci est dû à sa faible conductivité et sa faible chaleur spécifique. En effet ce matériau est très isolant. La production de température régnant dans le cerveau ne parvient donc pas à réchauffer l'extérieur de l'implant. Ceci engendrera une forte diminution de la température des tissus tels que la graisse et la peau qui contient des thermorécepteurs.

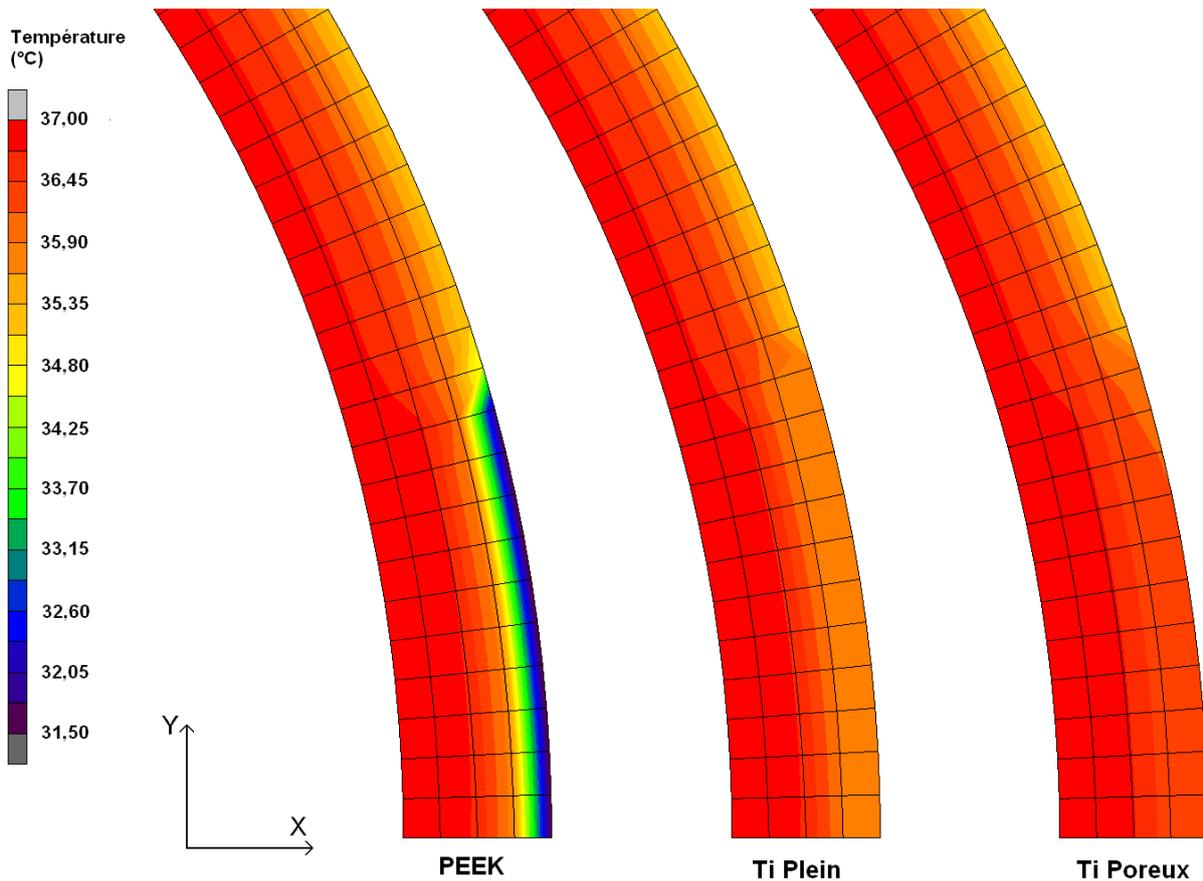


Figure V-24 : Comparaison de la distribution de la température autour des trois types d'implant sur le modèle simplifié, juste avant la sortie de l'eau

Nous souhaitons comparer l'évolution de la température en différents points pendant la simulation. Des points de contrôle sont placés à l'intérieur et à l'extérieur du crâne lorsque l'implant n'est pas présent. Avec l'implant, un point est placé en périphérie de celui-ci et à la base du tissu fibreux. Nous pouvons ainsi comparer l'évolution des températures dans le temps avec et sans implant et en fonction du type d'implant. Le graphique visible sur la figure V-25 confirme les tendances que nous venons d'observer sur les figures V-23 et V-24.

Alors qu'habituellement il est possible de lier, dans le cas de problèmes thermiques, le gradient de température à la diffusivité, nous pouvons remarquer que ce n'est pas le cas dans cette étude. Ceci est dû à la complexité de la zone comprenant l'implant et le tissu fibreux. Nous allons devoir discrétiser notre analyse en deux phases.

Tout d'abord on remarque, après un temps d'immersion de 11,2 secondes, un gradient de température dans l'implant différent selon le type de substitut. Le gradient le plus élevé est obtenu pour l'implant PEEK avec  $\Delta T = 4,22 \text{ }^\circ\text{C}$ . Vient ensuite le titane poreux pour lequel  $\Delta T = 0,11 \text{ }^\circ\text{C}$ , puis le titane plein avec  $\Delta T = 0,06 \text{ }^\circ\text{C}$ . Cette différence de gradients peut être expliquée par la conductivité des différents matériaux. En effet, plus la conductivité du matériau est élevée plus la différence de température entre les surfaces internes et externes de l'implant est faible.

Le ressenti de la température quant à lui peut être expliqué par les valeurs des produits  $\rho C_p$  de chaque matériau. En effet, sur la figure V-26 on constate que l'évolution de la température lors de l'immersion varie en fonction du matériau. La chute de température est la plus violente pour le PEEK pour lequel  $\rho C_p = 0,422 \times 10^6$ . C'est en effet la valeur la plus faible parmi tous les matériaux utilisés ici. La vitesse de diminution de la température à l'extérieur de l'os, du titane plein et du titane poreux est légèrement différente. Parmi ces trois matériaux, l'os voit sa température chuter plus rapidement car le produit  $\rho C_p$  correspondant est le plus faible. Vient ensuite le titane plein, puis le titane poreux auquel correspond le produit  $\rho C_p$  le plus élevé.

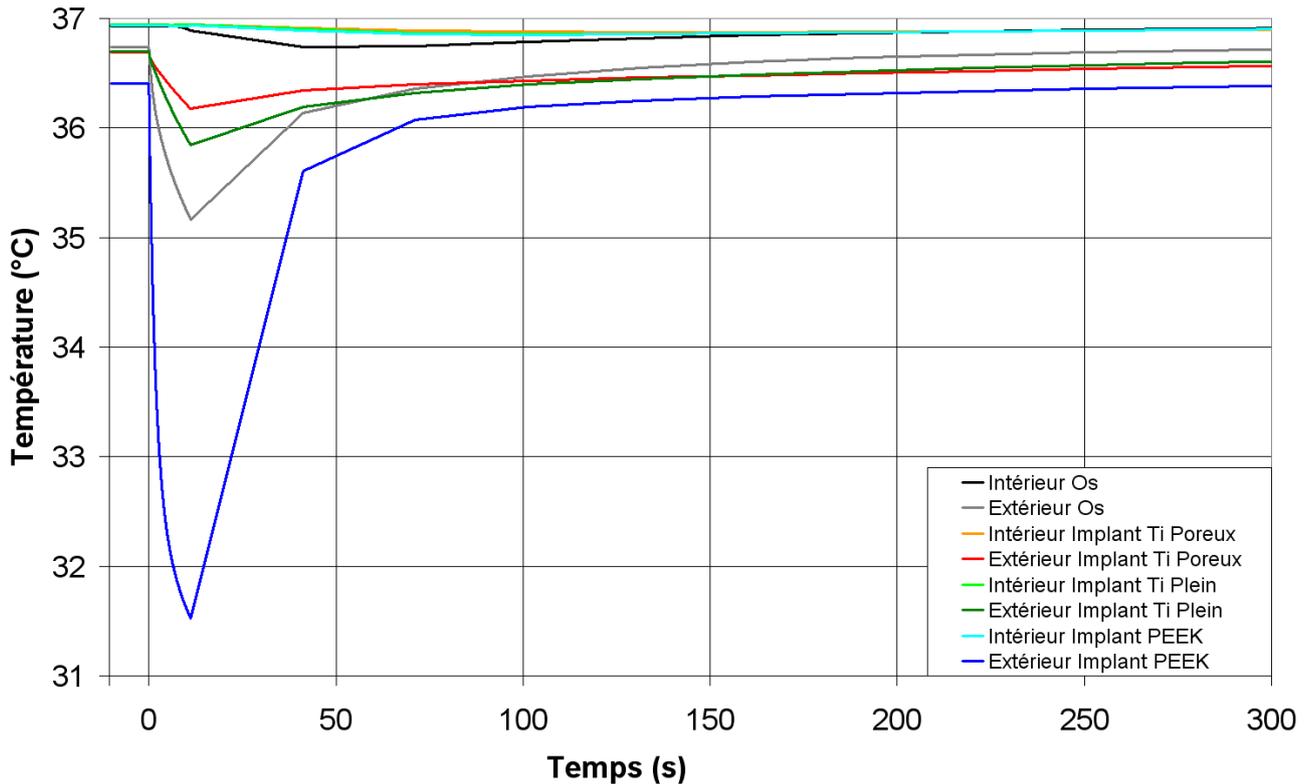


Figure V-25 : Evolution des températures internes et externes dans le temps en fonction du type d'implant avec le modèle simplifié. L'entrée dans l'eau se fait au temps 0.

### e. simulations avec le modèle propre au patient

Le chargement thermique appliqué à ce modèle est le même que celui utilisé pour le modèle simplifié. Nous avons donc des coefficients d'échange équivalents à l'intérieur et à l'extérieur du crâne pour représenter le cerveau, le liquide céphalorachidien, la graisse et la peau. Cependant la géométrie est très complexe et l'ouverture au niveau des orbites nous pose problème. Pour cela nous avons réalisé une cartographie thermique d'un individu, réalisée grâce à une caméra thermique (FLIR, USA), comme on peut le voir sur la figure V-26. Les champs de température ont été mesurés dans diverses positions avec bouche ouverte et bouche fermée afin de mesurer la température en tout point. Ces images nous informent que la température dans la bouche et au niveau des yeux est de 34°C. Nous avons donc supposé qu'une régulation de température s'effectue dans ces zones. Une condition aux limites imposant une température de 34°C au niveau des orbites a donc été mise en place sur notre modèle.

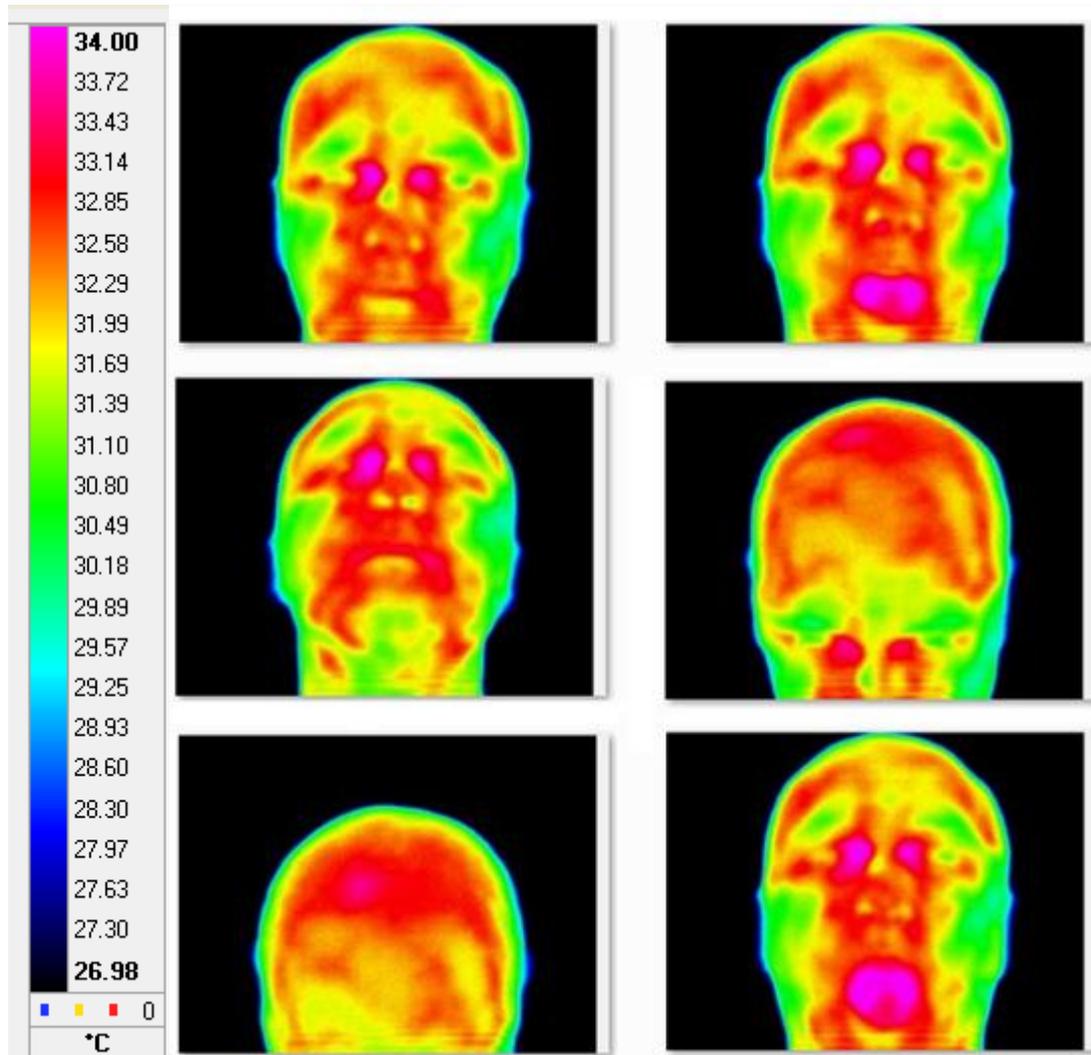


Figure V-26 : cartographie thermique de la tête d'un individu

Une vue de face de l'implant est visible sur la figure V-27. La distribution des températures est donnée après 11 secondes d'immersion dans l'eau après le plongeon. Cette image nous permet de remarquer que les variations de température au niveau de l'implant sont faibles. En effet, nous nous intéressons principalement à la partie de l'implant remplaçant l'os et non pas à la zone de fixation située en périphérie où la température est légèrement plus faible. La partie sur laquelle nous souhaitons étudier les phénomènes thermiques est donc celle où la température est la plus élevée sur cette figure. La ligne rouge représente la position du plan sagittal. Suite à ces observations nous avons décidé de représenter les champs de température sur le crâne à travers une coupe sagittale. Cela nous permettra, comme nous venons de le remarquer, d'observer les variations de température dans la zone souhaitée et de rendre aisée leur représentation. Les données de température que nous pouvons trouver au niveau de la partie basse du maxillaire ne sont pas représentatives de la réalité car de nombreux phénomènes, tels que la respiration, qui jouent un rôle dans la thermorégulation, n'ont pas été pris en compte. Nous allons donc effectuer nos commentaires sur le crâne et l'implant uniquement.

Température  
(°C)

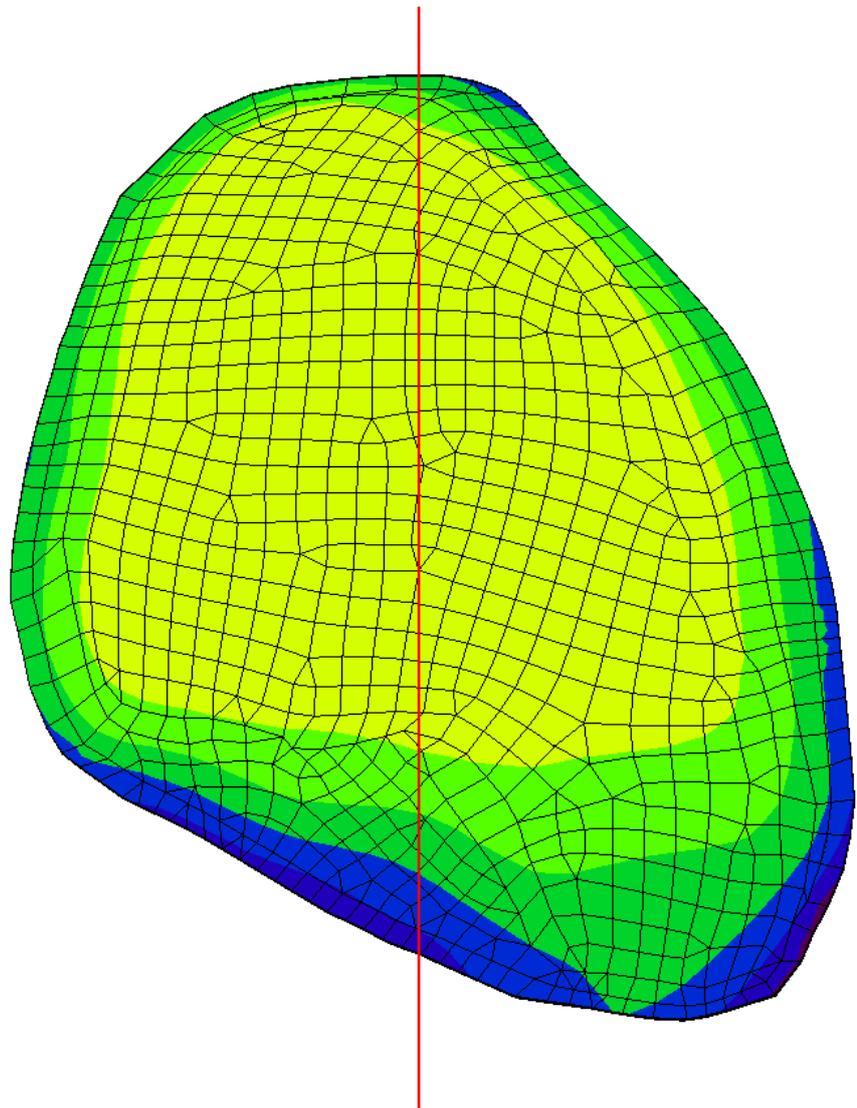
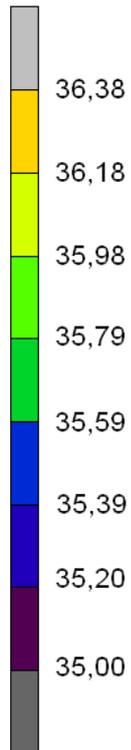


Figure V-27 : Distribution de la température à la surface de l'implant en titane poreux après 11,2 secondes d'immersion dans l'eau à 15°C. La ligne rouge représente le passage du plan sagittal.

La figure V-28 présente la comparaison de la distribution de la température sur le crâne avec implant en titane poreux juste avant la sortie de l'eau et après stabilisation de la température à l'air ambiant. Nous pouvons remarquer une distribution des températures sur le crâne et l'implant semblable à celle visible sur la figure V-23 où la simulation a été effectuée avec le modèle simplifié. En effet, après 11,2 secondes dans l'eau, la température à l'intérieur du crâne de 37°C diminue dans son épaisseur pour atteindre environ 35°C en périphérie. La diminution de la température au niveau de la zone comprenant l'implant et le tissu fibreux est moins importante. En effet, une température d'environ 37°C est observée à l'intérieur et de 36°C environ sur la surface externe de l'implant. Après stabilisation de la température à l'air ambiant à 30°C nous remarquons comme avec le modèle simplifié une différence de température entre l'intérieur et l'extérieur du crâne faible de l'ordre de 0,4°C.

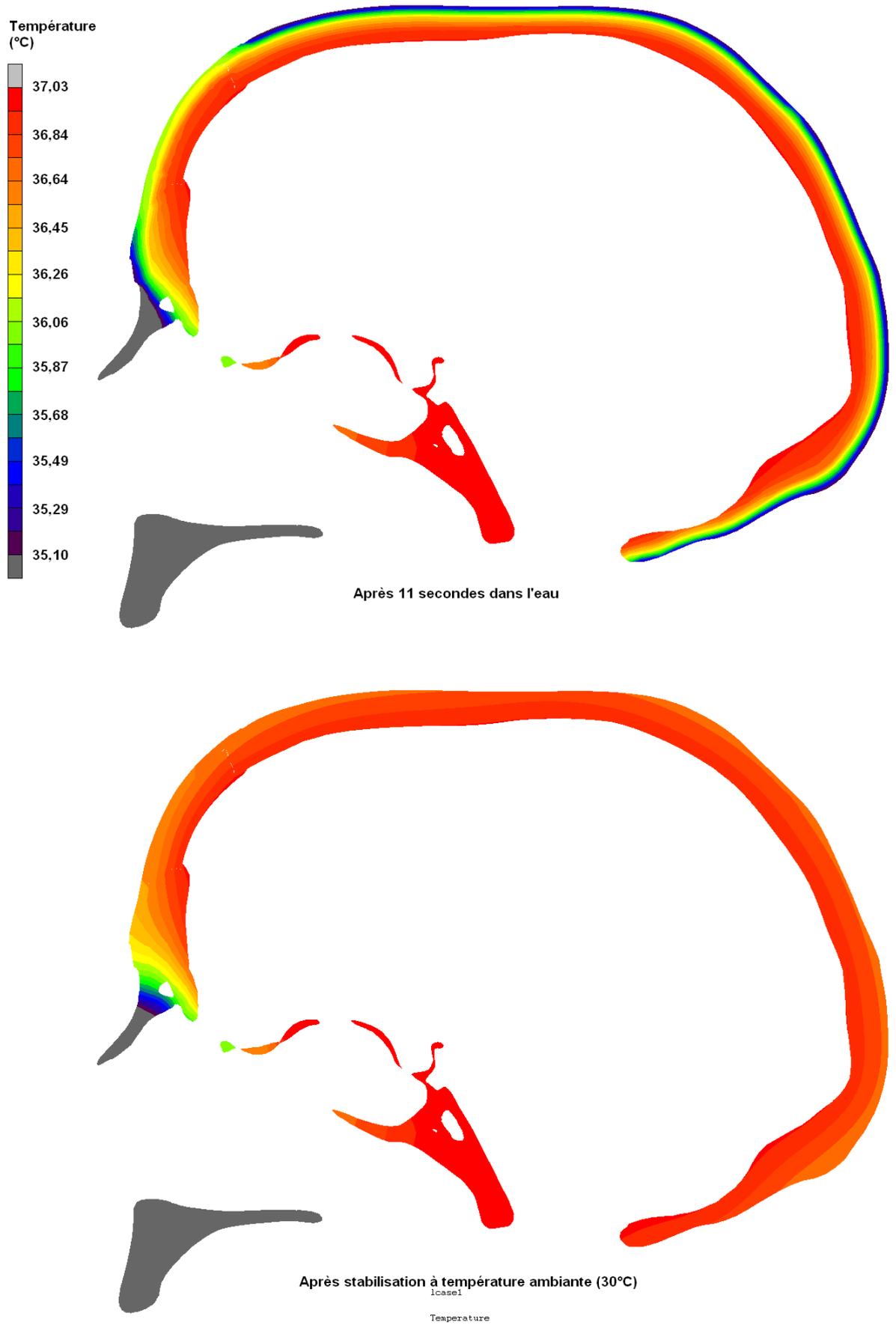


Figure V-28 : Comparaison de la distribution de la température après une immersion de 11,2 secondes dans l'eau à 15°C et après une stabilisation à l'air ambiant à 30°C

Nous allons maintenant nous pencher, tout comme nous l'avons fait avec le modèle simplifié, sur la comparaison des champs de température en fonction du type d'implant présent au niveau du defect osseux. Pour cela la visualisation de la coupe du crâne entier n'est pas nécessaire. Nous allons donc limiter les représentations à l'implant et à l'os environnant. Ainsi la figure V-29 présente l'effet qu'ont les différents implants sur la distribution de la température dans cette zone. Les conclusions pouvant être émises d'après cette figure sont les mêmes que pour le modèle simplifié. En effet, au niveau de l'implant, la température est équivalente pour les trois types d'implants en surface du liquide céphalorachidien. Par contre la température en périphérie est bien plus faible dans le cas d'un implant en PEEK que pour les implants en titane. L'implant en titane poreux est toujours celui qui permet d'obtenir une température la plus homogène dans le crâne après 11 secondes d'immersion dans l'eau.

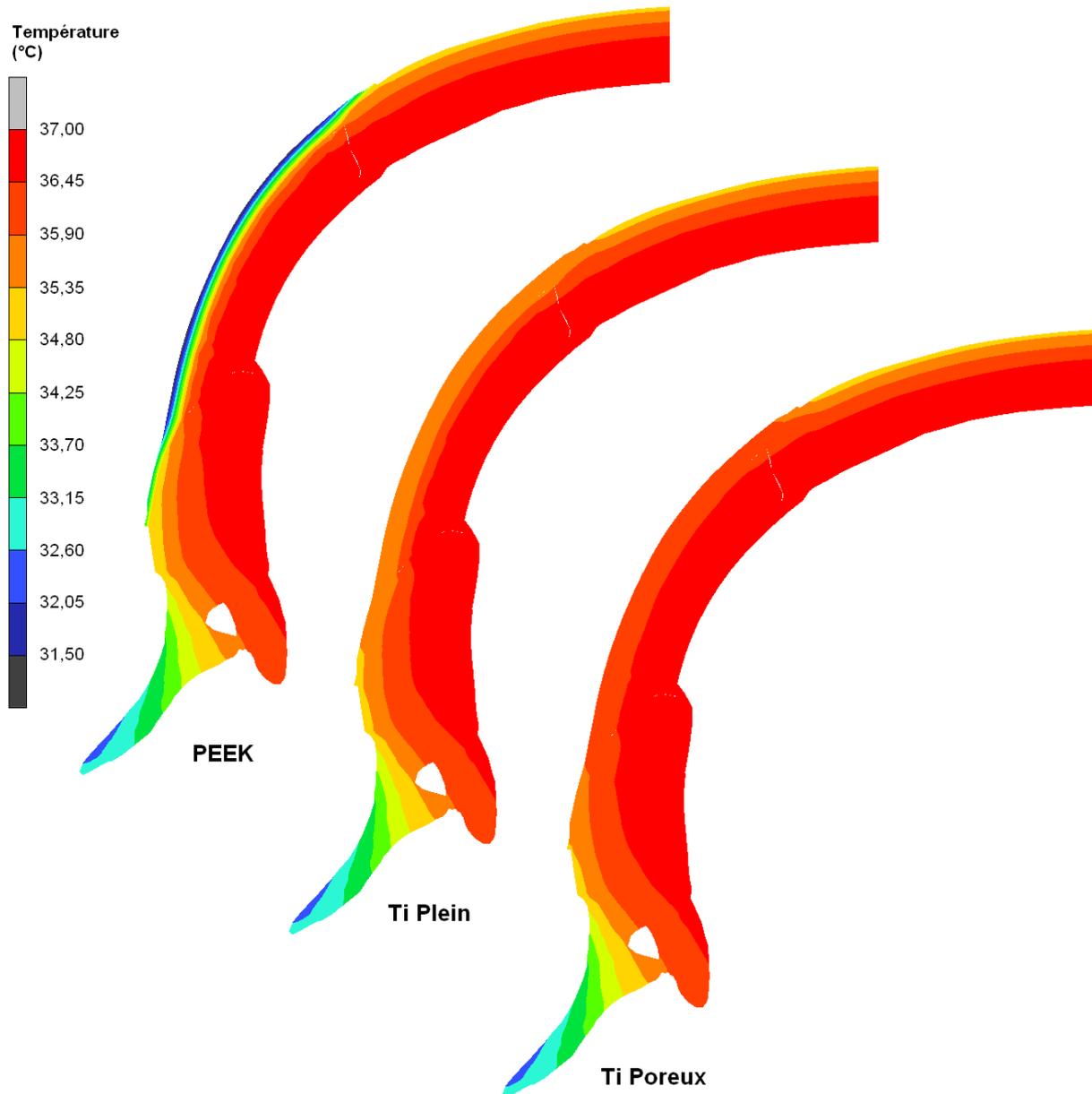


Figure V-29 : Comparaison de la distribution de la température autour des trois types d'implant sur le modèle à géométrie réelle, juste avant la sortie de l'eau

Tout comme nous l'avons fait avec le modèle simplifié, le graphique de la figure V-30 permet de comparer dans le temps l'évolution de la température en fonction du type d'implant et de les comparer au comportement thermique du crâne sans implant. Nous remarquons que l'évolution des températures est extrêmement proche de celle relevée avec le modèle simplifié. L'évolution de la température à l'intérieur du crâne est équivalente quelque soit le type d'implant. Par contre les changements de température à l'extérieur en dépendent. En effet, l'implant en titane poreux engendre les variations de températures les plus lentes. Les erreurs relevées entre les deux modèles à température stabilisée à l'air ambiant, et après 11.2 secondes d'immersion sont très faibles. Après stabilisation à l'air ambiant, l'erreur maximale entre ces résultats et ceux provenant du calcul simplifié quelque soit le type d'implant est de 0.28%. Après un temps d'immersion de 11.2 secondes, les températures relevées aux mêmes points des deux modèles et le calcul des erreurs correspondantes apparaissent sur le tableau V-5. Ce tableau montre que les erreurs les plus élevées font référence aux températures relevées en périphérie des implants. La précision de l'évaluation de la température à proximité du cerveau est donc excellente.

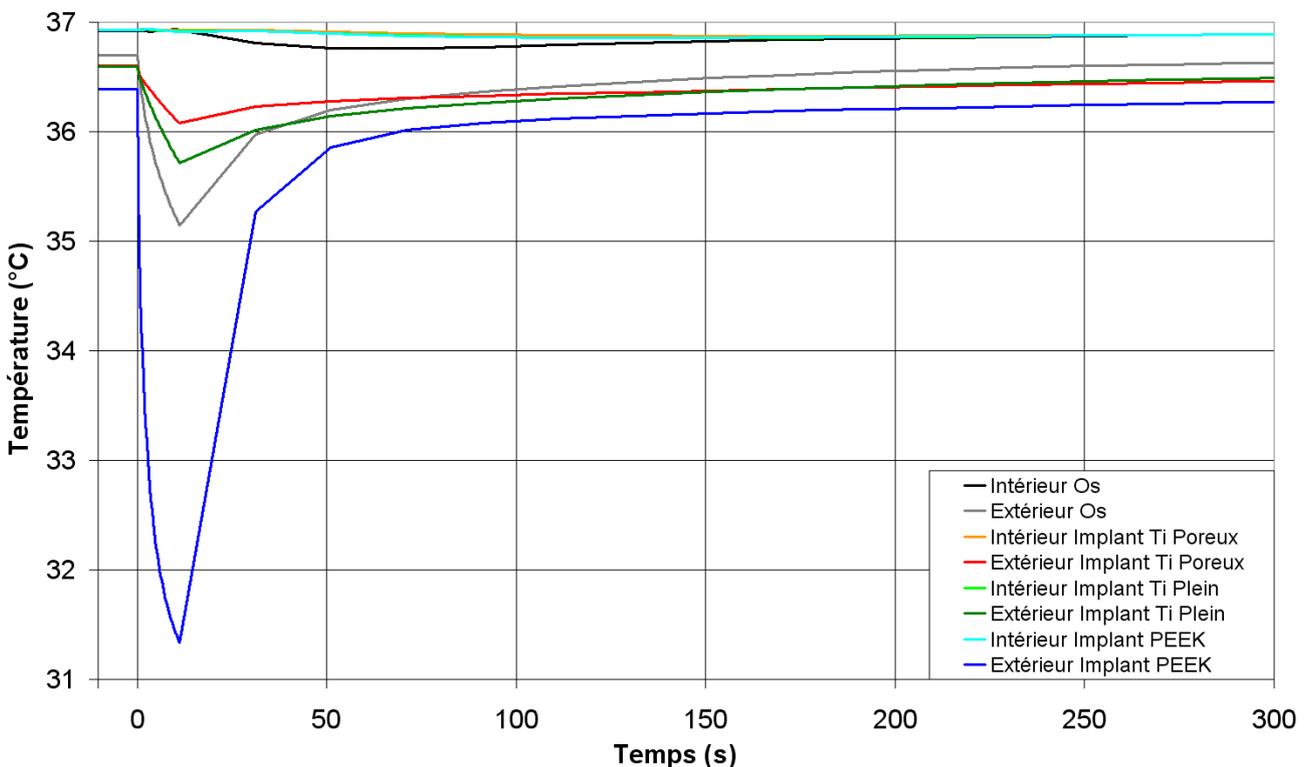


Figure V-30 : Evolution des températures internes et externes dans le temps en fonction du type d'implant avec le modèle à géométrie réelle. L'entrée dans l'eau se fait au temps 0.

	T° modèle réel (°C)	T° Modèle simplifié (°C)	Erreur (%)
Intérieur Os	36,93	36,89	-0,11
Extérieur Os	35,14	35,17	0,07
Intérieur Implant Ti Poreux	36,93	36,94	0,04
Extérieur Implant Ti Poreux	36,08	36,17	0,27
Intérieur Implant Ti Plein	36,92	36,95	0,07
Extérieur Implant Ti Plein	35,71	35,84	0,36
Intérieur Implant PEEK	36,92	36,93	0,05
Extérieur Implant PEEK	31,33	31,53	0,61

Tableau V-5 : Comparaison des températures obtenues sur les deux modèles après 11 s d'immersion dans l'eau

### C. Conclusion partielle

Après avoir étudié les phénomènes de thermorégulation dans le crâne ainsi que les modèles thermiques existants pour cette partie de l'anatomie, nous avons créé un modèle simplifié axisymétrique tenant compte des dimensions moyennes d'un patient. Les simulations ont démontré que la température à proximité du cerveau n'est pas modifiée par la pose de notre implant en titane poreux. Nous avons remarqué que cette température est sensiblement la même quelque soit le type d'implant utilisé. La température en périphérie de l'implant, quant à elle, dépend fortement de la nature de celui-ci. En effet nous avons pu constater que notre implant en titane poreux engendre une variation de température assez lente comparable au comportement pour une personne saine.

Un implant en titane plein engendre une évolution de la température légèrement plus rapide que pour l'implant en titane poreux, bien que celle-ci soit toujours plus faible que ce que l'on trouve sans implant. La vitesse de la variation de température est dans le cas d'un implant en titane plein

$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{0,88}{11} = 0,08^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Pour un implant en titane poreux celle-ci est plus faible

$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{0,53}{11} = 0,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Pour l'os du crâne, la vitesse de changement de température est égale à

$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{1,56}{11} = 0,14^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ .

Un implant en PEEK conduit à une variation de température très rapide ce qui peut conduire à une sensation de froid plus intense. En effet nous avons vu que les thermorécepteurs réagissent à la vitesse de changement de température. Pour ce matériau cette vitesse est de

$\frac{\Delta T}{\Delta t} = \frac{5,05}{11} = 0,46^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ . Cette vitesse est trois fois plus importante que dans le cas d'un crâne sain.

Nous pouvons donc supposer que l'implant en PEEK va engendrer une gêne à cause du ressenti de cette variation très rapide de température.

Nous pouvons donc conclure que la pose de notre implant en titane poreux ne provoque aucun risque thermique pour le cerveau et que le ressenti au niveau de la peau doit être sensiblement équivalent au ressenti sans implant.

Nous avons par la suite réalisé un modèle à partir de la géométrie réelle de la tête du patient. Après comparaison des deux modèles nous avons déterminé des écarts très faibles au niveau de la détermination des températures. Les mêmes conclusions que précédemment peuvent donc être émises. Il est évident, dans le cas que nous avons traité que la géométrie de la tête intervient peu sur la distribution de la température. Il sera donc possible à l'avenir de prédire le comportement thermique de la tête grâce à un modèle simplifié comme nous l'avons effectué. Ceci permet d'obtenir des résultats fiables beaucoup plus rapidement.



# **Conclusions et perspectives**



Cette thèse a été consacrée au développement d'une nouvelle génération d'implants en titane poreux pour la reconstruction anatomique.

Le début de ce document a permis de définir les conditions dans lesquelles la reconstruction par substitut osseux peut être utilisée. Nous nous sommes alors intéressés au comportement de l'os tant du point de vue biologique que mécanique, ceci afin de créer les bases dont nous avons besoin dans la suite du travail. Nous avons mis en évidence la nécessité de maîtriser les propriétés mécaniques des substituts osseux afin d'assurer la compatibilité de celles-ci avec celles de l'os. Enfin, nous avons également conclu, grâce à l'étude bibliographique, que les propriétés chimiques de la surface des implants doivent avoir la particularité de pouvoir créer des liens avec l'os.

Les géométries très irrégulières des manques osseux nécessitent une fabrication sur mesure du substitut. Réaliser un implant en titane poreux sur mesure est très complexe et les procédés de fabrication traditionnels ne conviennent pas à ce genre d'application. En effet les techniques, telles que le moulage et l'usinage, sont très rapidement limitées au niveau de la forme que peut présenter la pièce finie. Pour cela nous nous sommes intéressés aux procédés de fabrication additive qui sont en plein essor. Le procédé que nous avons choisi est le Selective Laser Melting (SLM) qui permet de fabriquer, avec une grande précision, des pièces pratiquement sans aucune contrainte au niveau géométrique.

Ce procédé de fabrication étant particulier, nous avons décidé de caractériser les propriétés mécaniques des pièces produites avec cette technique. Deux points peuvent influencer sur ces propriétés. Tout d'abord nous nous interrogeons sur l'effet des cycles de chauffe et de refroidissement sur la texture du matériau et la possible existence d'une anisotropie au niveau microscopique. De plus, la fabrication par couches successives peut engendrer au niveau macroscopique une anisotropie des propriétés mécaniques. Pour répondre à ces questions, nous avons conçu des éprouvettes spécifiques afin d'étudier la texture du matériau et de réaliser des essais mécaniques de traction. Les expérimentations menées sur le titane fabriqué par SLM ont montré que cette technologie est suffisamment aboutie, en affichant des propriétés élasto-plastiques isotropes bien plus élevées que celles obtenues par des procédés de fabrication traditionnels.

Suite à cette partie, nous avons pu travailler sur la conception d'une structure poreuse apte à se substituer au tissu osseux humain. Nous avons cherché, grâce à des simulations numériques par la méthode des éléments finis, à développer un motif élémentaire dont les propriétés mécaniques soient proches de celles de l'os. Les propriétés élasto-plastiques déterminées précédemment sur le titane fabriqué par SLM ont été utilisées dans le logiciel de calculs. Le motif a pu être optimisé en ajustant progressivement sa morphologie afin que ses propriétés élastiques dans les trois directions principales soient proches de celles de l'os. Une fois cette phase de calculs élastiques validée, une vérification de la résistance de ce motif dans ces mêmes directions a été effectuée en réalisant un calcul élasto-plastique. Nous avons ici mis au point un motif élémentaire qui, par sa répétition dans les trois dimensions de l'espace, permet de générer une structure poreuse dont les propriétés élasto-plastiques sont adaptées à son utilisation comme substitut osseux.

Pour confirmer les résultats des simulations, il a été nécessaire d'effectuer des essais mécaniques de validation de cette méthode de dimensionnement. Des éprouvettes de traction comportant une partie utile en titane poreux ont été réalisées, afin de tester les propriétés élasto-plastiques dans les trois directions principales du motif. Les éprouvettes ont été mesurées dans le but de comparer les dimensions réelles du motif poreux avec les dimensions théoriques de nos modèles. Les essais expérimentaux ont dévoilé des propriétés élastiques légèrement plus importantes que celles que nous avons déterminées grâce aux simulations sur le motif unique. Cette différence s'explique par le fait que les dimensions du motif réel sont légèrement supérieures à la théorie et que les dimensions de nos éprouvettes n'étaient pas tout à fait adaptées aux moyens de mesure que nous avons utilisés.

Un modèle éléments finis de chaque type d'éprouvette a ensuite été réalisé en tenant compte des dimensions réelles du motif élémentaire. Les essais de traction ont été modélisés. Nous avons de nouveau retrouvé des propriétés élastiques plus importantes que celles définies lors des simulations sur le motif unique. Cependant ces modélisations ne tiennent pas compte des erreurs de mesure rencontrées lors des essais expérimentaux.

Afin de clore cette étude de dimensionnement nous avons, grâce aux essais de traction sur les éprouvettes poreuses et aux simulations correspondantes, cherché à définir un critère de dimensionnement pour les implants en titane poreux. Nous avons déterminé un critère de rupture simple. Nous avons en effet constaté que la rupture des éprouvettes de traction s'opère lorsque, numériquement, la section entière d'une branche du motif élémentaire atteint un niveau de déformation plastique critique.

Suite à cette phase de développement d'une structure poreuse, nous avons étudié la bioactivité des implants en titane. Une étude de la littérature a mis en évidence l'intérêt d'utiliser un Simulated Body Fluid (SBF) afin de tester la bioactivité des matériaux. Un dispositif spécifique a été développé dans le but d'immerger des échantillons en titane sur lesquels différents traitements de surface ont été réalisés. En nous basant sur l'étude de traitements existants, nous avons déterminé qu'un traitement à l'hydroxyde de sodium paraît idéal pour améliorer la bioactivité du titane. Peu d'études ont été menées afin d'optimiser ce traitement qui a été proposé au début des années 1990. C'est pourquoi nous avons proposé une méthode d'optimisation qui a mené à l'identification des valeurs idéales des paramètres de ce traitement. Celui-ci conduit *in vitro* à un dépôt de phosphate de calcium plus important en un temps réduit, ce qui devrait *in vivo* améliorer la bioactivité des implants. Par la suite, nous avons développé un traitement de surface original en couplant ce traitement à l'hydroxyde de sodium à une oxydation anodique. Les essais *in vitro* réalisés ont démontré que ce nouveau traitement s'avère beaucoup plus efficace que le traitement à l'hydroxyde de sodium seul.

Les travaux de cette thèse ont permis l'implantation de plusieurs substituts osseux dans le cadre de cranioplasties. Cette partie du corps humain n'étant pas chargée mécaniquement, des questions d'une autre nature peuvent être soulevées. Des témoignages de patients implantés avec d'autres substituts que ceux de la société OBL laissent supposer que la mise en place de ces substituts au niveau du crâne peut, lors de variations importantes de température, engendrer des gênes. Pour cela nous avons développé un modèle simplifié dans lequel la tête du patient est considérée comme étant une sphère parfaite composée de différentes couches représentant les différents tissus en présence. La modélisation des processus de thermorégulation nous a permis de conclure sur le fait que la pose d'un implant en titane poreux n'introduit pas d'inconfort pour des temps d'exposition à des températures raisonnables. Nous avons ensuite réalisé un modèle spécifique à un patient. Les mêmes conditions thermiques que celles appliquées au modèle simplifié ont été utilisées. Les analyses de ce modèle fidèle à la géométrie de la tête du patient montrent des résultats équivalents au modèle simplifié. Nous avons donc conclu que la réalisation d'un calcul sur un modèle simple peut suffire à prédire le comportement thermique, au niveau du crâne, d'un sujet pour lequel un substitut osseux doit être réalisé.

Lors de ce travail, un effort important de détermination des propriétés mécaniques statiques des substituts osseux en titane poreux a été effectué. Cependant, une étude de la fatigue de ce type de structure doit être réalisée afin de connaître le comportement du titane poreux soumis à un chargement cyclique, tel qu'on peut le trouver dans le corps humain. Cette étude de fatigue a été débutée lors de la thèse mais d'autres essais doivent être réalisés afin de clore définitivement cette interrogation.

Les essais de bioactivité réalisés *in vitro* donnent une information importante sur l'efficacité des traitements de surface réalisés. Cependant, il sera nécessaire d'effectuer des essais de biocompatibilité avant de pouvoir implanter des substituts traités chimiquement. Les résultats de cette étude étant très encourageants, des essais d'implantation sur animaux vont être réalisés afin de connaître les phénomènes biologiques entrant en jeu. Ceci nous permettra de valider entièrement les traitements de surface que nous avons développés. De plus nous disposerons d'informations importantes telles que la façon dont l'organisme comble les pores de substituts en titane poreux.

Bien que les substituts osseux pour cranioplasties ne subissent pas de chargement cyclique, il est possible que ceux-ci soient confrontés à des chargements violents tels que des chocs. Pour cela il serait très intéressant d'utiliser le modèle de la tête déjà développé afin de simuler un tel impact. Ceci nous permettrait de connaître le comportement de l'implant mais aussi du crâne dans ce cas de chargement particulier.

Bien que le travail effectué lors de cette thèse puisse être approfondi, de nombreux objectifs ont été atteints. Nous avons en effet développé un nouveau type de substituts osseux permettant d'améliorer la qualité de vie des patients. La reconstruction par ce procédé est immédiate et les fonctions perdues sont restaurées rapidement. Les propriétés mécaniques adaptées de ces substituts permettent de réduire le stress-shielding et donc d'augmenter leur durée de vie. Lorsque les traitements de surface pourront être utilisés, ils devraient garantir une excellente ostéointégration ce qui participera à la stabilité et à la pérennité des substituts.



# Références bibliographiques



- [1] Burstein FD. Bone substitutes. *Cleft Palate-craniofacial Journal*. 2000. 37(1) :1-4
- [2] Giannoudis PV, Dinopoulos H, Tsiridis E. Bone substitutes: an update. *Injury: International Journal of the Care of the Injured*. 2005. 36(3):S20-S27
- [3] Calori GM, Mazza E, Colombo M, Ripamonti C. The use of bone-graft substitutes in large bone defects: Any specific needs? *Injury: International Journal of the Care of the Injured*. 2011. 42(2): S56-S63
- [4] Peroglio M, Gremillard L, Chevalier J, Chazeau L, Gauthier C, Hamaide T. Toughening of bio-ceramics scaffolds by polymer coating. *Journal of the european Ceramic Society*. 2007. 27(7): 2679-2685
- [5] Zimmermann G, Moghaddam A. Allograft bone matrix versus synthetic bone graft substitutes. *Injury: International Journal of the Care of the Injured*. 2011. 42(2): S16-S21
- [6] Hannink G, Arts JJC. Bioresorbability, porosity and mechanical strength of bone substitutes: What is optimal for bone regeneration? *Injury: International Journal of the Care of the Injured*. 2011. 42(2):22-25
- [7] Lichte P, Pape HC, Pufe T, Kobbe P, Fischer H. Scaffolds for bone healing: Concepts, materials and evidence. *Injury: International Journal of the Care of the Injured*. 2011. 42(6): 569-573
- [8] Puppi D, Chiellini F, Piras AM, Chiellini E. Polymeric materials for bone and cartilage repair. *Progress in Polymer Science*. 2010. 35(4): 403-440
- [9] Goh RCW, Chang CN, Lin CL, Lo LJ. Customised fabricated implants after previous failed cranioplasty. *Journal of Plastic, Reconstructive & Aesthetic Surgery*. 2010. 63(9): 1479-1484
- [10] Stoodley MA, Abbott JR, Simpson DA. Titanium cranioplasty using 3-D computer modelling of skull defects. *Journal of Clinical Neuroscience*. 1996. 3(2): 149-155
- [11] Spector M. Historical review of porous-coated implants. *The Journal of Arthroplasty*. 1987. 2(2): 163-177
- [12] Nagels J, Stokdijk M, Rozing PM. Stress shielding and bone resorption in shoulder arthroplasty. *Journal of Shoulder and Elbow Surgery*. 2003. 12(1): 35-39
- [13] Kienapfel H, Sprey C, Wilke A, Griss P. Implant fixation by bone ingrowth. *The Journal of Arthroplasty*. 1999. 14(3): 355-368
- [14] Chang YS, Gu HO, Kobayashi M, Oka M. Influence of various structure treatments on histological fixation of titanium implants. *The Journal of Arthroplasty*. 1998. 13(7): 816-825
- [15] Lopez-Heredia MA, Sohier J, Gaillard C, Quillard S, Dorget M, Layrolle P. Rapid prototyped porous titanium coated with calcium phosphate as a scaffold for bone tissue engineering. *Biomaterials*. 2008. 29(17): 2608-2615
- [16] Dubois G. Etude biomécanique de la distraction ostéogénique et de sa mise en oeuvre en chirurgie maxillo-faciale. 2008. Thèse, Université Paul Verlaine de Metz

- [17] Platzer W. Atlas de poche d'anatomie. Editions Flammarion
- [18] Craven J. The skull. *Anaesthesia and intensive care medicine*. 2005. 6(5): 156-158
- [19] Chen JH, Liu C, You L, Simmons CA. Boning up on Wolff's Law: mechanical regulation of the cells that make and maintain bone. *Journal of Biomechanics*. 2010. 43(1): 108-118
- [20] Doblaré M, Garcia JM, Gómez MJ. Modelling bone tissue fracture and healing: a review. *Engineering Fracture Mechanics*. 2004. 71(13-14): 1809-1840
- [21] Ralston SH. Structure and metabolism of bone. *Medicine*. 2005. 33(12): 58-60
- [22] Martin RB, Burr DB, Sharkey NA. *Skeletal tissue mechanics*. 1998. Editions Springer
- [23] Castaño MC, Zapata U, Pedroza A, Jaramillo JD, Roldan S. Creation of a three-dimensional model of the mandible and the TMJ in vivo by means of the finite element method. *International Journal of Computerized Dentistry*. 2002. 5(2-3): 87-99
- [24] Ashmann RB, Cowin SC, Van Buskirk WC, Rice JC. A continuous wave technique for the measurement of the elastic properties of cortical bone. *Journal of biomechanics*. 1984. 17(5): 349-361
- [25] Cowin SC. *Bone mechanics*. 1989. Editions CRC Press
- [26] Cehreli M, Sahin A, Akça K. Role of mechanical environment and implant design on bone tissue differentiation: current knowledge and future contexts. *Journal of Dentistry*. 2004. 32(2): 123-132
- [27] Puleo DA, Nanci A. Understanding and controlling the bone-implant interface. *Biomaterials*. 1999. 20(23-24): 2311-2321
- [28] Norme ASTM F 67. Standard Specification for Unalloyed Titanium, for Surgical Implant Applications
- [29] Norme ISO 5832-2. Implants chirurgicaux - Produits à base de métaux - Partie 2: Titane non allié
- [30] Oh IH, Nomura N, Masahashi N, Hanada S. Mechanical properties of porous titanium compacts prepared by powder sintering. *Scripta Materialia*. 2003. 49(12): 1197-1202
- [31] Wenjuan N, Chenguang B, GuiBao Q, Qiang W. Processing and properties of porous titanium using space holder technique. *Materials Science and Engineering A*. 2009. 506(1-2): 148-151
- [32] Hollander DA, Von Walter M, Wirtz T, Sellei R, Schmidt-Rohlfing B, Paar O, Erli HJ. Structural, mechanical and in vitro characterization of individually structured Ti-6Al-4V produced by direct laser forming. *Biomaterials*. 2006. 27(7): 955-963
- [33] Heintl P, Rottmair A, Körner C, Singer RF. Cellular titanium by Selective Electron Beam Melting. *Advanced engineering materials*. 2007. 9(5): 360-364
- [34] Krishna BV, Bose S, Bandyopadhyay A. Low stiffness porous Ti structures for load-bearing implants. *Acta Biomaterialia*. 2007. 3(6): 997-1006

- [35] Li JP, de Wijn JR, Van Blitterswijk CA, de Groot K. Porous Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V scaffold directly fabricating by rapid prototyping: Preparation and in vitro experiment. *Biomaterials*. 2006. 27(8): 1223-1235
- [36] Li JP, Li SH, Van Blitterswijk CA, de Groot K. A novel porous Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V: Characterization and cell attachment. *Journal of Biomedical Materials Research Part A*. 2005. 73(A): 223-233
- [37] Park MS, Choi BW, Kim SJ, Park JH. Plasma spray-coated Ti femoral component for cementless total hip arthroplasty. *The Journal of Arthroplasty*. 2003. 18(5): 626-630
- [38] Takemoto M, Fujibayashi S, Neo M, Suzuki J, Kokubo T, Nakamura T. Mechanical properties and osteoconductivity of porous bioactive titanium. *Biomaterials*. 2005. 26(30) : 6014-6023
- [39] Norme AFNOR. NF EN 15305. Essais non destructifs - Méthode d'essai pour l'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X
- [40] Norme ISO 6892-1. Matériaux métalliques - Essai de traction - Partie 1: Méthode d'essai à température ambiante
- [41] Vandenbroucke B, Kruth J-P. Selective Laser melting of biocompatible metals for rapid manufacturing of medical parts. *Rapid prototyping journal*. 2007. 13: 196-203
- [42] Xue W, Krishna BV, Bandyopadhyay A, Bose S. Processing and biocompatibility evaluation of laser processed porous titanium. *Acta Biomaterialia*. 2007. 3(6): 1007-1018
- [43] Heintl P, Müller L, Körner C, Singer RF, Müller FA. Cellular Ti-6Al-4V structures with interconnected macro porosity for bone implants fabricated by selective electron beam melting. *Acta Biomaterialia*. 2008. 4(5): 1536-1544
- [44] Chen YJ, Feng B, Zhu YP, Weng J, Wang JX, Lu X. Fabrication of porous titanium implants with biomechanical compatibility. *Materials Letters*. 2009. 63(30): 2659-2661
- [45] Otsuki B, Takemoto M, Fujibayashi S, Neo M, Kokubo T, Nakamura T. Pore throat size and connectivity determine bone and tissue ingrowth into porous implants: Three-dimensional micro-CT based structural analyses of porous bioactive titanium implants. *Biomaterials*. 2006. 27(35): 5892-5900
- [46] Kokubo T. Formation of biologically active bone-like apatite on metals and polymers by a biomimetic process. 1996. 280-281: 479-490
- [47] Kokubo T, Takadama H. How useful is SBF in predicting in vivo bone bioactivity? *Biomaterials*. 2006. 27(15): 2907-2915
- [48] Bigi A, Boanini E, Bracci B, Facchini A, Panzavolta S, Segatti F, Sturba L. Nanocrystalline hydroxyapatite coatings on titanium: a new fast biomimetic method. *Biomaterials*. 2006. 26(19): 4085-4089
- [49] Habibovic P, Li J, Van der Valk CM, Meijer G, Layrolle P, Van Blitterswijk CA, de Groot K. Biological performance of uncoated and octacalcium phosphate-coated Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V. *Biomaterials*. 2005. 26(1): 23-36

- [50] Barrere F, Snel MME, Van Blitterswijk CA, de Groot K, Layrolle P. Nano-scale study of the nucleation and growth of calcium phosphate coating on titanium implants. *Biomaterials*. 2004. 25(14): 2901-2910
- [51] Driessens FCM, Boltong MG, de Maeyer EAP, Wenz R, Nies B, Planell JA. The Ca/P range of nanoapatite calcium phosphate cements. *Biomaterials*. 2002. 23(19): 4011-4017
- [52] Hwang YS, Cho J, Tay F, Heng JYY, Ho R, Kazarian SG, Williams DR, Boccaccini AR, Polak JM, Mantalaris A. The use of murine embryonic stem cells, alginate encapsulation, and rotary microgravity bioreactor in bone tissue engineering. *Biomaterials*. 2009. 30(4): 499-507
- [53] Spoerke ED, Murray NG, Li H, Brinson LC, Dunand DC, Stupp SI. A bioactive titanium foam scaffold for bone repair. *Acta Biomaterialia*. 2005. 1(5): 523-533
- [54] de Meideiros WS, de Oliveira MV, Pereira LC, de Andrade MC. Bioactive porous titanium: an alternative to surgical implants. *Artificial Organs*. 2008. 32(4): 277-282
- [55] Vehof JWM, Spauwen PHM, Jansen JA. Bone formation in calcium-phosphate-coated titanium mesh. *Biomaterials*. 2000. 21(19): 2003-2009
- [56] Vanzillotta PS, Sader MS, Bastos IN, de Almeida soares G. Improvement of in vitro titanium bioactivity by three different surface treatments. *Dental Materials*. 2006. 22(3): 275-282
- [57] Jonasova L, Müller FA, Helebrant A, Strnad J, Greil P. Biomimetic apatite formation on chemically treated titanium. *Biomaterials*. 2004. 25(7-8): 1187-1194
- [58] Liang F, Zhou L, Wang K. Apatite formation on porous titanium by alkali and heat-treatment. *Surface and Coatings Technology*. 2003. 165(2): 133-139
- [59] Hong TF, Guo ZX, Yang R. Fabrication of porous titanium scaffold materials by a fugitive filler method. *Journal of Material Science: Materials in Medicine*. 2008. 19(12): 3489-3495
- [60] Ivanov KP. The development of the concepts of homeothermy and thermoregulation. *Journal of Thermal Biology*. 2006. 31(1-2): 24-29
- [61] Pandolf K, Sawka M, Gonzalez K. Human performance physiology and medicine in terrestrial extremes. 1988. Editions Benchmark
- [62] Lv YG, Liu J. Effect of transient temperature on thermoreceptor response and thermal sensation. *Building and Environment*. 2007. 42(2): 656-664
- [63] Pennes HH. Analysis of tissue and arterial blood temperatures in the resting forearm. *Journal of Applied Physiology*. 1948. 1(2): 93-122
- [64] Nelson DA, Nunnely SA. Brain temperature and limits on transcranial cooling in humans: quantitative modeling results. *European Journal of Applied Physiology*. 1998. 78(4): 353-359
- [65] Wissler EH. Pennes' 1948 paper revisited. *Journal of Applied Physiology*. 1998. 85(1): 35-41

- [66] Sukstanskii AL, Yablonskiy DA. An analytical model of temperature regulation in human head. *Journal of Thermal Biology*. 2004. 29(7-8): 583-587
- [67] Zhu M, Ackerman JJH, Sukstanskii AL, Yablonskiy DA. How the body controls brain temperature: the temperature shielding effect of cerebral blood flow. *Journal of Applied Physiology*. 2006. 101(5): 1481-1488
- [68] Janssen FEM, Van Leeuwen GMJ, Van Steenhoven AA. Modelling of temperature and perfusion during scalp cooling. *Physics in Medicine and Biology*. 2005. 50(17): 4065-4073
- [69] Gaohua L, Kimura H. A mathematical model of intracranial pressure dynamics for brain hypothermia treatment. *Journal of Theoretical Biology*. 2006. 238(4): 882-900
- [70] Karmani S. The thermal properties of bone and the effects of surgical intervention. *Curent Orthopaedics*. 2006. 20(1) : 52-58
- [71] Jaramillo Isaza S. Simulation du comportement au choc thermique d'un implant en titane poreux. Travaux de stage de master MMMSp à l'Université Paul Verlaine de Metz. 2011
- [72] Lethaus B, Poort ter Laak M, Laeven P, Beerens M, Koper D, Poukens J, Kessler P. A treatment algorithm for patients with large skull bone defects and first results. *Journal of Cranio-Maxillo-Facial Surgery*. 2011. 39(6): 435-440
- [73] Kim MM, Boahene KDO, Byrne PJ. Use of Customized Polyetheretherketone (PEEK) Implants in the Reconstruction of Complex Maxillofacial Defects. *Archives of Facial Plastic Surgery*. 2009. 11(1): 53-57
- [74] Sombatsompop N, Wood AK. Measurement of thermal conductivity of polymers using an improved Lee's disc apparatus. *Polymer Testing*. 1997. 16(3): 203-223
- [75] Sarkar J, McDonald P, Gilman P. Surface characteristics of titanium targets and their relevance to sputtering performance. *Thin Solid Films*. 2009. 517(6): 1970-1976
- [76] Black J, Hastings G. *Handbook of Biomaterial Properties*. 1998. Editions Springer
- [77] Wang J, Carson JK, North MF, Cleland DJ. A new structural model of effective thermal conductivity for heterogeneous materials with co-continuous phases. *International Journal of Heat and Mass Transfer*. 2008. 51(9-10): 2389-2397
- [78] Das H. *Food processing operations analysis*. 2005. Editions Asian Books Private Limited

## **Résumé :**

Cette thèse présente le développement d'implants en titane poreux sur mesure pour la chirurgie maxillo-faciale. Après avoir caractérisé mécaniquement le titane grade 2 obtenu par un procédé de fabrication additive, le Selective Laser Melting, nous avons réalisé des simulations éléments finis afin de développer un motif élémentaire aux propriétés mécaniques proches de celles de l'os. L'affaiblissement des propriétés initiales du titane permet d'éviter les phénomènes de résorption osseuse menant au descellement de prothèses par exemple. La structure développée garantit une ostéointégration optimale en permettant au tissu osseux de croître à l'intérieur des porosités.

Pour accélérer l'intégration des implants dans l'os, nous avons développé un traitement de surface composé d'une immersion dans de l'hydroxyde de sodium et d'une anodisation. Ceci permet de créer une nouvelle couche d'oxyde, en surface du titane, avec laquelle l'os va pouvoir créer rapidement des liens chimiques forts.

Enfin, un modèle numérique propre à un patient a été réalisé pour étudier l'influence d'implants crâniens en différents matériaux sur la distribution des températures au niveau de la tête. Il s'est avéré qu'un implant en titane poreux présente un comportement thermique proche de celui du tissu osseux, ce qui garantit la protection thermique du cerveau. Un modèle simplifié assimilant la tête à une sphère a été confronté au modèle précédent. Les résultats de ces deux modèles coïncident, il est donc suffisant de réaliser un modèle simple pour prédire la distribution de la température dans la tête.

Ces travaux ont conduit à plusieurs implantations de substituts osseux en titane poreux.

## **Abstract :**

This thesis deals with the development of patient specific porous titanium implants for maxillo-facial surgery. Once the mechanical properties of Selective Laser Melted commercially pure grade 2 titanium were characterized, finite elements simulations were carried out to create an elementary pattern with mechanical properties close to those of human bone.

Weakening the initial properties of titanium enables to avoid the bone resorption phenomenon that frequently leads to prosthesis loosening. The ability of bone to grow into the porosities of the designed structure ensures optimal osseointegration of the implants.

A new surface treatment composed of an immersion in sodium hydroxyde followed by an anodic oxydation was developed to improve the substitute integration to bone. This treatment enables to create a new oxyde layer on titanium with which bone will quickly create strong chemical links.

We designed a patient specific numerical model in order to check the impact of cranial substitutes made of various materials on the modification of temperature fields in the head. Porous titanium implant and bone showed very similar thermal responses. Therefore, a porous titanium implant provides excellent thermal protection of brain. This model was set against a simplified one where the head was considered as a sphere. Since the results of these models were very similar, we concluded that the simplified modelling is appropriate to quickly predict temperature fields in the head with implant.

So far, several porous bone substitutes based on the elementary pattern developed in this thesis were successfully implanted in humans.