



**HAL**  
open science

## Analyse multi-échelle de la durabilité des biocéramiques pour prothèses de hanche. Études in vitro et ex vivo.

Juliana Uribe Perez

### ► To cite this version:

Juliana Uribe Perez. Analyse multi-échelle de la durabilité des biocéramiques pour prothèses de hanche. Études in vitro et ex vivo.. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2012. Français. NNT : 2012EMSE0642 . tel-00734899

**HAL Id: tel-00734899**

**<https://theses.hal.science/tel-00734899>**

Submitted on 24 Sep 2012

**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.

NNT : 2012 EMSE 0642

## THÈSE

présentée par

Juliana URIBE

pour obtenir le grade de  
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Science et Génie des Matériaux

### **Analyse multi-échelle de la durabilité des biocéramiques pour prothèses de hanche. Études *in vitro* et *ex vivo***

soutenue à Saint-Étienne, le 19 janvier 2012

#### Membres du jury

Président :	Philippe KAPSA	Directeur de recherche, LTDS - Ecole Centrale de Lyon, Ecully
Rapporteurs :	Caroline RICHARD Patrick CHABRAND	Professeure, EPU - Polytech'Tours, Tours Professeur, Université de la Méditerranée, Marseille
Examineur(s) :	Laurent GREMILLARD Jean-Luc AURELLE	HDR, INSA Lyon – MATEIS, Villeurbanne Directeur de société, SERF Dedienné santé, Décines
Directeur de thèse :	Bernard FOREST	Professeur, ENSM-SE, Saint-Étienne
Co-encadrant de thèse :	Jean GERINGER	Maître-assistant, ENSM-SE, Saint-Étienne

**Spécialités doctorales :**

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCEDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES  
 INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL  
 GENIE INDUSTRIEL  
 MICROELECTRONIQUE

**Responsables :**

J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS  
 A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS  
 G. THOMAS Professeur – Centre SPIN  
 B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN  
 J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE  
 E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I  
 O. BOISSIER Professeur – Centre G2I  
 JC. PINOLI Professeur – Centre CIS  
 P. BURLAT Professeur – Centre G2I  
 Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

**Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)**

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	G2I
BORBELY	Andras	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSÉ	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFORÉST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique & Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

**Glossaire :**

PR 0	Professeur classe exceptionnelle
PR 1	Professeur 1 <sup>ère</sup> classe
PR 2	Professeur 2 <sup>ème</sup> classe
MA(MDC)	Maître assistant
DR	Directeur de recherche
Ing.	Ingénieur
MR(DR2)	Maître de recherche
CR	Chargé de recherche
EC	Enseignant-chercheur
IGM	Ingénieur général des mines

**Centres :**

SMS	Sciences des Matériaux et des Structures
SPIN	Sciences des Processus Industriels et Naturels
SITE	Sciences Information et Technologies pour l'Environnement
G2I	Génie Industriel et Informatique
CMP	Centre de Microélectronique de Provence
CIS	Centre Ingénierie et Santé

---





# TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION	1
<b>I Étude bibliographique</b>	<b>3</b>
1 L'articulation de la hanche	3
1.1 Anatomie	3
1.2 Mouvements	5
1.3 Biomécanique	7
1.4 Dégradation de l'articulation de la hanche	8
2 Prothèses Totales de Hanche (PTH)	9
2.1 Historique et problèmes d'usure	9
2.2 Modes de dégradation des PTH	13
2.2.1 Facteurs biologiques : débris d'usure	13
2.2.2 Comportement en fatigue	14
2.2.3 D'autres facteurs	14
2.3 Biomécanique des PTH	15
3 Biocéramiques utilisées pour les PTH	19
3.1 Alumine	20
3.2 Zircone	20
3.2.1 Transformation de phase $t \rightarrow m$	22
3.3 Composites alumine - zircone (ZTA)	23
4 Caractéristiques mécaniques et physico-chimiques	26
4.1 Test de résistance à l'usure	26
4.2 Comportement en chocs	28
4.3 Phénomène de vieillissement	28
5 Phénomène de décoaptation	30
5.1 Évidence <i>in vivo</i>	31
5.2 Volume d'usure	31
5.3 Débris d'usure	33
5.4 "Squeaking "	34

<b>II</b>	<b>Méthodes expérimentales</b>	<b>37</b>
1	Machine de chocs et essais . . . . .	37
1.1	Machine de chocs . . . . .	37
1.1.1	Description . . . . .	37
1.1.2	Qualification . . . . .	39
1.1.3	Caractérisation du mouvement de la cupule après le choc . . . . .	42
1.2	Protocole d'essai . . . . .	47
1.2.1	Alumine-alumine . . . . .	47
1.2.2	Composites . . . . .	48
2	Techniques de caractérisation des matériaux . . . . .	49
2.1	Profilométrie optique . . . . .	49
2.2	Microscopie à force atomique (AFM) . . . . .	51
2.3	Comparaison profilométrie et AFM . . . . .	53
2.4	Microscopie Électronique à Balayage (MEB) . . . . .	53
2.5	Spectrométrie Raman . . . . .	57
2.6	Diffraction des rayons X (DRX) . . . . .	60
3	Analyse d'explants . . . . .	62
<b>III</b>	<b>Durabilité des céramiques</b>	<b>65</b>
1	Alumine-alumine . . . . .	65
1.1	Durée de vie . . . . .	65
1.2	Caractéristiques de l'usure . . . . .	66
1.2.1	Bandes d'usure sur les têtes . . . . .	66
1.2.2	Rugosité . . . . .	68
1.2.3	Volume d'usure . . . . .	71
1.2.4	Fractures de têtes et de cupules observées au MEB . . . . .	76
1.2.5	Analyse des débris . . . . .	77
1.3	Discussion . . . . .	79
2	Composites . . . . .	81
2.1	Durée de vie . . . . .	82
2.2	Caractéristiques de l'usure . . . . .	82
2.2.1	Bande d'usure . . . . .	82
2.2.2	Rugosité . . . . .	83
2.2.3	Volume d'usure . . . . .	86
2.3	Changement de phase $t \rightarrow m$ . . . . .	91
2.4	Discussion . . . . .	93
3	Comparaison alumine et composites . . . . .	96
3.1	Bandes d'usure . . . . .	97
3.2	Type de dégradation : analyse en MEB . . . . .	97
3.3	Rugosité . . . . .	98
3.4	Volume d'usure . . . . .	99
4	Analyse d'explants . . . . .	99
4.1	Rugosité . . . . .	103

---

4.2	Transformation de phase . . . . .	105
4.3	Influence de la durée d'implantation . . . . .	106
4.4	Relation entre la rugosité et le taux de phase m . . . . .	108
4.5	Comparaison avec la littérature et conclusions . . . . .	111
<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</b>		<b>115</b>
<b>ANNEXES</b>		<b>121</b>
	Facteur d'intensité de contrainte . . . . .	121
	Projet OPT-HIP . . . . .	123
	Publications . . . . .	125
	Glossaire . . . . .	127
<b>Bibliographie</b>		<b>129</b>



## TABLE DES FIGURES

1.1	Ligaments de l'articulation de la hanche saine . . . . .	4
1.2	Plans anatomiques et degrés de liberté de l'articulation de la hanche . . . . .	5
1.3	Muscles de l'articulation de la hanche ou de la région coxo-iliaque . . . . .	6
1.4	Balance de Pauwels . . . . .	7
1.5	Intervalle de forces atteintes lors de la phase d'appui du cycle de marche . . . . .	8
1.6	Articulation de la hanche saine et avec PTH . . . . .	9
1.7	Historique des matériaux utilisés pour les PTH . . . . .	11
1.8	Types de matériaux utilisés actuellement pour les PTH . . . . .	11
1.9	Taux d'usure des couples de matériaux utilisés pour les PTH . . . . .	12
1.10	Système utilisé par Bergmann <i>et al.</i> pour le calcul de forces au niveau de la hanche . . . . .	15
1.11	Modèle complet et simplifié des muscles de l'articulation de la hanche . . . . .	17
1.12	Comparaison des forces de contact pour un modèle complet et un modèle simplifié pendant la marche et la montée d'escaliers . . . . .	17
1.13	Prothèse instrumentée pour mesurer forces et moments dans une PTH . . . . .	18
1.14	Diagramme de phase de la zircone yttrée . . . . .	21
1.15	Phases t et m de la zircone . . . . .	21
1.16	Diagramme contrainte vs déformation montrant la transformation de phase après l'application d'une contrainte . . . . .	22
1.17	Schéma de renforcement par transformation de phase lors d'une fissure . . . . .	22
1.18	Microstructures de composites alumine-zircone . . . . .	24
1.19	Vitesse de croissance de défauts en fonction du facteur d'intensité de contrainte . . . . .	26
1.20	Exemple de dispositif d'essai pour le tests en chocs des céramiques . . . . .	28
1.21	Effet du temps d'implantation sur la rugosité et le pourcentage de phase m . . . . .	29
1.22	Schéma de décoaptation . . . . .	30
1.23	Détermination de la distance entre les centres de la tête et de la cupule . . . . .	31
1.24	Étude réalisée par Dennis <i>et al.</i> (2000) pour un couple métal/métal en utilisant la fluoroscopie . . . . .	31
1.25	Simulateur de marche avec décoaptation . . . . .	32

1.26	Dispositif de tests de prothèses de hanche avec décoaptation . . . . .	34
2.1	Vue latérale de la machine de chocs . . . . .	38
2.2	Dispositif pour les essais en solution . . . . .	38
2.3	Différentes parties de la machine de chocs . . . . .	39
2.4	Matériel de test . . . . .	39
2.5	Pic de force . . . . .	40
2.6	Décoaptation et pilotage en déplacement . . . . .	40
2.7	Force dans l'ensemble tête-cupule pour différentes valeurs de décoaptation . . .	41
2.8	Cycle d'hystérésis . . . . .	42
2.9	Capteurs de déplacement pour mesurer la réponse élastique de la cupule après le choc . . . . .	43
2.10	Étalonnage des capteurs de déplacement . . . . .	43
2.11	Cycle de force et réponse de la cupule après le choc. . . . .	45
2.12	Réponse visco-élastique de la cupule après le choc . . . . .	45
2.13	Protocole utilisé pour déterminer les paramètres élastique et visqueux de la réponse de la cupule . . . . .	47
2.14	Représentation de la machine de chocs avec un système ressort-amortisseur, modèle de Voigt . . . . .	47
2.15	Profilomètre utilisé . . . . .	50
2.16	Franges d'interférence sur une tête de prothèse en alumine . . . . .	50
2.17	Principe de fonctionnement du profilomètre optique . . . . .	51
2.18	Image par profilométrie optique d'une tête en alumine dans la zone usée . . . .	52
2.19	Principe de fonctionnement de la microscopie à force atomique . . . . .	52
2.20	Algorithme de traitement de données de l'AFM avec Matlab® . . . . .	54
2.21	Image AFM d'une alumine dans la zone usée et non usée . . . . .	55
2.22	Valeur de rugosité en fonction de la surface analysée . . . . .	55
2.23	Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage . . . . .	56
2.24	Image MEB de la fracture d'une alumine . . . . .	57
2.25	Spectre Raman . . . . .	58
2.26	Informations accessibles par spectrométrie Raman . . . . .	59
2.27	Spectre Raman pour les phases m, t et c d'une zircone yttrée . . . . .	60
2.28	Schéma de principe de la diffractométrie des rayons X . . . . .	61
2.29	Spectre obtenu par diffraction des rayons X pour AZ10 . . . . .	61
2.30	Zones analysées en profilométrie et spectrométrie Raman . . . . .	63
3.1	Bande d'usure sur une tête alumine . . . . .	67
3.2	Largeur moyenne des bandes d'usure sur les têtes pour les couples alumine/alumine . . . . .	68
3.3	Images AFM d'une tête alumine 32 mm testée à sec . . . . .	69
3.4	Comparaison des zones usée et non usée sur une même tête alumine de diamètre 32 mm analysée en AFM . . . . .	70
3.5	Comparaison des profils 3D d'une zone usée et non usée d'une tête alumine . .	70
3.6	Débris métalliques à l'intérieur d'une tête en alumine testée en solution . . . .	72

3.7	Support conçu spécialement pour l'analyse de rugosité et du volume d'usure sur les têtes . . . . .	72
3.8	Protocole de mesure du volume d'usure par profilométrie . . . . .	73
3.9	Comparaison du volume d'usure par profilométrie optique et par perte de masse . . . . .	74
3.10	Hypothèse faite pour le calcul du volume d'usure . . . . .	75
3.11	Comparaison des deux méthodes utilisées pour le calcul du volume d'usure . . . . .	76
3.12	Volume d'usure par profilométrie optique pour les têtes en alumine de diamètre 32 et 28 mm. . . . .	77
3.13	Fracture au bord inférieur des cupules en alumine de diamètre 32 mm testées à sec . . . . .	77
3.14	Débris d'une cupule cassée observée au MEB . . . . .	78
3.15	Fracture d'une tête en alumine 28 mm testée en solution . . . . .	78
3.16	Image MEB des débris d'alumine . . . . .	78
3.17	Observations MEB de la membrane utilisée pour la récupération des débris d'alumine . . . . .	79
3.18	Bande d'usure sur une tête alumine testée en chocs et sur une tête explantée . . . . .	80
3.19	Largeur moyenne de la bande d'usure sur les têtes composites . . . . .	83
3.20	Largeur moyenne de la bande d'usure sur les têtes composites en fin d'essai. Les premiers essais non vieilli et vieilli 3 heures n'ont pas été pris en compte. . . . .	84
3.21	Comparaison des filtres cylindrique et sphérique pour le traitement des images de profilométrie . . . . .	84
3.22	Images de la zone usée observée par profilométrie, filtre cylindrique . . . . .	85
3.23	Rugosité des têtes composites dans la bande d'usure et dans des zones non usées . . . . .	86
3.24	Méthode pour calculer le volume d'usure des têtes composites ZTA . . . . .	87
3.25	Comparaison de deux surfaces possibles pour le calcul du volume d'usure des têtes ZTA . . . . .	88
3.26	Volume d'usure par profilométrie et par gravimétrie des composites ZTA à la fin des essais . . . . .	89
3.27	Perte de masse des têtes ZTA . . . . .	90
3.28	Comparaison du volume d'usure moyen des têtes composites calculé par perte de masse et par profilométrie optique . . . . .	91
3.29	Spectres Raman pour les 3 cas : non vieilli, vieilli 3 heures et vieilli 20 heures . . . . .	92
3.30	Taux de phase m, %Vm, pour les têtes ZTA . . . . .	93
3.31	Comparaison graphique : alumine vs. composites . . . . .	96
3.32	Comparaison des bandes d'usure sur une tête alumine et une tête ZTA . . . . .	97
3.33	Images MEB d'une tête en alumine et d'une tête en composite ZTA vieilli 20 heures . . . . .	98
3.34	Photos de quelques explants avec des traces métalliques indiquées en rouge . . . . .	100
3.35	Positions angulaires analysées sur les explants . . . . .	103
3.36	Comparaison de deux têtes observées en profilométrie optique présentant des pics ou 'spots' en surface . . . . .	103
3.37	Valeurs de rugosité des têtes en zircone explantées . . . . .	104
3.38	Taux de phase m sur les têtes explantées . . . . .	106



3.39	Relation entre la transformation de phase et la cause de reprise de l'implant . .	107
3.40	Rugosité moyenne, Sa, et pourcentage de phase m moyen en fonction de la durée d'implantation en mois . . . . .	107
3.41	Durée d'implantation en mois et relation avec la transformation de phase . . .	108
3.42	Relation entre la rugosité, Sa, et le pourcentage de phase monoclinique a) au pôle, b) à 45° et c) à 90°. . . . .	109
3.43	Rugosité, Sa, et taux de phase m, %Vm, sur les têtes explantées . . . . .	110
3.44	Modes de chargement et facteur d'intensité de contrainte . . . . .	122
3.45	Vitesse de propagation de fissure vs. facteur d'intensité de contrainte . . . . .	122

## LISTE DES TABLEAUX

1.1	Pics de force au niveau de l'articulation de la hanche pendant différentes activités	8
1.2	Caractéristiques des différents couples utilisés pour les PTH	12
1.3	Forces dans les PTH et nombre de cycles pour différentes activités	18
1.4	Propriétés de micro et nano-composites d'alumine-zircone	23
1.5	Quelques cas de transformation de phase de la zircone reportés dans la littérature	25
1.6	Propriétés de certaines céramiques	26
1.7	Effet des différentes étapes de la fabrication des prothèses sur le vieillissement	30
1.8	Valeurs de décoaptation mesurées <i>in vivo</i> et reportées dans la littérature	32
1.9	Volumes d'usure et taille des débris pour différents couples testés avec décoaptation	34
1.10	Quelques cas de squeaking reportés dans la littérature	35
2.1	Types de signaux étudiés pour chaque configuration de décoaptation et de distance imposée	41
2.2	Comparaison du signal enregistré avec la carte d'acquisition et le signal affiché par l'oscilloscope de la machine	42
2.3	Signaux utilisés pour caractériser le mouvement de la cupule après le choc	44
2.4	Matériaux testés en chocs et conditions des tests	48
2.5	Composition du sérum bovin utilisé pour les essais et comparaison avec le liquide synovial	49
2.6	Comparaison résultats AFM et traitement Matlab <sup>®</sup>	55
2.7	Récapitulatif des techniques qui seront utilisées pour caractériser les têtes et cupules céramiques testées en chocs	62
3.1	Résultats de durée de vie des couples testés	66
3.2	Rugosité des têtes en alumine calculée par profilométrie	71
3.3	Comparaison des valeurs de rugosité par AFM et profilométrie optique pour les têtes en alumine	71
3.4	Volumes d'usure reportés dans la littérature pour l'alumine	80
3.5	Résultats de durée de vie des couples testés	82
3.6	Rugosité dans la zone usée et non usée des têtes ZTA après les essais en chocs	86

3.7	Comparaison avec la littérature des volumes d'usure des têtes ZTA testées en chocs avec la littérature . . . . .	95
3.8	Liste des têtes explantées en zircone . . . . .	102
3.9	Relation entre le taux de phase m et la rugosité . . . . .	111
3.10	Valeurs de transformation de phase sur des explants . . . . .	113
3.11	Synthèse des résultats de ces travaux . . . . .	119
3.12	Partenaires du projet OPT-HIP . . . . .	123

## REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à exprimer ma reconnaissance à mon directeur de thèse Bernard Forest et à mon co-encadrant Jean Geringer, leur expérience et leurs compétences ont permis un très bon encadrement de ce travail. Merci notamment à Bernard pour les corrections de français tout le long de la thèse et à Jean pour sa disponibilité lors de problèmes de manips, Matlab, profilo et autres. Merci à Caroline Richard et à Patrick Chabrand d'avoir accepté de rapporter ce travail de thèse. Mes remerciements vont également à Phillipe Kapsa, directeur de recherche au LTDS à Lyon pour avoir présidé mon jury de thèse.

Un énorme merci à Nico Curt pour le temps consacré au labo avec les montages, le ciment, les plans pour l'atelier et toutes les difficultés techniques que j'ai pu rencontrer. Merci au service de métallographie où j'ai pu faire le découpage des têtes céramiques. Merci à Paul Jouffrey pour sa disponibilité, grâce à qui j'ai pu faire de très belles images MEB. Merci à Laurent Gremillard et à Jérôme Chevalier de MATEIS pour la collaboration concernant les composites et les conseils lors des réunions du projet. Merci à Bruno Reynard et Gilles Montagnac de nous avoir aidés avec les manips de spectrométrie Raman qui ont constitué une partie très importante de ce travail. Je remercie vivement le professeur Frédéric Farizon et Bertrand Boyer du service d'orthopédie du CHU de Saint-Etienne pour nous avoir fourni les explants céramiques.

Merci à mes co-bureaux pour les bons moments passés. Merci aussi à tous ceux que j'ai pu croiser à la pause café en J2-07 pour avoir fait de la pause un moment de convivialité même si je ne prenais pas de café. Merci à Jérôme qui m'a fait découvrir Saint-Etienne différemment et grâce à qui j'ai vécu de très bons moments à l'athlé. Un grand merci à ma famille pour son soutien dès le début et pour être toujours présente. Merci à Arturito qui a su m'accompagner et m'encourager tout au long de cette thèse.



## INTRODUCTION

Cette étude est dédiée à la compréhension des mécanismes de dégradation des prothèses totales de hanche (PTH). Les PTH ont pour but de remplacer l'articulation coxo-fémorale détruite suite à une lésion au niveau de la hanche, telle que la coxarthrose, ou à un accident comme la rupture du col du fémur, etc. Année après année, le nombre de poses de PTH s'accroît sous le double effet du vieillissement de la population et de l'implantation de PTH chez des patients de plus en plus jeunes ; pour limiter les ré-interventions chirurgicales, il est donc important d'augmenter la durée de vie des PTH.

La science des biomatériaux développe régulièrement de nouveaux matériaux plus résistants, plus durs, plus stables chimiquement et d'une meilleure biocompatibilité. Les biomatériaux utilisés actuellement comprennent les métaux, les polymères et les céramiques, comme l'alumine et la zircone. L'alumine, implantée depuis plus de 40 ans (Boutin, 1972), est très dure et très stable chimiquement mais elle présente une résistance à la rupture modeste, bien inférieure à celle des métaux. Elle est donc sensible aux défauts et présente une faible résistance aux concentrations de contraintes telles que les chocs. De nombreuses fractures de têtes alumine ont été rapportées au cours de ces 20 dernières années. Ces ruptures constituent un problème majeur qui a limité l'utilisation des têtes alumine. La zircone à la différence de l'alumine est plus résistante à la fracture mais son principal problème est l'instabilité chimique (Chevalier *et al.*, 1999). Cette biocéramique présente une modification à basse température et en milieu aqueux qui consiste en un changement de phase, de tétragonale (t) métastable à monoclinique (m) avec augmentation de volume (Chevalier, 2006). Bénéfique en volume puisqu'elle permet de ralentir la propagation des fissures, cette augmentation de volume se traduit en surface par une augmentation de la rugosité. Afin de pallier ce problème, les composites alumine-zircone ont été introduits avec succès en orthopédie. Ces matériaux composites réunissent les avantages de l'alumine et de la zircone : stabilité chimique puisque l'alumine ne présente pas de transformation de phase et très bonne résistance à la fracture apportée par les grains de zircone. Ceci vient du fait que ces matériaux se caractérisent par un mécanisme de renforcement par transformation de phase des grains de zircone, qui

est à l'origine de leurs propriétés mécaniques exceptionnelles. Les propriétés mécaniques des composites, associées à une excellente biocompatibilité et résistance à l'usure et aux chocs, font de ce matériau la meilleure option pour les PTH. Dans le **Chapitre 1**, nous aborderons quelques généralités sur l'anatomie et la biomécanique de la hanche ainsi que l'état de l'art concernant la durabilité des matériaux constituant une PTH.

Grâce aux dispositifs, tels que le simulateur de marche, il est possible d'étudier le comportement des matériaux avant implantation et de reproduire *in vitro* le taux d'usure trouvé *in vivo*. De cette manière il est plus facile de comprendre les mécanismes de dégradation des matériaux, ce qui permet de les améliorer.

Les études de biomécanique des patients avec des PTH (Komistek *et al.*, 2000), montrent que pendant la phase de balancement de la jambe, il peut y avoir une petite séparation de l'ordre du millimètre, entre la tête et la cupule, appelé "décoaptation". Dans le cas réel, le ligament rond empêche quasiment cette décoaptation. Lorsque le talon touche le sol il se produit une force d'impact au niveau de la hanche qui n'est pas prise en compte dans la plupart des tests classiques de simulateur de marche. Ce phénomène peut être étudié grâce à la machine de chocs conçue au laboratoire, qui sera présentée dans le **Chapitre 2**. Ce dispositif permet de simuler un pic de force d'intensité et de fréquence variables et de positionner l'ensemble tête-cupule avec une inclinaison de 45° afin de respecter les conditions anatomiques standard. Il est très important d'étudier et de bien comprendre ce phénomène de décoaptation, car il peut entraîner la fracture de la tête ou de la cupule et produire des débris de grande taille. Les débris d'usure peuvent déclencher une réponse inflammatoire et finalement la résorption osseuse, conduisant au descellement aseptique de la prothèse, une des premières causes d'échec des PTH.

Les techniques de caractérisation des matériaux disponibles actuellement permettent d'analyser le changement de phase de la zircone et les bandes d'usure sur la tête et la cupule, ainsi que de caractériser la forme et la taille des débris d'usure. Grâce à ces techniques il est possible de donner finalement une estimation de la durée de vie des PTH. Toutes ces méthodes de caractérisation qui seront utilisées dans notre étude seront détaillées dans le CHAPITRE 2.

Enfin, dans le **Chapitre 3**, nous présenterons les résultats des essais en chocs et discuterons de la durabilité des céramiques *in vitro* et *ex vivo*. Cette partie nous amènera ensuite à donner les **Conclusions** les plus importantes et à exposer, dans les **Perspectives**, quelques propositions pour des travaux futurs.

L'ensemble de ce travail a été réalisé dans le cadre du programme OPT-HIP, financé par l'Agence Nationale de la Recherche (voir Annexes).

# CHAPITRE I

## ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

*Dans un premier temps, on présente l'articulation de la hanche pour introduire ensuite les PTH. On expose la problématique liée à la durée de vie des PTH et les avantages et inconvénients des biomatériaux utilisés actuellement. Finalement, les dispositifs conçus pour tester les différents matériaux en chocs et en fatigue sont détaillés.*

## 1 L'articulation de la hanche

### 1.1 Anatomie

L'articulation de la hanche ou articulation coxo-fémorale est une articulation de type sphérique (énarthrose) à 3 degrés de liberté. Elle est constituée d'une tête fémorale logée dans une cavité semi-sphérique, l'acetabulum. La tête fémorale est une portion de sphère (2/3) de 25 mm de rayon et de 240° d'ouverture angulaire. Le maintien de la tête dans l'acetabulum et sa stabilité sont assurés par la profondeur de l'acetabulum, le centrage de la tête, la pression intra-articulaire négative et les ligaments et les muscles péri-articulaires.

Le cartilage amortit les efforts et répartit leur transmission dans l'articulation ; il permet le glissement des os les uns sur les autres. Les muscles apportent la puissance à la hanche et à la jambe pour bouger et les tendons rattachent les muscles aux os.

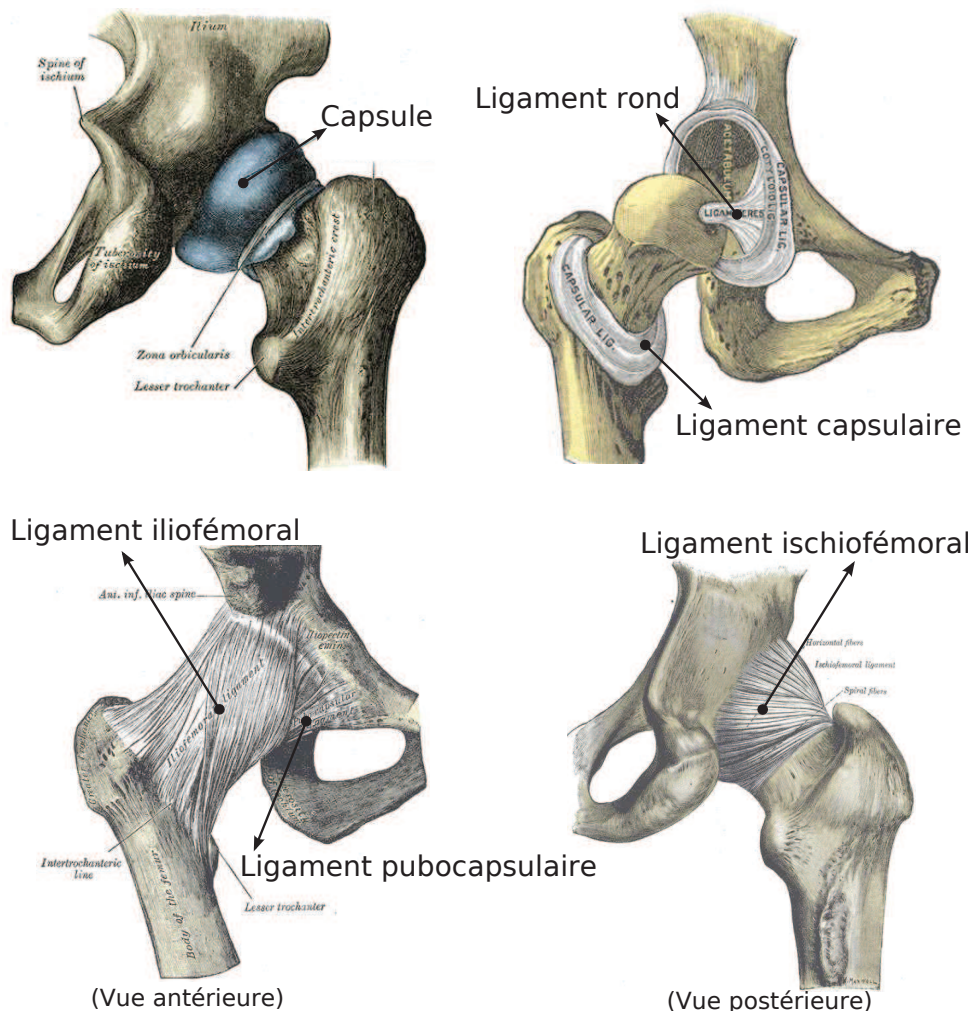
Cette articulation est stabilisée par des ligaments puissants (Figure 1.1) :

- La capsule articulaire (capsula articularis) ou ligament capsulaire. La capsule articulaire est une enveloppe fibreuse et élastique qui entoure l'articulation. Elle est dense et couverte par de nombreux muscles. La surface externe est rugueuse à l'échelle microscopique. A



l'intérieur elle est tapissée de façon souple mais continue, par une délicate doublure : la synoviale. La capsule articulaire contribue, avec les ligaments, à assurer la stabilité de l'articulation.

- Le ligament pubocapsulaire.
- Le ligament iliofémoral. C'est le ligament le plus puissant du corps humain. Il est attaché à la capsule articulaire et la renforce.
- Le ligament de la tête fémorale ou ligament rond (Teres Femoris). Il relie la tête du fémur au fond du cotyle. Il est couvert par la membrane synoviale. Sa résistance varie énormément d'une personne à l'autre. Ce ligament est en tension quand la cuisse est en flexion et adduction. Il contribue à la vascularisation de la tête.
- Le ligament ischiofémoral.
- Le ligament glénoïdien (labrum glenoidale) : c'est un anneau fibrocartilagineux attaché à l'acetabulum qui forme un cercle complet entourant la tête fémorale en la stabilisant.
- Le ligament transverse (ligamentum transversum acetabuli). Constitué de fibres très résistantes, il permet le passage de vaisseaux dans l'articulation.



**Figure 1.1** *Ligaments de l'articulation de la hanche saine (Gray, 1918).*

## 1.2 Mouvements

Les mouvements de l'articulation de la hanche peuvent se décomposer en mouvements de flexion/extension, d'abduction/adduction et de rotations interne et externe autour de l'axe horizontal dans le plan frontal (Figure 1.2).

– Flexion - extension : axe frontal, horizontal

**Flexion** : 120° genou fléchi, 90° genou étendu (rôle des ischio-jambiers). C'est une position de moindre stabilité

**Extension** : limitée à 15° par le ligament iliofémoral

– Abduction - adduction : axe horizontal, sagittal

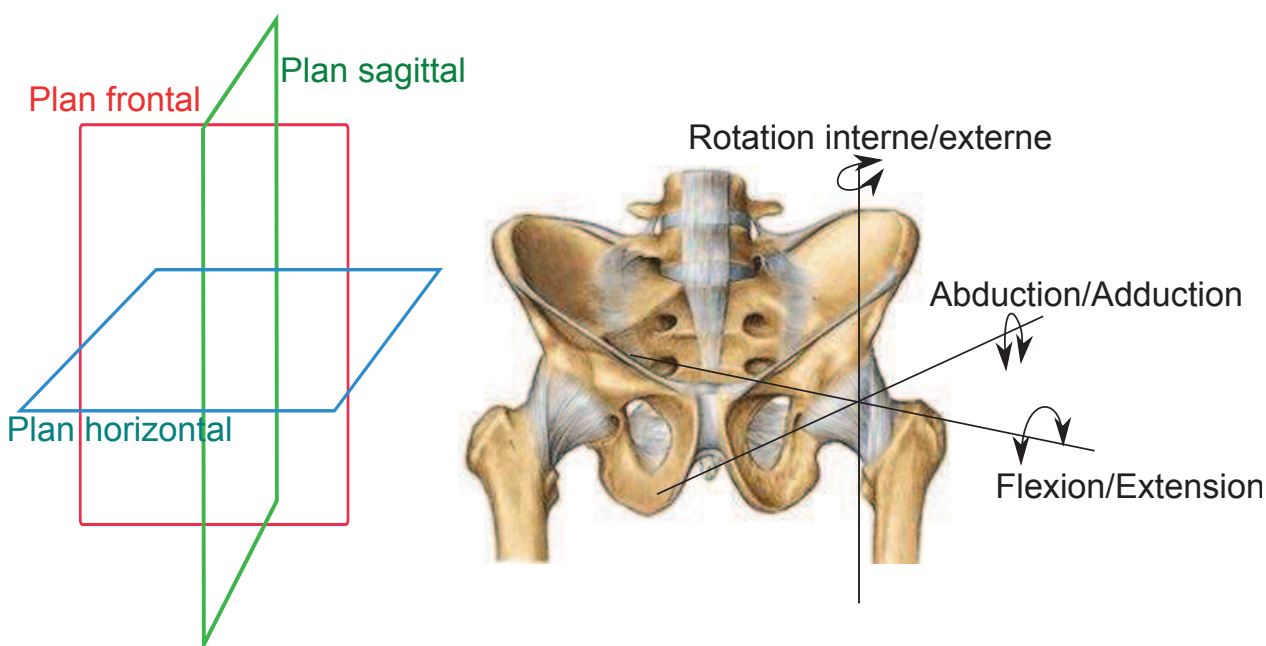
**Abduction** : 45° limitée par le contact du col sur l'acetabulum, les adducteurs, le ligament pubo-fémoral

**Adduction** : 20° à 30° (position instable)

– Rotation autour de l'axe vertical

**Interne** : 35° à 40°, limitée par le ligament ischio-fémoral et le muscle obturateur interne

**Externe** : 45° à 60°, limitée par le ligament ilio-fémoral (position instable)

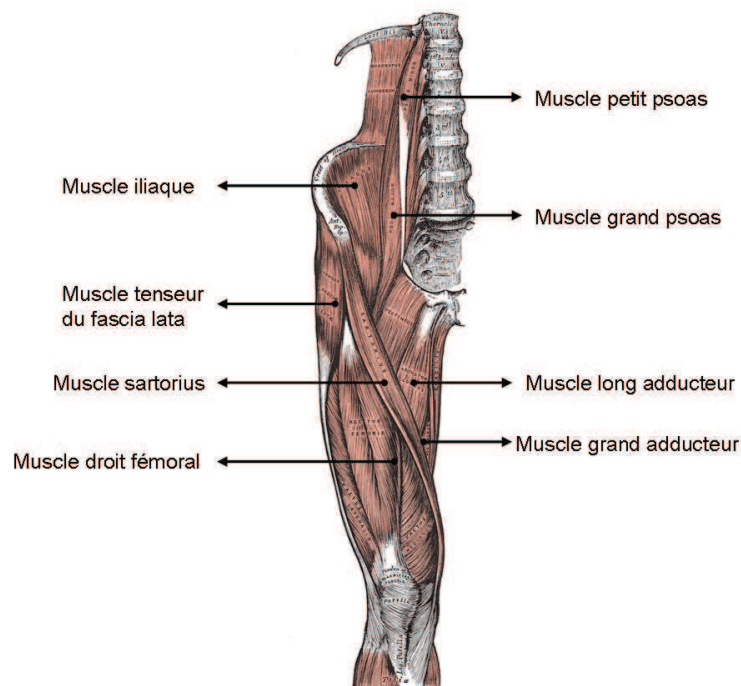


**Figure 1.2** Plans anatomiques et degrés de liberté de l'articulation de la hanche (Sanchez, 2011).

Les principaux muscles qui permettent le mouvement de la hanche sont (Figure 1.3) :

– Le psoas iliaque : il permet la flexion de l'articulation coxo-fémorale, et accessoirement il est rotateur externe de la cuisse.

- Le muscle sartorius : son action est la flexion et l'abduction de la cuisse sur le bassin.
- Le tenseur du fascia lata : c'est un muscle fléchisseur, abducteur (en éloignant la cuisse du plan médian du corps) et rotateur de la cuisse.
- Le muscle moyen adducteur (M. Adductor longus) : il assure l'adduction et la rotation externe.
- Le muscle grand adducteur (M. Adductor magnus) : son rôle essentiel est l'adduction et la rotation.
- Le muscle droit fémoral : son action principale est l'adduction de la cuisse et la rotation externe de celle-ci.



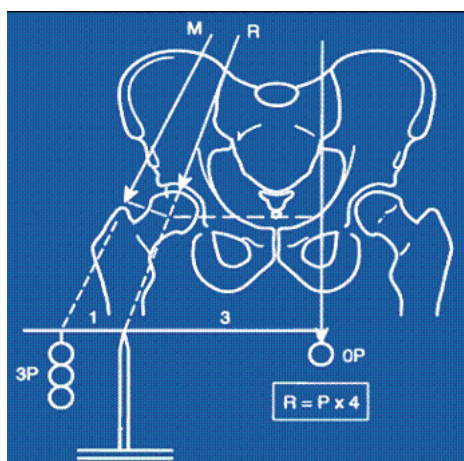
**Figure 1.3** *Muscles de l'articulation de la hanche ou de la région coxo-iliaque (Gray, 1918).*

La lubrification de cette articulation est assurée par le liquide synovial, qui est présent dans l'espace articulaire délimité par la capsule articulaire. Il s'agit d'un liquide visqueux jaune pâle et qui présente une propriété de cisaillement en film mince, pouvant se comporter comme un fluide newtonien. Il provient essentiellement du sang en empruntant les capillaires à l'intérieur de la membrane synoviale. Cette même membrane synoviale sécrète, grâce aux cellules qui la composent, l'acide hyaluronique ce qui confère au liquide synovial une consistance visqueuse produit par la membrane synoviale. Le liquide synovial est aussi constitué de glycoprotéines et de phospholipides (Blewis *et al.*, 2007).

### 1.3 Biomécanique

La détermination des forces internes présentes lors du mouvement humain est essentielle pour la compréhension de la fonction mécanique du corps afin d'évaluer les chargements et les risques auxquels est soumis le corps humain. Ainsi, le développement de méthodes non invasives déterminant les forces des muscles et le chargement des os est fondamental pour la biomécanique.

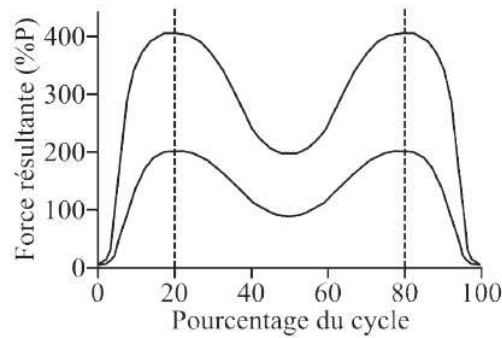
Les contraintes de la hanche sont telles que dans une situation bipodale, la moitié du poids du corps est répartie sur chaque hanche. Alors qu'en position unipodale, le concept de la "balance de Pauwels" montre que l'articulation de la hanche supporte environ 3 fois le poids du corps (Figure 1.4). Dans des conditions normales, le cartilage amortit et répartit la transmission des forces dans l'articulation.



**Figure 1.4** Balance de Pauwels, avec  $P$  le poids du corps,  $M$  la force de résistance des fessiers et  $R$  la résultante des forces qui s'appliquent sur l'articulation (Puget, Mansat, 2004).

Plusieurs études ont été menées afin de déterminer les forces au niveau de l'articulation de la hanche pendant le cycle de marche. Un modèle analytique prenant en compte la contribution aux mouvements de l'articulation des différents muscles a montré que la phase d'appui comporte deux maxima : le premier maximum de force a lieu au bout de 20 % de la phase d'appui (contact talon-sol) et le second au bout de 80 % (moment où la pointe du pied quitte le sol) (Figure 1.5).

Pendant la course, à la différence de la marche, il n'y a qu'un seul pic au bout de 40 % de la phase d'appui (Glitsch, Baumann, 1997). Le pic de force dépend évidemment de la vitesse. D'après une étude de Bergmann *et al.* (1993), pour une vitesse de 1 km/h, le pic de force est d'environ 280 %P ( $P$ , le poids du corps) alors que pour une vitesse de 5 km/h, le pic de force peut atteindre 480 %P. De cette manière, pour une personne de 75 kg, la force au niveau de l'articulation de la hanche peut atteindre 3,6 kN. La montée d'escaliers entraîne des forces plus importantes, de l'ordre de 300 à 600 %P (Costigan *et al.*, 2002). En général, le pic de



**Figure 1.5** Intervalle de forces atteintes lors la phase d'appui du cycle de marche (Glitsch, Baumann, 1997).

force serait 23% plus élevé pendant la montée d'escaliers que pendant la marche (Bergmann *et al.*, 2001).

Les études réalisées afin de déterminer les forces auxquelles est soumise l'articulation de la hanche sont nombreuses. Le tableau 1.1 présente quelques résultats.

Référence	Pic de Force (xPoids)	Activité
Bergmann <i>et al.</i> , 1993	2,8	Marche
	4,8	Marche (5km/h)
Costigan <i>et al.</i> , 2002	6,0	Montée d'escaliers
Seireg, Arvikar, 1975	5,4	Marche normale
Paul, 1967	6,4	Marche (3 km/h)
Paul, 1976	4,9	Marche (5 km/h)
	7,2	Montée d'escaliers
	7,1	Descente d'escaliers
Crowninshield <i>et al.</i> , 1978	5,0	Marche (3,6 km/h)
	7,6	Montée d'escaliers
	3,9	Descente d'escaliers
Duda <i>et al.</i> , 1997	3,8	Marche
Heller <i>et al.</i> , 2001	3,1	Marche
Glitsch, Baumann, 1997	4,0	Marche

**Tableau 1.1** Pics de force au niveau de l'articulation de la hanche pendant différentes activités.

## 1.4 Dégradation de l'articulation de la hanche

Avec l'âge et/ou à cause d'activités physiques intenses, les articulations se dégradent. La hanche est une des articulations les plus souvent touchées. Il existe plusieurs causes de dégradation de l'articulation de la hanche (Blunt *et al.*, 2009) :

– l'ostéoarthrite : c'est une maladie inflammatoire des articulations, résultat de l'usure du



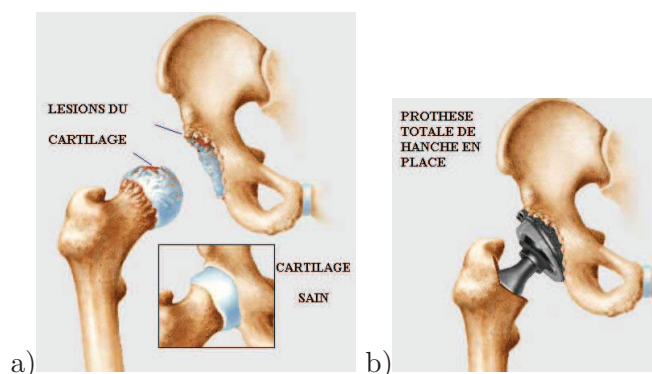
- cartilage articulaire. Cette maladie peut produire des changements de l'os sous-jacent.
- l'arthrite rhumatoïde : c'est une maladie qui provoque une inflammation chronique de la membrane entourant les articulations (membrane synoviale).
  - la nécrose : modification morphologique survenant lorsqu'une cellule arrive en fin de vie à la suite d'événements tels qu'un traumatisme important. La capacité de supporter les efforts des articulations en est fortement réduite.
  - un traumatisme : la structure osseuse est irréparable (comme par exemple dans le cas de la rupture du col du fémur).

Cette dégradation fait l'objet de nombreuses recherches qui visent à améliorer la qualité de vie des patients en remplaçant l'articulation dégradée par une PTH.

## 2 Prothèses Totales de Hanche (PTH)

### 2.1 Historique et problèmes d'usure

La mise en place d'une PTH consiste à remplacer l'articulation de la hanche comprenant la tête du fémur et la cavité du bassin appelée cotyle par du matériel prothétique. La Figure 1.6 montre une articulation saine et dégradée et une PTH.



**Figure 1.6** *Articulation de la hanche a) saine et b) avec PTH (Cattan, 2008).*

Les chirurgiens orthopédistes sont confrontés à deux types d'atteinte de la hanche : l'arthrose et la fracture du col du fémur. Afin de répondre à ce besoin de remplacer la hanche, de grands progrès ont été faits depuis la fin du XIX<sup>e</sup> siècle. La première prothèse connue a été conçue en 1891 par Glück, qui a remplacé la tête du fémur par une tête en ivoire (Gomez, Morcuende, 2005). Plus tard, en 1919, le français Pierre Delbet a utilisé une prothèse fémorale en caoutchouc. En 1927, l'anglais Ernest W. Hey-Groves remplace la tête dans sa totalité par une sphère en ivoire de même calibre. Sa fixation est assurée par un manche qui traverse la diaphyse fémorale. La prothèse prend à la fois la place de la tête fémorale et de la surface articulaire qu'elle porte. Cette intervention reste un cas isolé bien que le résultat soit satisfaisant quatre ans après l'intervention. En 1936, le Dr. Venable conclut à la supériorité de l'alliage cobalt-chrome-molybdène pour les applications orthopédiques, il

l'appelle Vitallium<sup>®</sup>. En 1939, Harold Bohlman reprend les travaux de Venable et met au point la première prothèse fémorale en métal (Vitallium<sup>®</sup>). Celle-ci remplace la tête du fémur et le cartilage qui la recouvre. Austin Moore et Bohlman conçoivent en 1940 une méga prothèse métallique peu posée. Ils proposent que la tête métallique soit portée par une tige implantée dans le canal médullaire du fémur. Depuis cette date, la quasi-totalité des implants fémoraux reprendront ce concept de tige intra médullaire. Les frères français Judet ont conçu en 1946, la première prothèse posée en nombre. À partir de 1946 les deux chirurgiens remplacent la tête retirée par une sphère de même calibre en polyméthacrylate de méthyle. Dans tous les cas, les résultats immédiats sont bons puis décevants dès le moyen terme. Ces échecs sont dus à une intolérance aux débris d'usure de l'acrylique qui sera définitivement abandonné en 1949 (Tipper *et al.*, 2001).

Au début des années 60, le professeur anglais Sir John Charnley considère que la meilleure prothèse est une tête métallique contre une cupule en polymère. Peter Ring et Graham McKee considèrent qu'il serait mieux d'utiliser une prothèse métal-métal. Sir Charnley observe que la combinaison métal-polymère est susceptible de s'user. Il conclut finalement que l'usure dépend du type de polymère et du design.

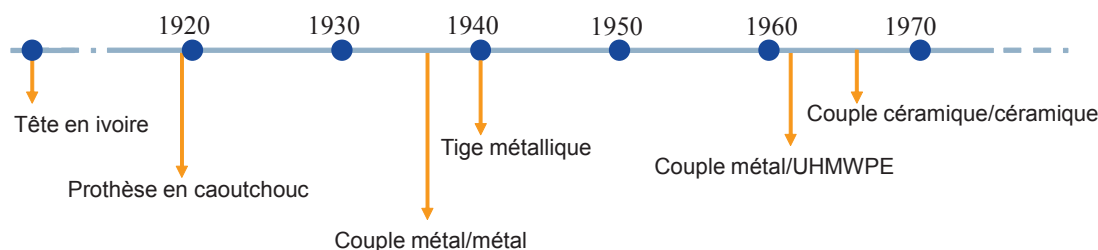
Le taux d'usure du couple métal-métal est inférieur compte tenu de la plus grande dureté des surfaces. Néanmoins, les conséquences de la production de particules de métal ne sont pas négligeables. Le relargage d'ions métalliques entraînerait une perte osseuse massive et des réactions dans les tissus. Ce couple a été ensuite considéré comme très dangereux. Progressivement, les couples métal-polymère ont été préférés, notamment ceux avec UHMWPE (Ultra High Molecular Weight Polyethylene). Néanmoins, l'ostéolyse a continué à être toujours un problème. Des progrès dans l'élaboration des alliages de cobalt ont permis de réintroduire ces matériaux en orthopédie, notamment l'alliage CoCrNi, même si cet alliage pourrait induire des réactions proinflammatoires (Williams, 2009a).

Les céramiques résistantes sont introduites en 1965, quand est breveté le premier matériau d'alumine pour la hanche. Le taux d'usure céramique-céramique est plus faible et la biocompatibilité du biomatériau excellente. C'est P. Boutin, de Pau, qui ouvre la voie en 1970 avec une PTH dont le cotyle est en céramique et la pièce fémorale en deux parties : une tête en céramique fixée sur un corps en acier (Boutin, 1972). Comme pour les couples précédents, métal-métal ou métal-polymère, la fixation des deux composants est un souci constant car le cotyle céramique accepte mal le ciment et la fixation de la tête sur la tige métallique, par collage ou vissage, est incertaine. En 1971, le cotyle devient non cimenté.

A partir de 1975, les têtes fémorales en céramique sont couramment utilisées contre des cupules en polyéthylène. L'emploi de biocéramiques permet de réduire les taux d'usure des PTH. Ainsi, le polyéthylène à haute densité ou UHMWPE frottant contre une tête en céramique présente un taux d'usure 50% inférieur à celui de l'UHMWPE contre une tête métallique (Tipper *et al.*, 2001). Le succès des céramiques est confirmé par plus de 3,5 millions d'implants en alumine et plus de 600000 têtes fémorales de zircone au niveau mondial depuis 1990 (Chevalier,

Gremillard, 2009).

De nouveaux matériaux sont étudiés afin d'avoir des matériaux avec des propriétés mécaniques et tribologiques supérieures. La Figure 1.7 résume l'évolution des matériaux utilisés depuis la première prothèse en caoutchouc jusqu'aux céramiques.



**Figure 1.7** Historique des matériaux utilisés pour les PTH.

Actuellement, les couples de frottement des PTH (Figure 1.8) sont de deux types : dur/mou ou dur/dur. Les dur/mou comprennent les métal/UHMWPE, alumine/UHMWPE et alumine-zircone/UHMWPE. Dans les couples dur/dur on retrouve métal/métal, alumine/alumine et alumine-zircone/alumine. Très récemment, le couple céramique-métal a été approuvé par la FDA (Uzdienski, 2009). Ce couple de frottement a montré une plus grande résistance à l'usure que le couple métal/métal avec un taux d'usure de  $0,01 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  contre  $1 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  pour le couple métal/métal (Firkins *et al.*, 2001), ce qui représente une usure 100 fois plus petite. Les avantages et inconvénients de chaque couple sont résumés dans le Tableau 1.2.



**Figure 1.8** Types de matériaux utilisés actuellement pour les PTH (Stryker, 2011).

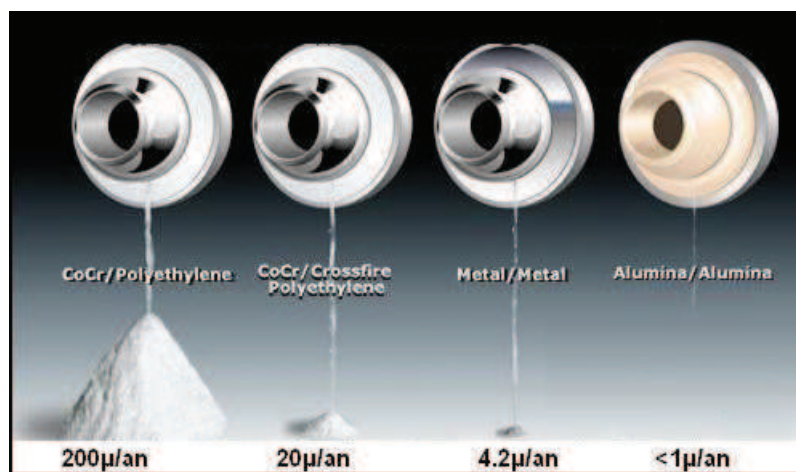
La durée de vie des PTH dépend fortement des matériaux utilisés et de leur comportement à la fatigue et à l'usure ainsi que de leur biocompatibilité. Les différents couples utilisés peuvent produire des taux d'usure variables en fonction des matériaux frottants (Figure 1.9) : le couple alumine/PE s'use beaucoup plus qu'alumine/UHMWPE et que le couple métal/métal et celui-ci s'use plus qu'un couple alumine/alumine (Essner *et al.*, 2005). L'usure des matériaux frottants produit des débris qui en contact avec les tissus peuvent déclencher une réaction



inflammatoire (voir 2.2.1). A part la production de débris, l'échec des PTH dépend d'autres facteurs. La différence de propriétés mécaniques (notamment le module d'Young) entre la tige et le ciment induit un phénomène de stress shielding. L'implant métallique supporte le chargement que devrait supporter l'os et peut donc entraîner une diminution de densité, voire une résorption osseuse (Beguec, Goldschild, 2003). Il est possible aussi que la tige fémorale se sépare du ciment entraînant ensuite un phénomène de fretting corrosion. Ceci consiste en un frottement sous petits déplacements en synergie avec de la corrosion métallique et la réaction inflammatoire qui s'en suit (Geringer, 2005).

Couple	Avantage	Désavantage
métal/UHMWPE	Utilisé depuis longtemps Prix	Usure du polyéthylène
alumine/UHMWPE	Bonne résistance à l'usure	Usure du polyéthylène
alumine-zircone/UHMWPE	Très bonne résistance à l'usure	Vieillissement de la zircone
métal/métal	Bonne résistance à l'usure et à la fracture	Métallose
alumine/alumine	Bonne résistance à l'usure Bonne biocompatibilité	Risque de fracture Prix
alumine-zircone/alumine	Bonne résistance à l'usure Bonne biocompatibilité	Prix Vieillissement de la zircone

**Tableau 1.2** *Caractéristiques des différents couples utilisés pour les PTH.*



**Figure 1.9** *Taux d'usure des couples de matériaux utilisés pour les PTH (Stryker, 2009).*

## 2.2 Modes de dégradation des PTH

Malgré les progrès des dernières décennies sur la biocompatibilité et l'amélioration des propriétés mécaniques et tribologiques des PTH, il existe encore aujourd'hui des problèmes liés aux matériaux tels que la production des débris d'usure, la libération d'ions métalliques, la résistance à la fatigue, le frottement et fretting corrosion. Le choix du chirurgien et la morphologie du patient sont deux facteurs qui jouent un rôle important dans la résistance des matériaux qui constituent les PTH.

### 2.2.1 Facteurs biologiques : débris d'usure

Les débris d'usure sont la cause principale d'échec des PTH. Le frottement entre la tête et la cupule d'une PTH est responsable de l'endommagement des surfaces frottantes et de la formation de débris d'usure. La migration de ces débris de la zone de contact vers les tissus osseux conduit à une réaction inflammatoire dévastatrice pour le support osseux. Les débris d'usure produits par les surfaces frottantes entrent dans les tissus et sont phagocytés par des macrophages. L'action de la phagocytose stimule les macrophages à produire des cytokines inflammatoires et d'autres intermédiaires de l'inflammation qui conduisent à la résorption osseuse et au probable descellement de la prothèse (Blunt *et al.*, 2009). Cette réaction dépend essentiellement de la nature des débris (polymère, métal, céramique), de leur abondance et de leur taille. Le volume et la morphologie des débris d'usure déterminent la réponse du corps et la fiabilité de la fixation de l'implant (Kowandy *et al.*, 2006). La production de débris d'usure dépend de plusieurs facteurs : diamètre de la tête, position de l'implant, chargement, stérilisation et épaisseur de la cupule (ces deux derniers si la cupule est en UHMWPE).

Les particules d'usure retrouvées *in vivo* lors de reprises de PTH sont de l'ordre du micromètre et peuvent être de taille et de forme différentes, selon la nature du matériau constitutif de la tête prothétique et de la cupule, les sollicitations mécaniques, l'état de surface des surfaces frottantes ainsi que le mode d'usure (Rixrath *et al.*, 2007). La production de débris d'usure est l'inconvénient majeur des PTH à long terme. Pour un couple métal/UHMWPE la plupart des débris sont des débris de UHMWPE entre 200  $\mu\text{m}$  et 10 nm. La taille des particules de UHMWPE retrouvées dans les tissus péri-prothétiques est le plus souvent inférieure au micromètre (0,5  $\mu\text{m}$  en moyenne) (Jacobs *et al.*, 1994).

De nombreux débris d'alumine de taille moyenne 5  $\mu\text{m}$  ont été trouvés dans le tissu pseudosynovial entourant des prothèses explantées non cimentées de céramique contre céramique. Cependant en microscopie électronique en transmission, MET, il est possible de trouver des débris de 5 à 90 nm. Des débris de métal et de polyméthylméthacrylate ont aussi été trouvés *in vivo* (Blunt *et al.*, 2009). Les débris d'alumine sont moins actifs biologiquement que ceux du polyéthylène et l'ostéolyse des couples céramique contre céramique est inférieure à celle des couples céramique contre polyéthylène ou métal contre métal. De ce fait et parce que les taux d'usure des céramiques sont moindres, les céramiques sont des matériaux particulièrement intéressants du point de vue des problèmes d'usure.

### 2.2.2 Comportement en fatigue

Le développement de têtes céramiques nécessite de vérifier la tenue en endurance face aux contraintes générées par un patient sur un grand laps de temps. Ceci est particulièrement important pour les têtes de petit diamètre, qui se développent actuellement très rapidement par suite de leur meilleur comportement en frottement. Une limite en fatigue est effectivement observée lors du test en fatigue de têtes fémorales en zircone. Une étude a montré que la résistance d'une tête de zircone sur un cône de Ti-6Al-4V a un seuil de fatigue à 27,5 kN. Dans le cas d'une tête en Co-Cr, cette limite est supérieure à 40 kN, soit plus de quatre fois la force maximale exercée par un patient, les têtes testées entre 4 et 40 kN résistant à 10 millions de cycles sans rupture (Cales, 1997).

### 2.2.3 D'autres facteurs

Les contraintes qui s'exercent sur la tête et la cupule dépendent de nombreux facteurs :

1. Positionnement de la cupule : lorsque le centre de rotation de la prothèse est anormal c'est-à-dire en position haute et/ou latéralisée, les contraintes subies par la cupule sont élevées et exposent au descellement.
2. Inclinaison de la cupule : la verticalisation de la cupule réduit la surface portante et entraîne un pic de contraintes nocif à la tenue de l'implant. A l'opposé, une horizontalisation trop importante entraîne une couverture insuffisante de la cupule par l'acetabulum et par conséquent, une diminution de la zone de soutien osseuse.
3. Taille et épaisseur de la cupule : si la cupule est en UHMWPE, pour un cotyle donné, la cupule la plus épaisse diminue le fluage d'UHMWPE. Elle autorise une meilleure répartition des contraintes et donc une moindre sollicitation de l'interface os-ciment (Pidhorz, 1993).
4. Taille de la tête : pour tenter de réduire le couple de frottement et l'usure, il faut prendre en compte la taille de la tête prothétique. Ainsi, le choix du diamètre de la tête fémorale se fonde sur la notion de stabilité et de couple de frottement.  
Pour les têtes de 22,2 mm de diamètre, il est dit que le faible diamètre permet non seulement d'augmenter l'épaisseur de la cupule mais de diminuer le couple de frottement et, de ce fait, les sollicitations exercées au niveau de l'interface os-ciment. Cette théorie du "bas frottement" repose sur le fait que pour une même angulation le balayage décrit par une sphère de petit diamètre est très nettement inférieur à celui exercé par une sphère de plus gros diamètre (Pidhorz, 1993).

Finalement les matériaux qui constituent la tige ont aussi un rôle important dans la stabilité de la prothèse. Ils doivent être choisis en raison de leur module d'élasticité qui reste toujours trop éloigné de celui de l'os. Qu'il s'agisse du titane cinq fois plus rigide que l'os, de l'acier ou des alliages de chrome-cobalt dont les modules d'Young sont dix fois plus élevés que l'os cortical et cinquante fois plus que celui de l'os spongieux, il y aura toujours un compromis entre l'élasticité et la résistance du matériau sélectionné. Les aciers inoxydables et les alliages de cobalt - chrome

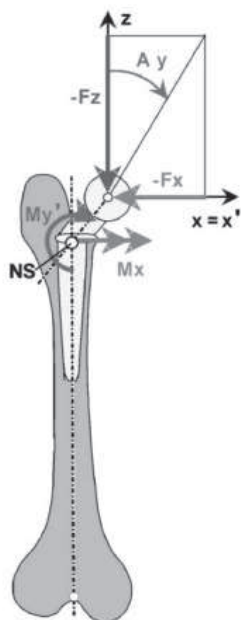
utilisés depuis de nombreuses années se caractérisent par une grande dureté et une meilleure résistance à la fatigue. Les alliages à base de titane sont peu sensibles à la corrosion mais sont plus fragiles. Ils résistent mal aux frottements et peuvent libérer des particules métalliques agressives qui peuvent déclencher une réaction inflammatoire et finalement le descellement de la prothèse (Pidhorz, 1993).

La durée de vie d'une PTH dépend finalement de plusieurs variables telles que la technique chirurgicale, les matériaux et le dessin de prothèse (Heller *et al.*, 2005).

### 2.3 Biomécanique des PTH

La caractérisation des forces de contact au niveau de la hanche est essentielle pour la définition des caractéristiques et du design des prothèses. Les normes de la série ISO 7206 imposent les tests de résistance des prothèses de hanche. Néanmoins une étude a montré que les conditions de chargement imposées par ces normes n'étaient pas réalistes (Baleani *et al.*, 1999).

Dans la littérature, jusqu'à récemment, les données des forces des muscles n'étaient pas précises, par conséquent les conditions de chargement *in vivo* étaient sous-estimées. Les travaux de Bergmann *et al.* ont donné les premières indications des conditions de chargement sur une PTH. Cette étude a été réalisée sur quatre patients avec des implants instrumentés (tête en alumine et cupule en PE) (Figure 1.10, Bergmann *et al.*, 2001).



**Figure 1.10** *Système utilisé par Bergmann et al. pour le calcul de forces au niveau de la hanche avec une prothèse instrumentée. Le schéma représente la force de contact,  $F$ , et ses composantes  $F_x$ ,  $F_y$  et  $F_z$  sur la tête de la prothèse. L'axe  $Z$  est parallèle à l'axe longitudinal du fémur (Bergmann et al., 2001).*

Les valeurs des forces mesurées par l'intermédiaire de PTH instrumentées ont permis de démontrer la présence du double maximum de force pendant le cycle de marche (Bergmann *et al.*, 2001; Heller *et al.*, 2001). Les forces en fonction de l'activité sont : marche lente (3,5km/h) 242 %P, marche normale (3,9km/h) 238 %P, marche rapide (5,3km/h) 250 %P, montée d'escaliers 251 %P, descente d'escaliers 260 %P, se mettre debout 190 %P et s'asseoir 156 %P. En moyenne, ils ont trouvé que les forces pendant la montée d'escaliers était 23% plus importantes que la marche normale. Les variations du chargement de l'articulation lors de la montée d'escaliers sont beaucoup plus importantes que celles pendant la marche. Ainsi, le premier maximum est plus important lors de la montée tandis que le second est plus important lors de la descente (Bergmann *et al.*, 2001).

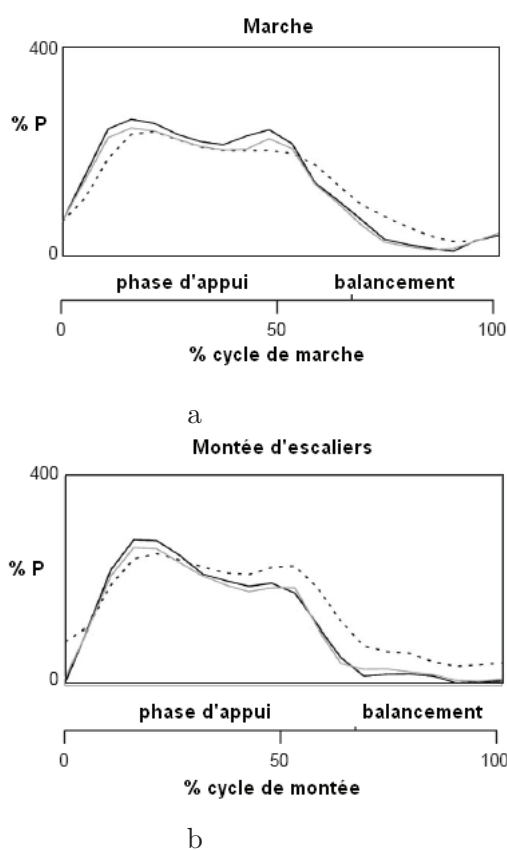
Une modélisation mathématique effectuée par Mavcic *et al.* (2002) a montré que les contraintes dans une PTH sont principalement localisées sur le bord antérieur et du côté latéral de la cupule. En effet, en appui statique unipodal, les forces de l'ordre de 310 %P sont plus importantes dans une hanche avec prothèse que pour une hanche saine où elles sont de l'ordre de 270 %P.

Les travaux de Stansfield *et al.*, 2003 suggèrent que les forces de contact mesurées *in vivo* avec des prothèses instrumentées peuvent varier d'une personne à l'autre en fonction de caractéristiques anatomiques. Un modèle 3D de la jambe avec près de 48 muscles, ligaments et tendons a été développé. Les forces de contact au niveau de la hanche ont été calculées par le modèle et comparées aux forces mesurées sur deux personnes avec des prothèses instrumentées. Les forces ont été calculées avec un modèle 3D de la jambe. Les forces ont été mesurées pour la marche normale (0,97–2,01 m/s), le transfert de poids d'une jambe à l'autre et s'asseoir et se lever. La comparaison des forces mesurées et estimées a montré de bons résultats. Les écarts entre le modèle et la force réelle étaient de 13,4% et de 18,1% pour les deux patients. Cette étude confirme les valeurs trouvées par Bergmann *et al.* (2001).

Une autre étude (Heller *et al.*, 2005) propose un autre modèle qui prend en compte l'interaction des muscles et les forces dans l'articulation. Les muscles contribuent grandement au chargement supporté par la hanche mais il est difficile d'accéder aux forces des muscles pendant leur fonctionnement *in vivo*. Néanmoins il est possible de faire une modélisation avec une précision de 12 ou 14%. Dans cette étude, les muscles de la hanche sont regroupés par fonction (Figure 1.11). Ainsi, il est possible d'avoir un seul muscle "abducteur" et un seul muscle "adducteur". Ce groupement des muscles de la hanche a permis de faire un modèle plus simple du chargement de l'articulation (Heller *et al.*, 2005). La Figure 1.12 montre la courbe qui décrit les forces de contact développées au cours du temps et *in vivo* au niveau de la hanche pour des patients avec une PTH pendant le cycle de marche et de montée d'escaliers. Les pics de force pendant la marche et la montée d'escaliers sont respectivement de 238 %P et 251 %P.



**Figure 1.11** a) Modèle complet et b) modèle simplifié des muscles de l'articulation de la hanche (Heller et al., 2005).



**Figure 1.12** Comparaison des forces de contact pour un modèle complet (ligne continue grise), un modèle simplifié (ligne continue noire) et la moyenne mesurée in vivo (ligne pointillée) pendant a) la marche et b) la montée d'escaliers (Heller et al., 2005).

Une liste des différentes activités et leur force associée est présentée dans le Tableau 1.3.

Activité	Cycles/an	Activité et vitesse	Force maxi (%Poids)
Marche	2,5x10 <sup>6</sup>	1 km/h	282
		3 km/h	324
		5 km/h	429
Jogging	6,4x10 <sup>5</sup>	5 km/h	484
		7 km/h	496
		en montant des escaliers	515
		en descendant des escaliers	384
Montée d'escaliers	4,2x10 <sup>4</sup>	Lentement	333
		Normal	356
		Rapidement	386
Descente d'escaliers	3,5x10 <sup>4</sup>	Lentement	374
		Normal	387
		Rapidement	432
S'asseoir/se lever	7,2x10 <sup>4</sup>	Se lever d'une chaise	123

**Tableau 1.3** Forces dans les PTH et nombre de cycles pour différentes activités (Baleani et al., 1999).

Le frottement *in vivo* dépend fortement des conditions de lubrification du liquide synovial de chaque personne. Les tests dans les laboratoires ne seraient pas toujours faits dans les cas les plus défavorables qui pourraient se présenter pour quelques patients. Ceci relève l'importance de mesurer les moments et forces *in vivo*. Dans ce but, Damm *et al.* ont développé une prothèse instrumentée (Figure 1.13) qui permet de mesurer les forces avec une précision de 1,9% (Damm *et al.*, 2010).



**Figure 1.13** Prothèse instrumentée pour mesurer forces et moments dans une PTH (Damm et al., 2010)



Finalement, les travaux de Komistek *et al.*, 2000 en utilisant la vidéofluoroscopie ont montré pour la première fois une séparation entre la tête et la cupule *in vivo*. Ce phénomène est appelé “décoaptation” (Komistek *et al.*, 2000). Ceci s’explique par le fait que pendant l’arthroplastie, le ligament rond (Figure 1.1) qui maintient la tête fémorale contre le bassin ou l’*acetabulum*, est découpé. La tête n’est plus maintenue en contact avec la cupule. Par conséquent au début de la phase d’appui, un choc peut se produire entre la tête et la cupule, avec une force pouvant atteindre jusqu’à six fois le poids du corps. La résistance aux chocs est donc un paramètre important à prendre en compte lors du choix des matériaux.

### 3 Biocéramiques utilisées pour les PTH

Les matériaux biocompatibles peuvent être bioinertes ou bioactifs. Les matériaux bioinertes ne libèrent pas de substances toxiques, ils n’endommagent pas les tissus environnants, mais ils ne participent pas non plus aux processus se situant aux interfaces. Les matériaux bioactifs libèrent des substances à des doses non toxiques qui peuvent entraîner une légère réaction immunitaire (Schmidt, Künzi, 1999).

Il existe différents paramètres qui peuvent induire une allergie ou réaction inflammatoire : composition du matériau, morphologie, cristallographie, constantes élastiques, macro, micro et nanoporosité, composition chimique de la surface, propriétés électriques de la surface, libération d’ions, taille des débris produits (Williams, 2009b).

Les conditions pour utiliser un biomatériau dans une PTH sont devenues plus claires après 40 ans d’utilisation. L’objectif a toujours été d’améliorer les propriétés mécaniques (fatigue, résistance à la fracture, dureté, résistance à l’usure) et d’augmenter la durée de vie des dispositifs médicaux. L’utilisation d’alliages, tels que les alliages de titane ou de Co-Cr, permet d’améliorer les propriétés mécaniques. La caractéristique la plus importante pour la réponse du corps face aux implants est la libération d’ions. Certains éléments métalliques, précisément le nickel, peuvent stimuler le système immunologique (Haudrechy *et al.*, 1994). Concernant les polymères, il existe un équilibre délicat entre leurs propriétés mécaniques et leur résistance à la dégradation. Quand les polymères s’usent, ils produisent des débris. La réponse des cellules inflammatoires, notamment les macrophages et les cellules géantes, conduit à un accroissement de résorption osseuse par les ostéoclastes. Cette résorption provoque finalement un descellement aseptique de la prothèse, qui dépend de la quantité, de la taille et de la forme des débris d’usure. Les céramiques, à la différence des polymères, ont une très bonne résistance à l’usure, ce qui fait que l’ostéolyse est inférieure à celle produite par les polymères.

Actuellement les PTH ont une durée de vie moyenne de 15 à 20 ans. Néanmoins le vieillissement de la population et la pose de prothèses chez des patients de plus en plus jeunes exigent que la durée de vie des prothèses dépasse la trentaine d’années. L’utilisation de céramiques est devenue une très bonne option pour remplacer les prothèses de métal et polymère. Les céramiques ont une biocompatibilité excellente et en plus leur dureté permet d’avoir des volumes d’usure plus petits. Le taux de fracture des têtes d’alumine contre des cupules en



polymère a été de 0,01% pendant les années 90. Néanmoins il faut améliorer leur fiabilité (Aza *et al.*, 2002). Deux variétés de céramiques sont utilisées tant pour la tête du fémur que pour l'insert du cotyle, alumine et zircone, ainsi que les composites alumine-zircone (ISO 17853 : 2003).

### 3.1 Alumine

La première pièce en alumine utilisée pour les PTH a été introduite en 1965 (Chevalier, Gremillard, 2009). Les couples alumine-alumine ont été utilisés en France pour la première fois en 1970 (Boutin, 1972). L'alumine est bioinerte et a une très bonne biocompatibilité. De plus, elle est stable chimiquement et résistante à l'usure car elle a une dureté élevée. L'alumine présente un module d'Young de l'ordre de 400 GPa. La taille moyenne des grains de l'alumine doit être inférieure à 2,5  $\mu\text{m}$  selon la Norme ISO 6474-1 : 2010.

On peut distinguer trois générations d'alumine : les céramiques d'alumine de première génération (1974-1988) avaient une basse densité, une porosité élevée et une grande taille de grain. Les céramiques de deuxième génération (1988-1994) et celles de troisième génération (depuis 1997) ont une dureté et une résistance à la flexion plus élevées, ainsi qu'une taille de grain plus petite (Murali *et al.*, 2008). L'alumine pressée isostatiquement à chaud (HIPed hot isostatically pressed) a été introduite en 1975. Cette alumine a une taille de grain inférieure, une basse porosité et une densité plus élevée que l'alumine non HIPed. Le pressage isostatique à chaud est un processus qui combine pression et température : il permet d'améliorer sensiblement les propriétés mécaniques de l'alumine (Tipper *et al.*, 2001; Manley, Sutton, 2008).

Les alumines présentent cependant des propriétés mécaniques limitées, en particulier en ce qui concerne la résistance à la propagation des fissures, ou ténacité. Elles sont ainsi très sensibles aux concentrations de contraintes et à la présence de micro-défauts résiduels (Cales, 1997). Le couple tête d'alumine - cupule en polymère produit moins de débris d'usure que les couples métal-polyéthylène. Des études *in vitro* ont montré que le volume d'usure des couples alumine-alumine peut être 2000 fois inférieur à celui de couples métal-polyéthylène (Murali *et al.*, 2008).

### 3.2 Zircone

La zircone est un oxyde de zirconium,  $\text{ZrO}_2$ . Elle présente un module d'Young de l'ordre de 200 GPa. La taille moyenne des grains de zircone doit être inférieure à 0,6  $\mu\text{m}$  selon la norme ISO 13356 : 2008. Elle existe sous trois formes cristallines (Figure 1.14) : de la température ambiante jusqu'à 1170°C, sa structure est organisée sous forme de mailles monocliniques. De 1170°C à 2370 sa structure se transforme en phase quadratique et présente sous cette forme toutes les propriétés mécaniques recherchées de la zircone. Au dessus de 2370°C la structure passe en phase cubique. La phase quadratique en français est équivalente au terme tétragonal, de l'anglais 'tetragonal' (Mecartney, Rühle, 1989). Dans notre étude, nous garderons la notation tétragonal ou simplement 't'. La Figure 1.15 montre la forme tridimensionnelle des

phases t et m.

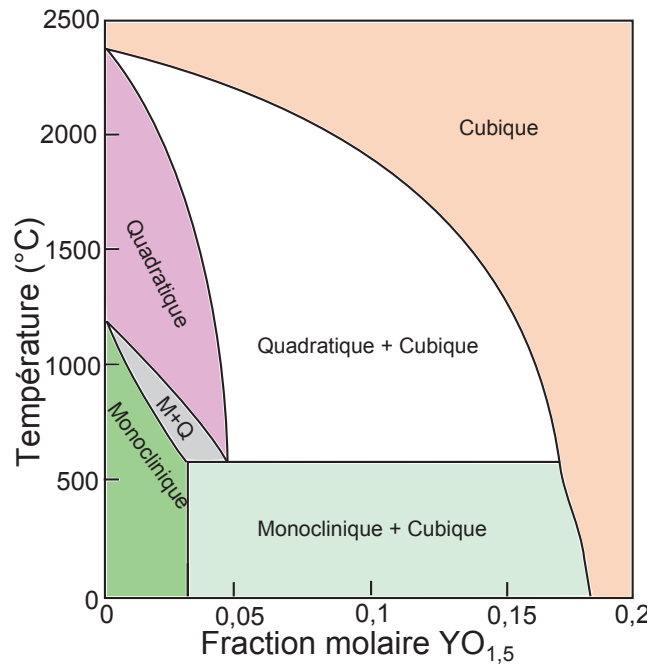


Figure 1.14 Diagramme de phase de la zircone yttrée (Gremillard, 2011).

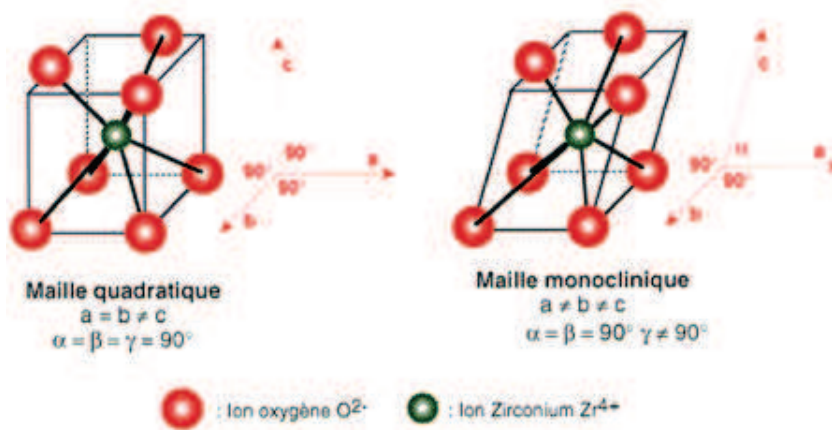
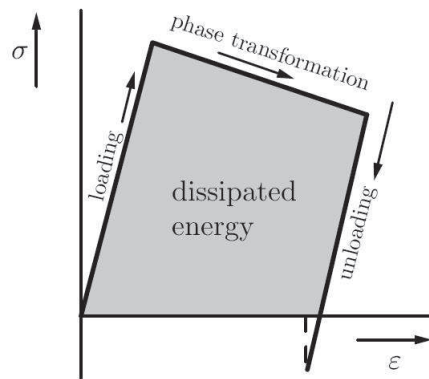


Figure 1.15 Phases tétragonale ou quadratique et monoclinique de la zircone (Dambreville et al., 1998).

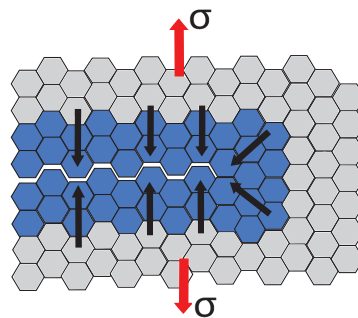
La zircone permet le développement de têtes de petit diamètre qui offrent la meilleure solution face au problème d'usure du polymère (Cales, 1997). Le principal désavantage que présente la zircone, est son instabilité à basse température ou LTD (Low Temperature Degradation en anglais) qui consiste en une transformation de phase  $t \rightarrow m$  accompagnée par une expansion en volume et une augmentation de rugosité.

### 3.2.1 Transformation de phase $t \rightarrow m$

Dans la zircone pure, la transformation de la phase  $t$  vers la phase  $m$  se produit à environ  $950^{\circ}\text{C}$  au refroidissement et est caractérisée par une dilatation volumique de l'ordre de 3 - 4 %. La transformation est réversible et se produit autour de  $1150^{\circ}\text{C}$  au chauffage. Il est possible de maintenir la zircone dans une phase  $t$  métastable qui, sous l'application d'une contrainte, peut se changer en  $m$ . Ce phénomène est schématisé dans la Figure 1.16. L'expansion volumique crée un champ de contraintes de compression qui ralentit la propagation de la fissure (Figure 1.17) : c'est le renforcement par transformation de phase. Au voisinage de la fracture, le mécanisme de transformation de phase permet donc d'améliorer la résistance à la fracture (Gremillard, 2011).



**Figure 1.16** Diagramme contrainte vs déformation montrant la transformation de phase après l'application d'une contrainte (Rösler et al., 2007).



**Figure 1.17** Schéma de renforcement par transformation de phase lors d'une fissure. Grains gris : phase  $t$ , grains bleus : phase  $m$  (Gremillard, 2002).

Cette transformation peut aussi avoir lieu à basse température ou dans un milieu aqueux. Dans ce cas, elle n'est plus un avantage. Ceci est le principal problème concernant les zircons. Depuis 1980 avec le développement de la zircone, certains matériaux ont été proposés comme dopants pour maintenir la phase  $t$ . Parmi ces matériaux on trouve le Ce-TZP (Tetragonal Zirconia Polycrystal) et le Y-TZP (Chevalier, Gremillard, 2009). Le maintien de la phase  $t$  métastable dépend de paramètres comme la poudre initiale, la pureté, la quantité du dopant, la densité, la taille de grain, la rugosité de surface et le procédé de frittage (Clarke, 2006).

Des têtes en zircone explantées montrent une transformation de phase dans les zones usées (Santos *et al.*, 2004). Dans d'autres têtes fémorales explantées aucune transformation n'est observée. Ce phénomène peut être expliqué par le fait que toutes les têtes fémorales n'ont pas la même qualité car les procédés de fabrication peuvent varier d'un fabricant à l'autre, d'où une quantité de zircone transformée très variable.

Fukatsu *et al.* (2009) ont évalué le comportement de têtes de zircone neuves et de têtes explantées de différents fabricants. Les têtes neuves ont subi un vieillissement en autoclave à 121°C, pression 0,1 MPa pendant 10 heures. La transformation de phase a été ensuite étudiée grâce à la spectrométrie Raman. Cette étude a montré que les têtes moins stables *in vitro*, montraient de grandes zones monocliniques *in vivo*. Les zones de zircone transformée avaient également des contraintes résiduelles importantes qui favorisent l'usure. La spectrométrie Raman devrait être utilisée systématiquement pour toutes les zircons avant leur implantation (Fukatsu *et al.*, 2009).

L'alumine est plus fragile que la zircone, mais elle est plus stable chimiquement et ne subit pas le phénomène de vieillissement. Un matériau composite, formé d'une matrice d'alumine renforcée avec des grains de zircone, devrait donc présenter un bon compromis de propriétés pour des applications prothétiques.

### 3.3 Composites alumine - zircone (ZTA)

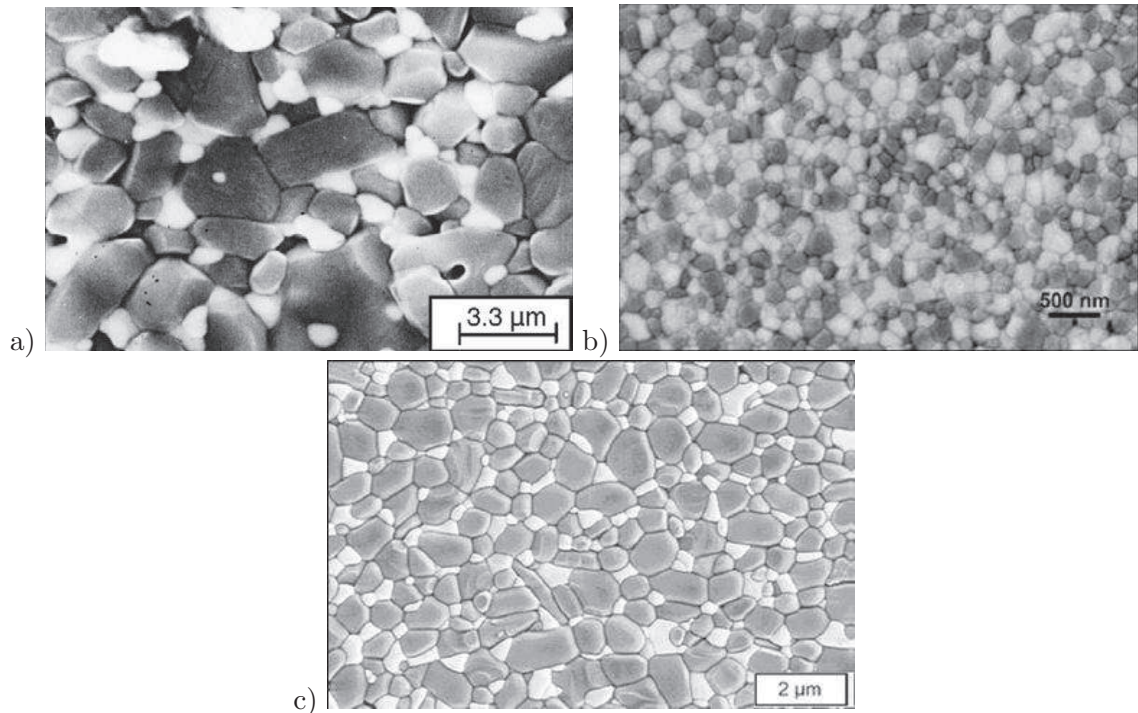
Ce matériau est connu sous l'abréviation ZTA (zirconia toughened alumina). La Figure 1.18 montre trois microstructures différentes pour trois types de composite alumine-zircone. La microstructure est constituée de grains d'alumine et d'une fine distribution, principalement intergranulaire, de particules de zircone nanométriques (Aza *et al.*, 2002).

Les tailles de grains de l'alumine et de la zircone dans un composite sont des paramètres très influents sur les propriétés du matériau. Il est possible de passer des micro-composites aux nano-composites et d'augmenter le seuil d'intensité de contrainte, ce qui fait que le matériau résiste plus aux contraintes de tension avant de présenter une fissure. Le Tableau 1.4 montre les propriétés de certains composites et leurs tailles de grains.

Composite	Grains Alumine $\mu\text{m}$	Grains Zircone $\mu\text{m}$	$K_{IO} \text{MPa}\sqrt{\text{m}}$	Dureté Vickers MPa
A13Z3Y	0,215	0,095	3,16	1971
A12.5Z3Y	1,10	0,6	3,28	1854
A20Z3Y	0,096	0,265	—	1500

**Tableau 1.4** Propriétés de micro et nano-composites d'alumine-zircone.  $AaZbY$ :  $a\%$  de zircone yttrée  $b\%$  (Gutknecht, 2006).

La ZTA a une excellente résistance à la corrosion et à l'usure avec une dureté et une résistance



**Figure 1.18** Microstructures de composites alumine-zircone (grains blancs : zircone, grains gris : alumine) a)  $Al_2O_3$ -10%w  $ZrO_2$  (Szutkowska, Boniecki, 2006) b) nanocomposite 10Ce-TZP/ $Al_2O_3$  (Benzaid, Chevalier, 2008) c) Biolox Delta<sup>®</sup> (Chevalier et al., 2009).

élevées (Chevalier *et al.*, 2007). La dureté d'un composite à matrice d'alumine est également plus élevée que celle d'un composite à base de zircone car l'alumine est plus dure que la zircone, ceci conduisant à une plus grande résistance à l'usure.

Ce matériau composite présente le mécanisme de transformation de phase  $t \rightarrow m$  : il augmente donc la résistance à la fracture mais la résistance à l'usure diminue par rapport à celle de l'alumine. Les tests de vieillissement ont montré qu'il est recommandé d'ajouter au maximum 15-20 % vol de  $ZrO_2$  (appelé seuil de percolation) afin d'éviter la propagation de la transformation de grain en grain et donc le vieillissement de tout le matériau. Les tests d'usure à sec montrent qu'ajouter  $TiO_2$  et  $MnO_2$  à hauteur de 4 % poids à la ZTA contribue à un bas coefficient de frottement (Kumar, Biswas, 2008).

La quantité de phase transformée dépend de la distribution et de la rétention de  $ZrO_2$  tétragonale dans la matrice d'alumine et de sa fraction volumique. La phase  $t$  de la zircone peut être maintenue à température ambiante grâce à un dopage de la zircone avec un oxyde tel que l'oxyde d'yttrium. Certaines techniques de traitement de poudres ont été cherchées afin de fabriquer des nano-céramiques de ZTA (Tahmasebi, Paydar, 2008). Néanmoins, si la quantité de zircone est petite et les grains bien distribués dans la matrice d'alumine, la transformation de phase spontanée d'un grain à l'autre ne se produit pas et il n'est pas nécessaire de doper la zircone avec l'oxyde d'yttrium car la diffusion des molécules d'eau dans la zircone est très

réduite (Chevalier, Gremillard, 2009).

Certains auteurs suggèrent que la ZTA peut présenter le phénomène de vieillissement et d'autres confirment qu'elle ne présente pas de grands changements de phase après de forts traitements thermiques. On peut noter que le taux de phase m (Tableau 1.5) est très variable. Il est influencé par la nature et la teneur du dopant, ainsi que par le procédé de fabrication qui peut varier en fonction du fabricant.

Référence	Matériau	% Phase monoclinique et (Rugosité Ra)	Détail
Fukatsu <i>et al.</i> 2009	zircone	0-5	<i>in vitro</i> 10h autoclave
		7-20 à 90°	<i>ex vivo</i> 2 explants
Chevalier <i>et al.</i> 2004	Y-TZP	20-55	<i>in vitro</i> 20h autoclave
Corfield <i>et al.</i> 2007	zircone	3-66	<i>in vitro</i> 50h autoclave
	ZTA	3-5	
	zircone	40-68	<i>ex vivo</i> 1 explant 12 ans
Haraguchi <i>et al.</i> 2001	zircone	0-30 (6-120nm)	<i>ex vivo</i> 2 explants
Clarke <i>et al.</i> 2009	ZTA	24-29 (113nm)	<i>in vitro</i> simulateur de marche
		32-40 (55-141nm)	<i>ex vivo</i> explants
Caton <i>et al.</i> 2005	zircone	<10 (10nm)	<i>ex vivo</i> explants
Masonis <i>et al.</i> 2004	zircone	21-68	<i>ex vivo</i> 4 explants
Christel <i>et al.</i> 1998	zircone	0-78	<i>ex vivo</i> explants
Stewart <i>et al.</i> 2003b	zircone	35	<i>in vitro</i> simulateur marche + décoaptation (section 5)
Chevalier <i>et al.</i> 2009	ZTA	23 (5nm)	après 10h autoclave

**Tableau 1.5** Quelques cas de transformation de phase de la zircone reportés dans la littérature.

La résistance des céramiques est donné par le “facteur d’intensité de contrainte critique”,  $K_{IC}$ , qui fait référence à la ténacité du matériau (voir Annexes). Pour des applications orthopédiques les composites d’alumine-zircone ont une fiabilité plus grande que les non composites ( $K_{I0}$  et  $K_{IC}$  plus élevés) grâce à la combinaison des avantages des deux. Différentes études ont montré que les composites d’alumine-zircone ou ZTA ont un facteur d’intensité de contrainte  $K_{IC}$  entre 20 et 30% supérieur à celui de l’alumine seule (Szutkowska, Boniecki, 2006; Chevalier, Gremillard, 2009). Le tableau 1.6 et la Figure 1.19 montrent que ce composite a un  $K_{IC}$  et un  $K_{I0}$  supérieurs à ceux de la zircone et une dureté similaire à celle de l’alumine, ce qui fait que la ZTA est un biomatériau prometteur pour les PTH.



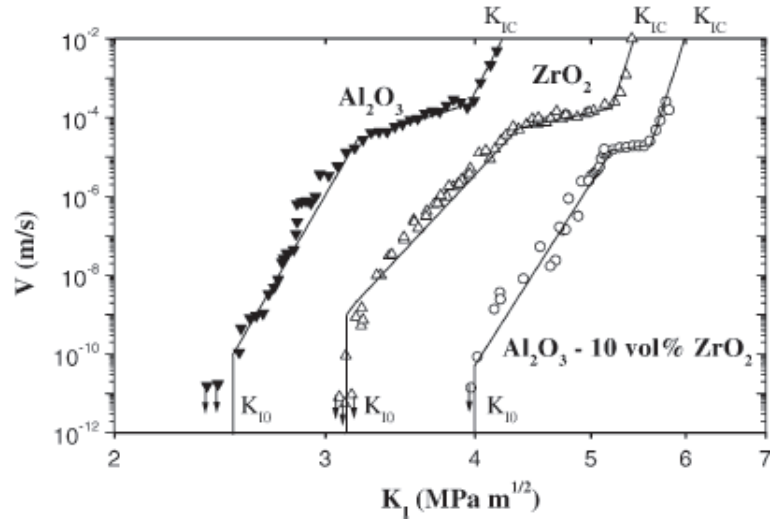


Figure 1.19 Vitesse de croissance de défauts en fonction du facteur d'intensité de contrainte (Aza et al., 2002).

Référence	Matériau	$K_{IC}$ ( $MPa\sqrt{m}$ )	$K_{I0}$ ( $MPa\sqrt{m}$ )	Résistance ( $MPa$ )	Dureté Vickers (HV)
Gutknecht, 2006	A13Z3Y	—	3,16	—	1971
	A12.5Z3Y	—	3,28	—	1854
Ming-qing <i>et al.</i> 2002	1.5Y2Ce-ZrO	7,6	—	570	1012
	3Y-ZrO <sub>2</sub>	6,5	—	950	1150
	12Ce-ZrO <sub>2</sub>	11,2	—	521	968
Chevalier, Gremillard, 2009	Alumine	4,2	2,4	400-600	1800-2000
	Zircone	5,4	3,5	1000	1200-1300
	A10Z0Y	5,8	4,0	700-900	1800
	Mg-PSZ	8,0	6,0	600	1000
	12Ce-TZP	7,8	5,1	700	1000-1100
	ZTA	6,0	5,0	600	1800

Tableau 1.6 Propriétés de certaines céramiques.

## 4 Caractéristiques mécaniques et physico-chimiques

### 4.1 Test de résistance à l'usure

Les tests de résistance à l'usure sont réalisés dans un simulateur de marche. C'est un dispositif qui vise, entre autres, à reproduire le type et la quantité d'usure observés cliniquement. Les simulateurs de marche actuels se différencient entre eux par divers paramètres : nombre de stations, chargement, degrés de liberté, position relative de la tête et la cupule, température contrôlée du lubrifiant. Il a été montré que le type et la quantité d'usure qui se produit en

utilisant des lubrifiants physiologiques s'approchent bien de ceux trouvés *in vivo*, probablement à cause de la lubrification des protéines. À cause de la difficulté d'obtenir du fluide synovial, le sérum bovin est l'option utilisée pour les simulateurs de marche. Le type et la quantité d'usure dépendent du type de protéines présentes dans le lubrifiant et de leur concentration. Le taux d'usure dépend notamment de la concentration en protéines, de la température et du volume du lubrifiant (Liao *et al.*, 2003).

En utilisant des prothèses instrumentées il a été trouvé que la température maximale de la hanche est atteinte après 72 min de marche continue. Néanmoins, il ne suffit pas de maintenir la température du lubrifiant à 37°C pour éviter le réchauffement des surfaces. Il est possible que le fonctionnement continu du simulateur augmente la température des surfaces et du lubrifiant au-delà de la température *in vivo* atteinte par un patient qui a normalement des pauses pendant la marche (Liao *et al.*, 2003).

L'usure *in vivo* peut varier énormément d'un patient à l'autre, même si l'on compare deux prothèses identiques. Les différents facteurs qui peuvent avoir une influence sont : l'activité du patient, le poids, la qualité des os et l'expérience du chirurgien lors de la pose de l'implant. Ce dernier paramètre est difficile à reproduire et à contrôler.

Les simulateurs de marche sont caractérisés par :

1. Position de la tête : le simulateur avec la tête fémorale positionnée au-dessus du cotyle a l'avantage d'une meilleure lubrification. En plus, les seules parties métalliques en contact avec le lubrifiant sont celles de la prothèse. Néanmoins, les éventuels débris d'usure peuvent plus facilement rester entre la tête et la cupule que dans le cas d'un positionnement anatomique, ce qui peut masquer le vrai mécanisme d'usure.
2. Lubrifiant : les surfaces doivent être en contact avec le lubrifiant et enfermés par une enveloppe plastique flexible, afin de réduire l'évaporation ou le changement du sérum. La température doit être maintenue entre 37+/- 2 °C.
3. Degrés de liberté :
  - un axe de rotation : mouvement de flexion/extension
  - deux axes : flexion/extension et abduction/adduction ou rotation interne/externe
  - trois axes : flexion/extension, abduction/adduction et rotation interne/externe

La norme internationale ISO 14242-1 impose trois degrés de liberté (flexion/extension, abduction/adduction, rotation interne/externe) et l'application d'un cycle de force à deux pics d'intensité de 3kN. Les mouvements angulaires sont sinusoidaux (période égale au cycle de marche), entre 25° et -18° pour la flexion/extension, entre 7° et -4° pour l'abduction/adduction et entre 2° et -10° pour la rotation interne/externe (Affatato *et al.*, 2008).

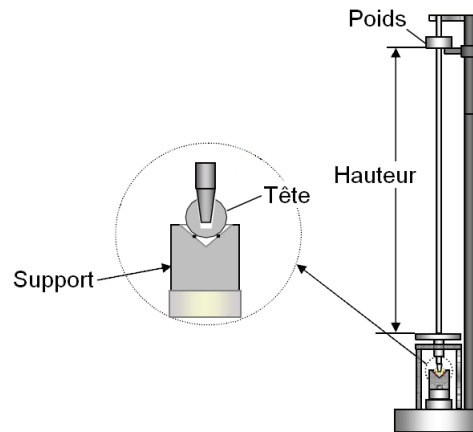
Grâce à l'utilisation du simulateur de marche il a été montré que l'usure de l'UHMWPE contre la zircone peut être 50% inférieure à celle de l'UHMWPE contre des têtes de Co-Cr ou d'alumine. Néanmoins la précipitation des protéines du sérum peut avoir une forte influence pour le cas de la zircone, ce qui peut entraîner une résistance à l'usure apparente (Liao *et al.*,



2003).

## 4.2 Comportement en chocs

Les céramiques sont extrêmement résistantes à l'usure grâce à leur dureté. Néanmoins, elles sont fragiles et peuvent subir des fractures quand elles sont soumises à des chocs. Afin de tester les céramiques en chocs, la norme NF S 90-443 propose un test de chocs qui consiste à lâcher verticalement une masse de 500 g sur la tête fémorale. La masse est lâchée initialement d'une hauteur d'un mètre. La hauteur est incrémentée de 20 cm à chaque fois jusqu'à ce que la tête casse. Cette norme ne prend pas en compte le fait que la tête est inclinée de 45° par rapport à la verticale, que le choc a lieu en solution et que les matériaux prothétiques sont différents. Pour ces motifs, elle ne reproduit que très imparfaitement le mécanisme d'endommagement observé. Un projet plus récent de norme internationale (ISO 11491) reprend les mêmes principes que la norme NF S90-443 (Figure 1.20) avec les mêmes inconvénients.

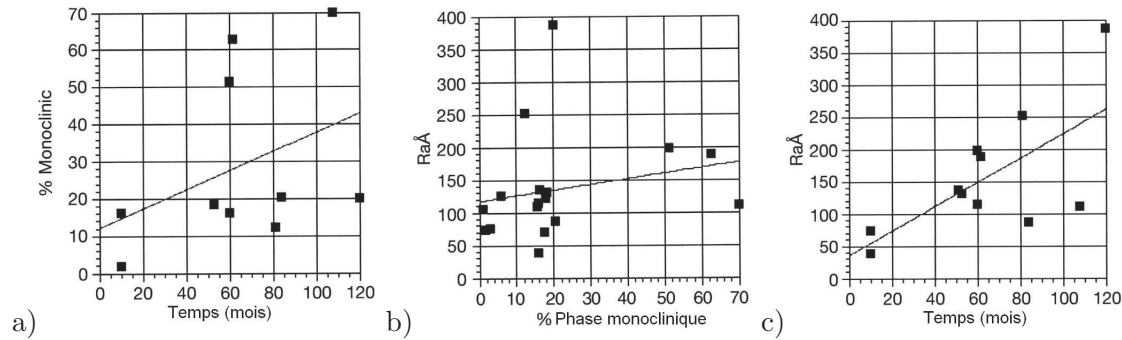


**Figure 1.20** Exemple de dispositif d'essai pour le tests en chocs des céramiques (Projet de norme ISO 11491 : 2007).

## 4.3 Phénomène de vieillissement

Le vieillissement est un phénomène de dégradation à basse température. Cette dégradation a été associée à une augmentation de la rugosité des implants après stérilisation à la vapeur. Le vieillissement des céramiques de zircone est directement lié à la transformation de phase  $t \rightarrow m$  qui est activée thermiquement et accélérée par la présence d'eau (Chevalier *et al.*, 2007). Cette transformation de surface peut engendrer des décohésions de grains, augmenter la rugosité, diminuer la dureté et créer des microfissures, conduisant à une usure accélérée du matériau (Aza *et al.*, 2002; Chevalier, 2006).

Le durée d'utilisation de l'implant dans le corps a aussi un très grand impact sur le vieillissement. Ainsi, le pourcentage de phase  $m$  augmente avec le temps, conduisant finalement à une surface plus rugueuse. La Figure 1.21 montre les résultats d'une étude menée afin de mettre en évidence ce phénomène (Santos *et al.*, 2004).



**Figure 1.21** Effet du temps d'implantation sur la rugosité et le pourcentage de phase *m* a) Pourcentage de phase *m* versus temps d'implantation. Résultat de diffraction des rayons X. b) Corrélation de la rugosité avec le pourcentage de phase *m*. c) Rugosité en fonction du temps d'implantation (Santos et al., 2004).

Étant donné que le vieillissement se produit à la surface des matériaux, il faut étudier le type et le niveau des contraintes résiduelles en surface. Bien que le paramètre de rugosité  $R_a$  donne un indice de l'état d'un matériau, ce paramètre n'est pas le seul à devoir être pris en compte pour étudier et améliorer la stabilité des prothèses : le processus de polissage a, par exemple, une grande influence sur le vieillissement. Ainsi, sont des facteurs responsables du vieillissement de la zircone : la taille de grain, la cohésion intergranulaire et les contraintes résiduelles.

En 2001, environ 400 têtes de zircone ont cassé *in vivo*. L'origine du problème a été associée à un vieillissement accéléré. Les 400 têtes cassées ont montré que la norme ISO 13356 devait être modifiée afin de prendre en compte le vieillissement et éviter ce type de problème (Chevalier et al., 2007) .

Bien que le vieillissement soit un phénomène que subissent les prothèses *in vivo*, il est possible de reproduire ce phénomène *in vitro*. Ainsi il a été montré que 1 heure d'autoclave à 134°C et 2 bars de pression correspond à 1 an *in vivo*. Les tests accélérés peuvent prédire le comportement *in vivo* de la zircone et pourraient être utilisés comme contrôle de qualité avant la commercialisation (Deville et al., 2006; Chevalier et al., 2007).

La norme ISO 13356 ne donne actuellement aucune recommandation concernant le vieillissement. Chevalier (2006) propose quelques modifications à cette norme. Un test de vieillissement accéléré devrait être effectué à 134°C, 2 bars pendant 5 heures. Après cette période, la variation du taux de phase *m* devrait être inférieur à 10% et le taux de phase *m* total ne devrait pas excéder 20% (Chevalier, 2006). Les différentes étapes du procédé de fabrication, énumérées dans le Tableau 1.7, peuvent aussi avoir une influence sur l'état du matériau avant l'implantation.

Les composites alumine-zircone avec des tailles de grain micrométriques sont actuellement

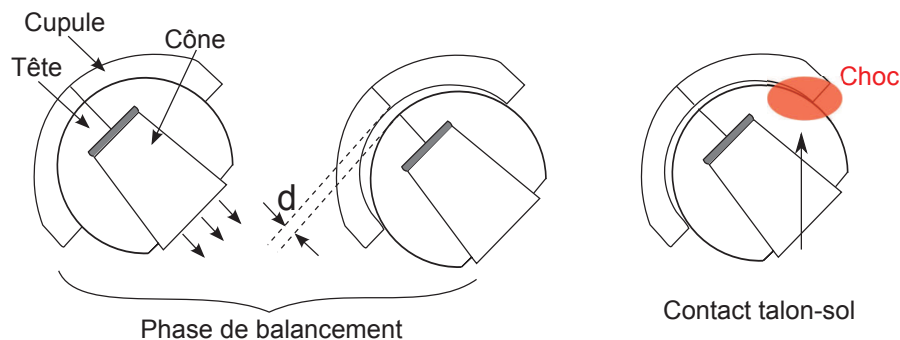
Procédé	Effet possible sur la microstructure et le vieillissement
Poudre initiale	Quantité d'yttrium et distribution
Compactage	Distribution des pores et porosité finale
Durée et température du frittage	Densité, taille de grain, quantité de phase cubique
Vitesse de refroidissement après frittage	Contraintes résiduelles
Pressage isostatique	Densité, augmentation des lacunes d'oxygène, contraintes résiduelles
Blanchissement	Diminution des lacunes d'oxygène, modification des contraintes résiduelles
Usinage	Rugosité de surface, contraintes résiduelles, quantité de phase m initiale

**Tableau 1.7** Effet des différentes étapes de la fabrication des prothèses sur le vieillissement d'après Chevalier 2006.

étudiés pour être implantés grâce à leurs propriétés mécaniques et leur résistance au vieillissement (Aza *et al.*, 2002; Deville *et al.*, 2003). Chevalier *et al.* (2005) ont développé un composite avec des grains d'alumine micrométriques et des grains de zircone nanométriques. Le cas le plus favorable a été obtenu pour 1,7 vol.% de grains de zircone à l'intérieur des grains d'alumine. Les tests sur simulateur de marche confirment une excellente résistance à l'usure comparable à celle du couple alumine-alumine (Chevalier *et al.*, 2011).

## 5 Phénomène de décoaptation

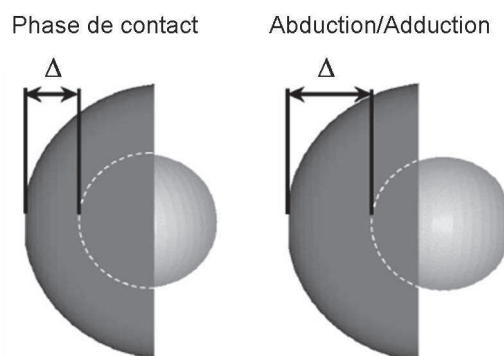
Dans une articulation saine, la tête fémorale est maintenue dans l'acetabulum grâce à des structures telles que la capsule, les ligaments rond, iliofémoral, ischiofémoral et pubofémoral (Figure 1.1, dans la section 1.1). Pendant l'arthroplastie, le ligament de la tête du fémur (ou ligament rond) et la capsule articulaire sont enlevés. La stabilité de la hanche est ainsi fortement modifiée. Cette séparation entre les composants fémoraux de la PTH, sera appelée "décoaptation" par la suite. La Figure 1.22 schématise le phénomène.



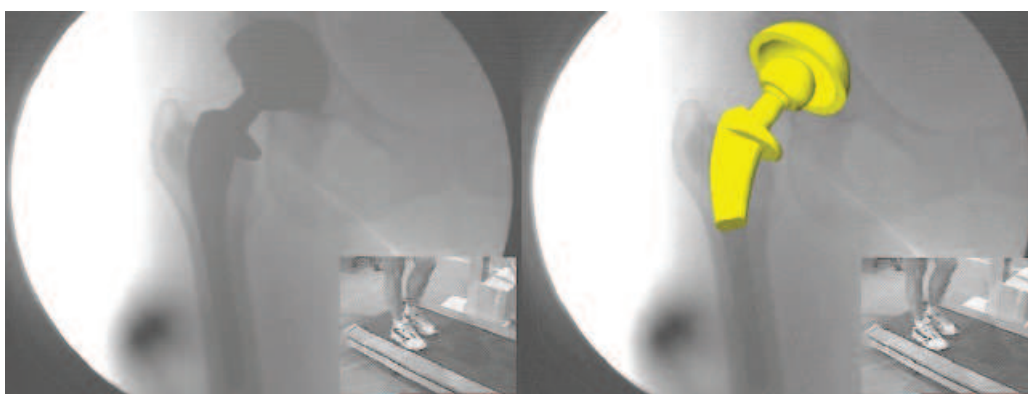
**Figure 1.22** Schéma de décoaptation (Hausselle *et al.*, 2008).

## 5.1 Évidence *in vivo*

Différentes études ont montré l'évidence d'une séparation entre la tête et la cupule pendant la marche ou l'abduction/adduction en utilisant la vidéofluoroscopie *in vivo*. A partir des vidéos, une reconstruction 3D est faite. Ensuite, la distance entre les centres de la tête et la cupule est mesurée (Figures 1.23 et 1.24). Les valeurs trouvées par cette méthode sont résumées dans le tableau 1.8.



**Figure 1.23** Détermination de la distance entre les centres de la tête et de la cupule. (Dennis et al., 2001)



**Figure 1.24** Patient sur un tapis roulant. Étude réalisée par Dennis et al. (2000) pour un couple métal/métal en utilisant la fluoroscopie. À gauche l'image vidéo et à droite, la reconstruction 3D.

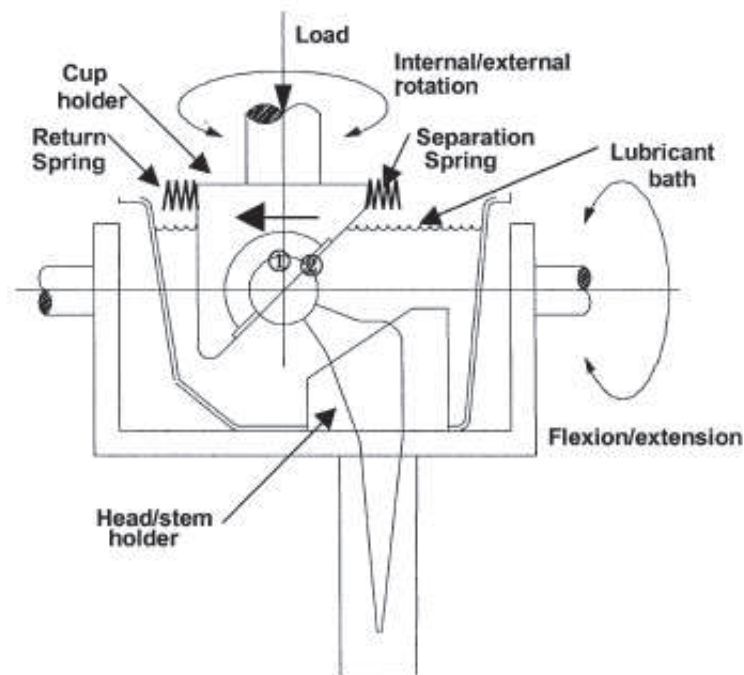
## 5.2 Volume d'usure

Jusqu'à récemment, le simulateur de marche classique ne reproduisait pas bien les taux d'usure observés cliniquement sur les céramiques. Sans décoaptation les volumes d'usure sont extrêmement faibles pour les couples céramique/céramique en alumine (de l'ordre de  $0,1\text{mm}^3$ /million de cycles). Ce volume d'usure est très éloigné de celui trouvé *in vivo* de l'ordre de  $1\text{-}5\text{mm}^3$ /an (un million de cycles équivalant environ à un an de fonctionnement) (Blunt et al., 2009; Essner et al., 2005).

Référence	Décoaptation (mm)	Matériaux	Étude
Dennis <i>et al.</i> (2000)	0,4	métal/métal	marche
	2,0	métal/polyéthylène	marche
Komistek <i>et al.</i> (2000)	0,3	alumine/alumine	marche / abduction
Lombardi <i>et al.</i> (2000)	1,2	métal/polyéthylène	marche
	2,4	métal/polyéthylène	abduction/adduction

**Tableau 1.8** Valeurs de décoaptation mesurées *in vivo* et reportées dans la littérature.

Avec l'introduction de la décoaptation de la tête, il est possible maintenant de mieux reproduire *in vitro* les taux d'usure observés *in vivo* (Tipper *et al.*, 2002). Nevelos *et al.* (2000) ont effectué des tests sur un simulateur de marche avec décoaptation de 0,8 mm (Figure 1.25). Une force de 400N est appliquée latéralement avec un ressort. Pour reproduire la phase de balancement, la force est diminuée à <200N ce qui permet la séparation de la tête. Un couple alumine/alumine a été testé pendant 800000 cycles avec décoaptation, utilisant du sérum bovin dilué (25% v/v) et un pic de force de 1,5 kN. Pour ce couple, un volume d'usure de 1,7 mm<sup>3</sup>/million de cycles a été obtenu (Nevelos *et al.*, 2000).



**Figure 1.25** Simulateur de marche avec décoaptation (Stewart *et al.*, 2003b).

Afin de pouvoir comparer avec une alumine testée sans décoaptation, deux tests ont été réalisés avec deux types d'alumine : alumine HIPed (Hot isostatic pressing) et non HIPed testées dans un simulateur standard et un simulateur avec décoaptation (Tipper *et al.*, 2002). Les volumes d'usure sont clairement plus faibles pour les tests en simulateur de marche classique.

Ainsi dans le simulateur standard, un volume d'usure de  $0,1 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  a été mesuré pour les deux alumines. Avec décoaptation, des volumes d'usure entre  $1,24$  (HIPed) et  $1,74 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  (non-HIPed) ont été atteints. Un autre paramètre, la rugosité, a démontré que les tests avec décoaptation dégradent davantage les prothèses. La rugosité de la surface augmente pour les tests en décoaptation et des bandes d'usure sont observées sur la tête. Sur ce même type de simulateur avec décoaptation, d'autres tests ont été effectués sur d'autres couples céramique/céramique : zirconium/alumine, ZTA/ZTA et ZTA/alumine avec des valeurs de décoaptation variables entre  $0,2$  et  $0,5 \text{ mm}$  (Stewart *et al.*, 2003a,b). Les couples ZTA/ZTA et ZTA/alumine ont été testés pendant 5 millions de cycles. Le volume d'usure moyen pour les têtes alumine-zirconium contre cupules en alumine est supérieur à celui du couple ZTA/ZTA :  $0,51 \text{ mm}^3$  et  $0,12 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  respectivement. Quant aux couples alumine/alumine le volume d'usure peut augmenter de  $0,1 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  à  $0,2$  et  $1,84 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  sous conditions de décoaptations modérée et sévère.

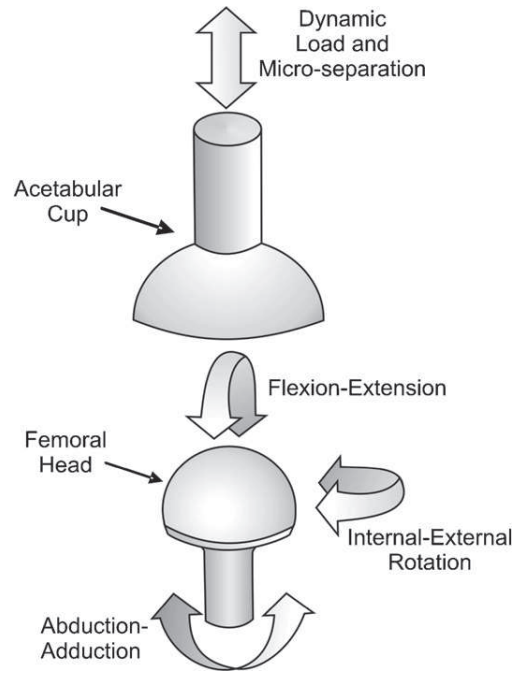
Une autre étude (Stewart *et al.*, 2000) a montré que les composites d'alumine-zirconium (ZTA) s'usent 30 fois plus quand ils sont testés dans des conditions de décoaptation, avec un volume d'usure de  $1 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  pendant le premier million de cycles et la formation de la bande d'usure, et  $0,2 \text{ mm}^3/\text{million de cycles}$  pour le deuxième million de cycles. La rugosité, elle aussi, augmente de  $10 \text{ nm}$  pour les matériaux testés sans décoaptation à  $50 \text{ nm}$  dans la bande d'usure pour les têtes testées avec décoaptation.

Un autre dispositif pour l'étude de la décoaptation a été conçu par Saenz *et al.* (2007), Figure 1.26. Ce dispositif permet de reproduire un cycle de jogging à une fréquence de  $1,4 \text{ Hz}$ . Les tests peuvent être réalisés en solution. Les mouvements ont des amplitudes  $\pm 23^\circ$  pour la flexion-extension,  $\pm 23^\circ$  pour l'abduction-adduction et  $\pm 7,5^\circ$  pour la rotation interne-externe.

Tous les tests en décoaptation confirment que les volumes d'usure sont plus importants quand les matériaux sont testés en décoaptation qu'en simple frottement. Il a été aussi montré que la taille et la forme des débris varient en fonction de la décoaptation.

### 5.3 Débris d'usure

L'influence de la décoaptation sur la taille des débris d'alumine a été étudiée grâce au simulateur de marche modifié (Figure 1.25). Pour les tests en simulateur standard (Tipper *et al.*, 2002), des particules nanométriques ont été observées au microscope électronique à transmission (MET), entre  $2$  et  $27,5 \text{ nm}$ , alors que les alumines testées en décoaptation produisent des débris plus gros, entre  $0,02$  à  $1 \text{ }\mu\text{m}$  par MET, jusqu'à  $0,05$  et  $10 \text{ }\mu\text{m}$  par microscopie électronique à balayage (MEB). Concernant les composites de matrice alumine (ZTA), des débris d'usure entre  $10$  et  $20 \text{ nm}$  et quelques particules jusqu'à  $3 \text{ }\mu\text{m}$  ont été observés (Stewart *et al.*, 2003a). La taille des débris sans décoaptation de l'ordre de  $10 \text{ nm}$  peut atteindre plus de  $100 \text{ nm}$  pour les tests avec décoaptation d'après une étude de Stewart *et al.* (2000) .



**Figure 1.26** Dispositif de tests de prothèses de hanche avec décoaptation (Saenz et al., 2007).

Hatton *et al.* (2002) ont étudié la taille des débris d'alumine *in vivo* dans le tissu environnant pour une prothèse alumine/alumine. La taille de débris varie entre 0,05 et 3,2 mm. Les différents tests sur les couples céramiques/céramique sont présentés dans le Tableau 1.9.

Référence	Couple	Volume d'usure mm <sup>3</sup> /10 <sup>6</sup> cycles	Taille de débris (nm)	Décoaptation (mm)
Nevelos <i>et al.</i> 2000	alumine/alumine	1,2-1,7	—	0,8
Stewart <i>et al.</i> 2003b	zircone/alumine	0,2 - 1,84	—	0,2 - 0,5
Stewart <i>et al.</i> 2003a	ZTA/ZTA	0,16	10 - 20	—
	ZTA/alumine	0,61	10 - 20	—
	alumine/alumine	1,84	—	—
Stewart <i>et al.</i> 2000	têtes ZTA	0,2-1	>100	0,4

**Tableau 1.9** Volumes d'usure et taille des débris pour différents couples testés avec décoaptation.

## 5.4 “Squeaking”

Un autre problème lié à la décoaptation reporté dans la littérature (Tableau 1.10) est le “squeaking” ou grincement. Il s'agit d'un phénomène de vibration audible qui concerne les couples dur-dur, comme les couples métal/métal et céramique/céramique (Chevillotte *et al.*, 2010).

Référence	Incidence
Capello <i>et al.</i> 2008	3 sur 380 (0,8%)
Lusty <i>et al.</i> 2007	1 sur 301 (0,3%)
Walter <i>et al.</i> 2007	17 sur 2716 (0,6%)
Jarrett <i>et al.</i> 2007	31 sur 159 (19,5%)
Keurentjes <i>et al.</i> 2008	9 sur 43 (20,9%)

**Tableau 1.10** *Quelques cas de squeaking reportés dans la littérature.*

D'après une étude de Taylor *et al.* (2007), la laxité articulaire aurait une influence sur la décoaptation, ce qui pourrait ensuite entraîner la formation des bandes d'usure et le "squeaking" reporté, rarement, dans la littérature. Il serait aussi possible que le "squeaking" soit une combinaison de facteurs tels que le couple de frottement, une mauvaise lubrification, le type de patient (patients jeunes, grands et en surpoids), le type d'activité et l'amplitude des mouvements et/ou des facteurs chirurgicaux (Walter *et al.*, 2006, 2007; Capello *et al.*, 2008).



## Résumé

La résistance à l'usure étant un des principaux inconvénients des premiers matériaux utilisés, a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche grâce auxquels de grands progrès ont été faits depuis les années 60.

Le choix de matériaux pour la tête et la cupule est large : métal/polyéthylène implanté depuis plusieurs années, métal/métal, céramique/céramique et céramique/polyéthylène et récemment céramique/métal. Le couple alumine/alumine a l'avantage d'être très résistant à l'usure et d'avoir une excellente biocompatibilité. Cependant ce matériau peut être fragile et casser. Quelques fractures reportées dans la littérature confirment ce problème.

La science des matériaux et les procédés de fabrication ont permis de développer de nouveaux matériaux composites possédant une matrice d'alumine avec quelques grains de zircone qui renforcent la structure. Ce matériau présente les avantages de l'alumine seule ainsi que le phénomène de transformation de phase de la zircone. Le succès de la prothèse dépend principalement de la résistance des matériaux mais aussi des conditions du patient (âge, activité, état des muscles et tissus environnants) et de la technique chirurgicale.

Les études en biomécanique ont montré que la force d'impact au niveau de la hanche peut atteindre plus de 3 fois le poids du corps dans des conditions d'utilisation normales. Cependant, les PTH sont soumises à des chocs avec des forces plus importantes de l'ordre de 6 fois le poids du corps suite à une légère séparation entre la tête et la cupule. Cette séparation appelée décoaptation joue un rôle très important dans la dégradation des implants : apparition des bandes d'usure, instabilité et perte de la prothèse. Le but de ce travail est donc de comprendre les mécanismes de dégradation des céramiques en chocs testées dans un dispositif conçu uniquement pour l'étude de ce phénomène : la machine de chocs.

Nous étudions les deux types de céramiques implantées actuellement, l'alumine et les composites alumine-zircone.

# CHAPITRE II

## MÉTHODES EXPÉRIMENTALES

*Dans ce chapitre, le dispositif utilisé pour tester les prothèses en chocs est présenté. Les conditions des tests et les techniques de caractérisation de matériaux qui serviront à étudier la dégradation des matériaux après essais sont détaillées.*

### 1 Machine de chocs et essais

#### 1.1 Machine de chocs

##### 1.1.1 Description

La machine de chocs est un dispositif conçu dans le but de tester les PTH soumises aux chocs uniquement. Fabriquée par la société Quiri (Strasbourg), elle est constituée de trois parties : le groupe hydraulique, le banc de test et la console de pilotage. Le groupe hydraulique inclut un réservoir d'huile de 200 L et une pompe immergée permettant de fournir au vérin l'huile sous pression. La température de l'huile, entre 30 °C à 70 °C dans le réservoir, est réglée par un système de refroidissement à eau (Hauselle, 2007). La machine est constituée d'un vérin force ou vertical, suivant l'axe y et d'un vérin angle ou horizontal, suivant l'axe x (Figure 2.1). Le vérin force permet d'appliquer une force verticale à la tête entre 0 et 10 kN. La durée pendant laquelle ces contraintes sont imposées peut varier entre 20 et 100 ms. Le vérin angle permet de tourner la cupule entre -5° et +5°. La fréquence du cycle de force (nombre de chocs par seconde) est variable entre 0,1 et 50 Hz.

Les essais peuvent se dérouler à sec ou en solution. Pour les essais en solution, un système a été spécifiquement conçu. Il consiste en un réservoir de sérum bovin positionné verticalement sur le support de la cupule. Une enveloppe de silicone autour de la tête et de la cupule permet

d'assurer la présence de liquide pendant la durée de l'essai (Figure 2.2). L'ensemble tête-cupule est incliné à  $45^\circ$  pour respecter les conditions anatomiques standards. La cupule est impactée dans un métal-back qui est ensuite cimenté au support en acier (Figures 2.3 et 2.4).

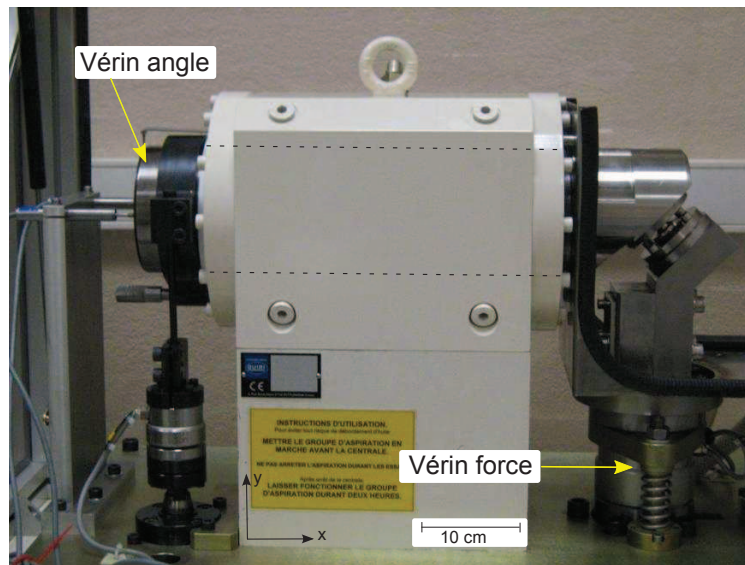


Figure 2.1 *Vue latérale de la machine de chocs.*

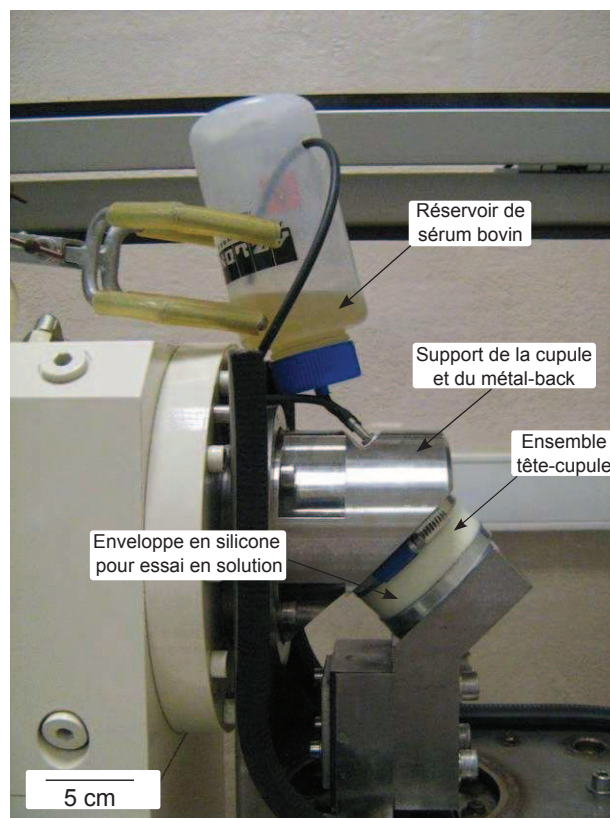
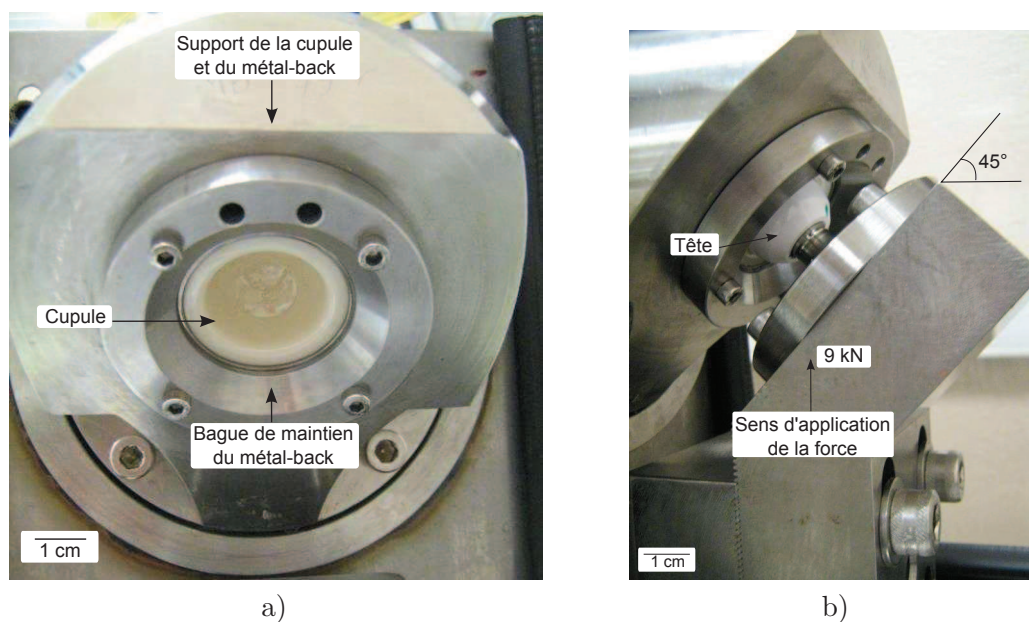
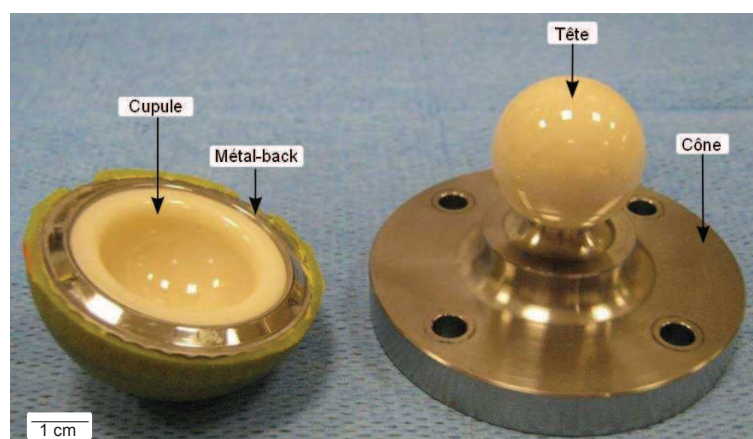


Figure 2.2 *Dispositif pour les essais en solution.*



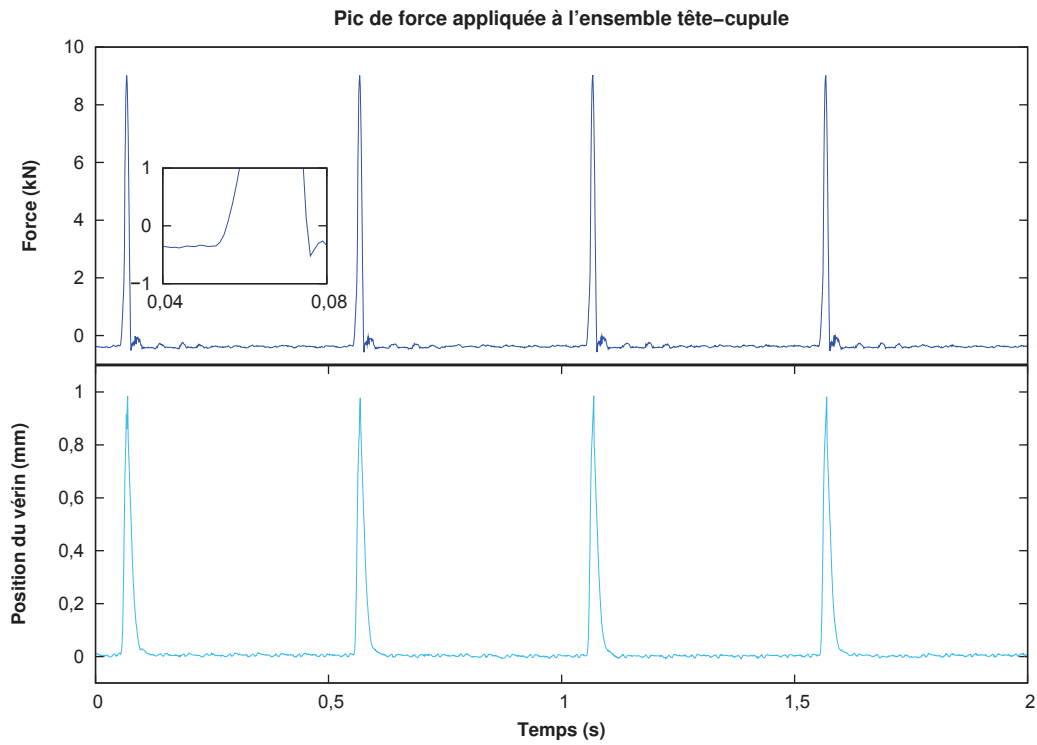
**Figure 2.3** Différentes parties de la machine de chocs, a) support de la cupule et du métal-back en acier et b) vue de l'ensemble.



**Figure 2.4** Matériel de test : tête céramique sur un cône en Ti-6Al-4V et cupule céramique dans le métal-back.

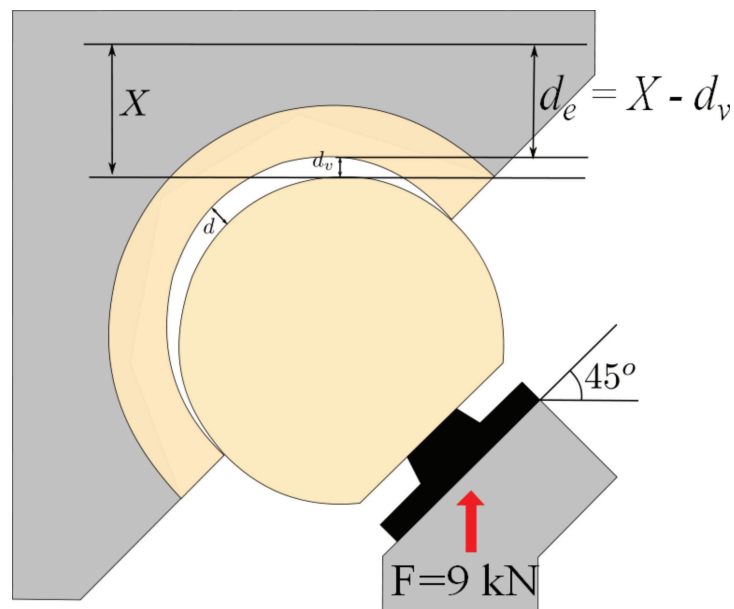
### 1.1.2 Qualification

Dans le but de valider les valeurs de force et position affichées par l'oscilloscope de la machine de chocs, une qualification de la machine a été réalisée. Trois types de signaux de force ont été utilisés : sinus, triangle et marche, le signal de marche étant défini comme un pic de force d'une durée de 26 ms (Figure 2.5).



**Figure 2.5** Pic de force : durée 26 ms, amplitude 9 kN, fréquence 2 Hz.

Plusieurs valeurs de décoaptation sont testées. Pour chaque valeur de décoaptation, un déplacement “X” est imposé à la tête (Figure 2.6).



**Figure 2.6** Schéma : décoaptation et pilotage en déplacement.

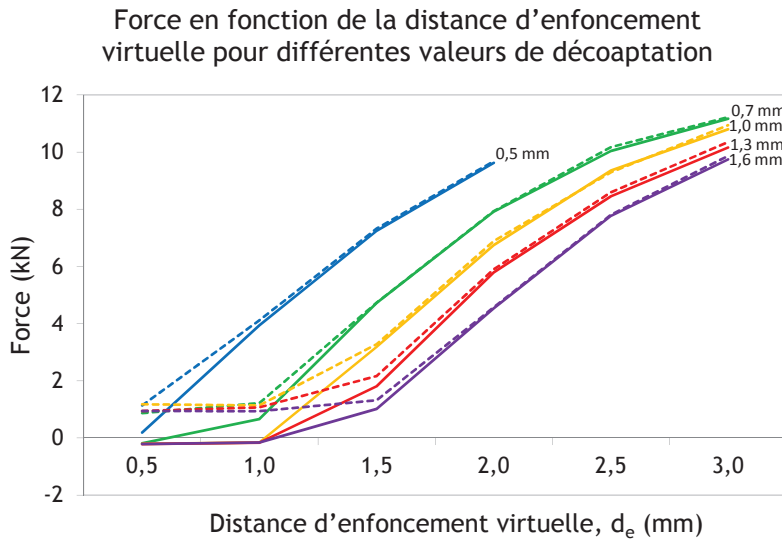
La force commence à être appliquée à partir du moment où un contact se fait entre la tête et la

cupule. Ainsi, une amplitude  $X > dv$  doit être imposée à la tête pour avoir une force supérieure à zéro. La distance  $X-dv$  est une distance d'enfoncement virtuelle de la tête dans la cupule, appelée  $d_e$ . Plusieurs valeurs de  $d_e$  ont été imposées. Les types de signaux utilisés pour chaque configuration de  $d$  et  $d_e$  sont résumés dans le Tableau 2.1. La fréquence pour tous les signaux est de 2 Hz.

		Distance $d_e$ (mm)									
		0,5	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0
Décoaptation $d$ (mm)	0	xo	xo								
	0,75	xo	xo	o	o	o	o				
	1,0	xo	xo	xo	o	o	o	o			
	1,3	xo	xo	xo	o	o	o	o	o	o	
	1,6	xo	xo	xo	o	o	o	o	o	o	o

**Tableau 2.1** Types de signaux étudiés pour chaque configuration de décoaptation et de distance “ $d_e$ ” imposée. “x” correspond aux signaux sinus et triangle et “o” au signal de marche.

Le signal à la sortie des capteurs de force est enregistré pendant 10 secondes avec une carte d’acquisition National Instruments (NI USB-6221 M Series DAQ) à une fréquence de 4 kHz. Ce signal est ensuite comparé avec celui enregistré par l’oscilloscope de la machine à une fréquence de 1 kHz. Les résultats sont montrés dans la Figure 2.7 et le Tableau 2.2. On observe que les écarts sont faibles pour les forces supérieures à 4 kN. Pour des forces inférieures à 4 kN, l’oscilloscope du logiciel Quiri affiche une force beaucoup plus faible que celle enregistrée avec la carte d’acquisition.



**Figure 2.7** Force dans l’ensemble tête-cupule pour différentes valeurs de décoaptation. Trait continu : force affichée par le logiciel de la machine. Trait pointillé : force enregistrée avec la carte d’acquisition.

A partir de la Figure 2.7, une relation entre la force  $F$  (kN) et la distance  $d_e$  (mm) est établie



Décoaptation (mm)	Pente de la zone linéaire (kN.mm <sup>-1</sup> )		% Erreur $\frac{Ni\_Daq-Machine}{Ni\_Daq} \times 100\%$
	Machine 'Quiri'	Ni-Daq	
0,0	6,3	5,8	9,6
0,7	4,3	4,3	1,2
1,0	5,1	5,1	0,3
1,3	5,5	5,4	1,8
1,6	5,9	5,8	1,9

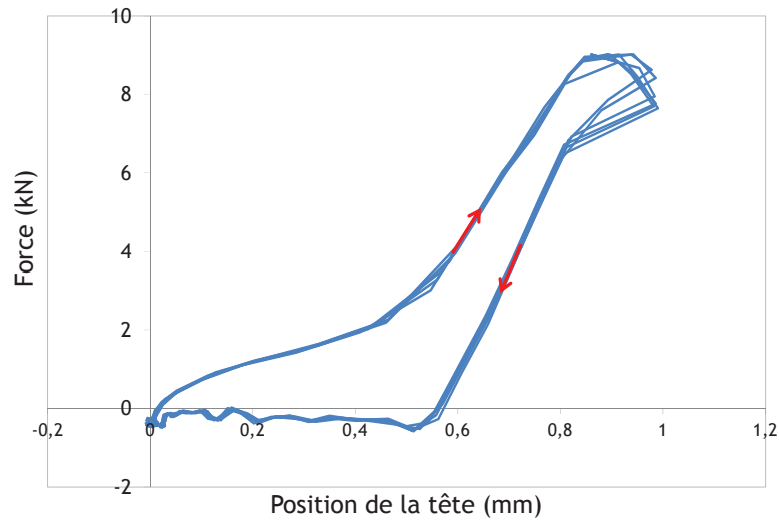
**Tableau 2.2** Comparaison du signal enregistré avec la carte d'acquisition et le signal affiché par l'oscilloscope de la machine.

pour une décoaptation de 1,3 mm :

$$d_e = 0,18 * F + 1,15 \quad (\text{II.1})$$

A partir de l'équation II.1, pour atteindre une force de 9 kN, la valeur de  $d_e$  nécessaire est de 2,77 mm. Cette valeur sera utilisée par la suite pour tous les essais en chocs.

Pendant le choc une partie de l'énergie est dissipée. La surface intérieure du cycle d'hystérésis de la Figure 2.8 correspond à l'énergie utilisée pour parcourir le cycle. D'une façon générale, le cycle d'application de la force se fait d'une manière régulière.

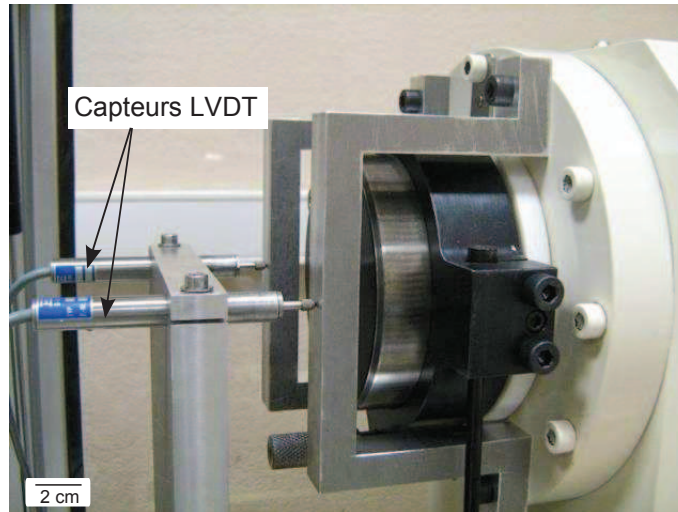


**Figure 2.8** Cycle d'hystérésis. Force (kN) vs position de la tête (mm) pour 6 cycles d'application de la force.

### 1.1.3 Caractérisation du mouvement de la cupule après le choc

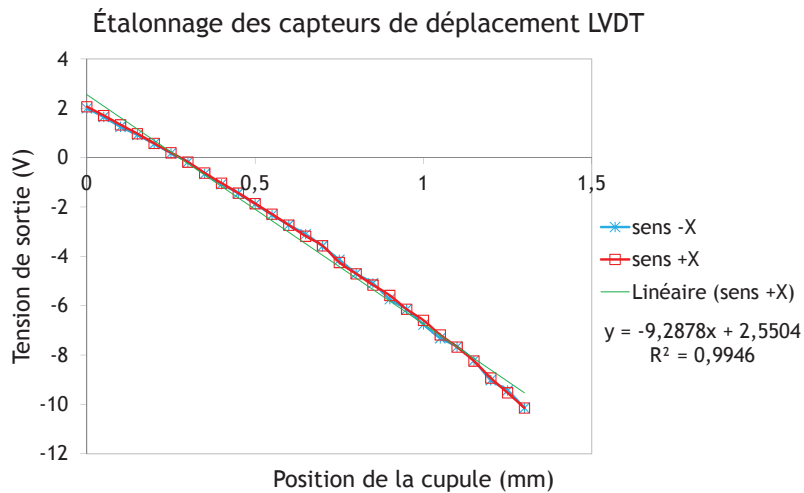
Comme il a été décrit précédemment, le vérin angle a un degré de liberté dans la direction x. La cupule étant cimentée dans ce support, le mouvement du vérin horizontal décrit le

mouvement de la cupule. Afin de caractériser la réponse de la cupule après le choc, deux capteurs de déplacement ou LVDT (linear variable differential transformer) ont été installés à l'extrémité du vérin horizontal (W5TK HBM, plage de fonctionnement :  $\pm 5$  mm). La Figure 2.9 montre une photo de la disposition des capteurs.



**Figure 2.9** Capteurs de déplacement (LVDT) implémentés pour mesurer la réponse élastique de la cupule après le choc.

Afin de déterminer la plage de fonctionnement et le rapport tension de sortie/déplacement, un étalonnage des capteurs a été réalisé. La Figure 2.10 montre la droite d'étalonnage.



**Figure 2.10** Étalonnage des capteurs LVDT.

La tension de sortie a été mesurée dans les deux sens, poussée (sens -x) et relâchement du capteur (sens +x). Aucune différence entre le sens “aller” et “retour” n’est observée. Ainsi, l’équation qui permet de connaître le déplacement en x, est :



$$T = -9,26x + 2,51 \quad (\text{II.2})$$

avec  $T$  la tension de sortie en volts, et  $x$  la position de la cupule en mm.

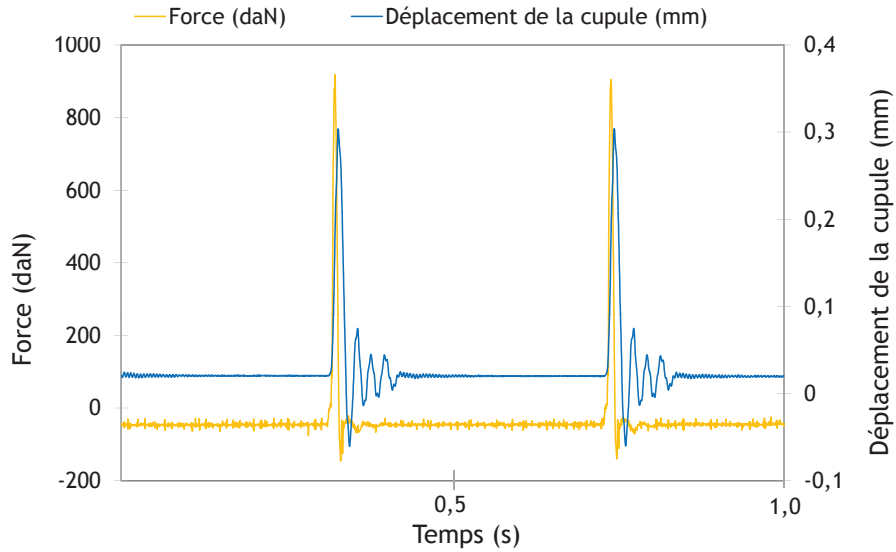
Après la phase d'étalonnage, le signal des capteurs pendant un essai de chocs a été enregistré avec LabVIEW® et traité avec Matlab®. Trois types de signaux ont été étudiés : sinus, carré et signal de marche. Pour chaque signal, deux cas ont été considérés : sans décoaptation et avec une décoaptation de 1,3 mm. La force étant variable : 4, 6, 8 et 9 kN (Tableau 2.3).

Signal	Force (kN)	Fréquence	Décoaptation	Nombre de répétitions	
Sinus	4	2 Hz	0 mm	3	
	6			3	
	8			3	
	9			3	
Carré	4			3	
	6			3	
	8			3	
	9			3	
Marche	4		3		
	6		3		
	8		3		
	9		3		
Sinus	4		1,3 mm	3	
	6			3	
	8			3	
	9			3	
Carré	4	3			
	6	3			
	8	3			
	9	3			
Marche	4	3			
	6	3			
	8	3			
	9	3			
				Total	72

**Tableau 2.3** Types de signaux utilisés pour caractériser le mouvement de la cupule après le choc.

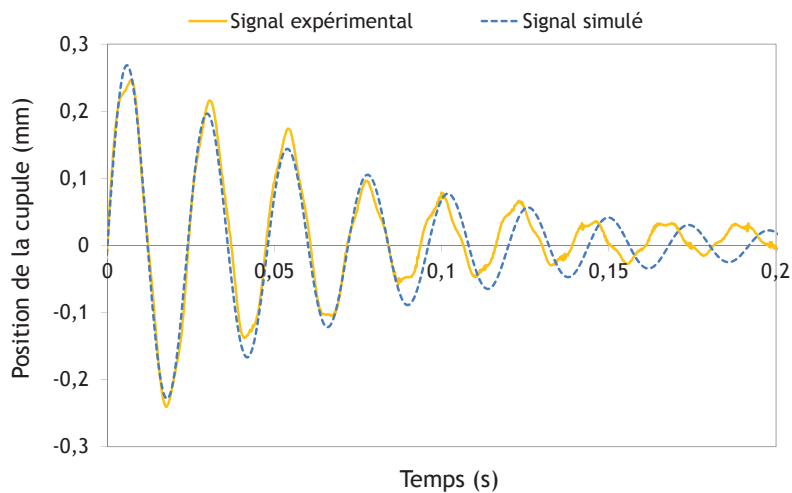
Un exemple du signal enregistré pour une décoaptation de 1,3 mm avec un signal de marche est présenté Figure 2.11. Après le choc, la cupule se déplace dans les sens des  $x$  positifs. Ensuite, des rebonds apparaissent.

La modélisation du mouvement de la cupule a été faite pour un signal carré avec une décoaptation de 1,3 mm. Le signal enregistré pendant le choc ainsi que le signal simulé sont



**Figure 2.11** Cycle de force et réponse de la cupule après le choc.

présentés dans la Figure 2.12.



**Figure 2.12** Réponse visco-élastique de la cupule après le choc pour un signal carré, une décoaptation de 1,3 mm et une force de 9 kN.

Le système se comporte comme un oscillateur amorti. Ce mouvement est décrit par une équation différentielle linéaire de second ordre à coefficients constants :

$$\frac{d^2x}{dt^2} + 2\lambda \frac{dx}{dt} + \omega_0^2 x = 0 \quad (\text{II.3})$$

où  $x$  est le déplacement de la cupule selon l'axe  $x$ ,  $\lambda$  est le coefficient d'amortissement et  $\omega_0$  est la pulsation propre du système.

Pour une masse  $m$ , la constante élastique  $k$  et le coefficient  $c$  sont définis par :

$$k = \omega_0^2 m \quad (\text{II.4})$$

et

$$c = 2\lambda m \quad (\text{II.5})$$

La solution de l'équation différentielle II.3 est donnée par :

$$f(t) = A \sin(\omega_1 t) e^{-\lambda t} \quad (\text{II.6})$$

avec  $\omega_1$  la pseudo-pulsation, donnée par :

$$\omega_1 = \sqrt{\omega_0^2 - \lambda^2} \quad (\text{II.7})$$

La réponse de la cupule est identique pour tous les signaux analysés (signal de marche, sinus et carré). Pour la modélisation, le signal carré est choisi. Les paramètres,  $A$ ,  $\lambda$  et  $\omega_1$  sont obtenus :

$$A = (0,65 \pm 0,02) mm \quad (\text{II.8})$$

$$\lambda = (13,21 \pm 0,01) Hz \quad (\text{II.9})$$

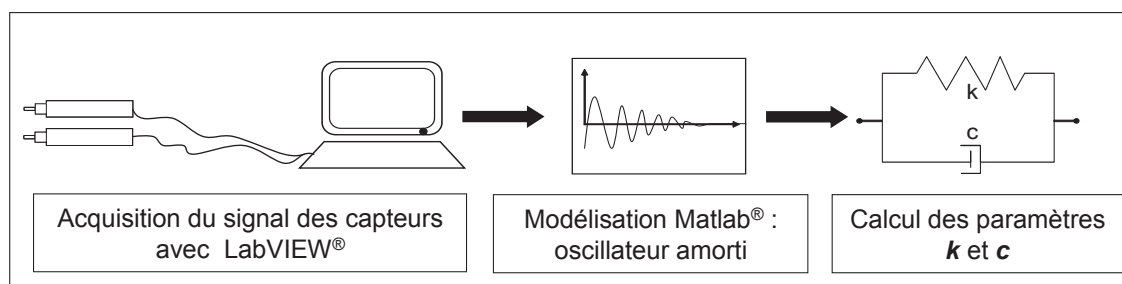
$$\omega_1 = (262,00 \pm 0,01) rad.s^{-1} \quad (\text{II.10})$$

Finalement, les paramètres  $k$  et  $c$  sont calculés pour la masse du vérin angle de  $m=45$  kg

$$k = 3,1 \cdot 10^6 N.m^{-1} \quad (\text{II.11})$$

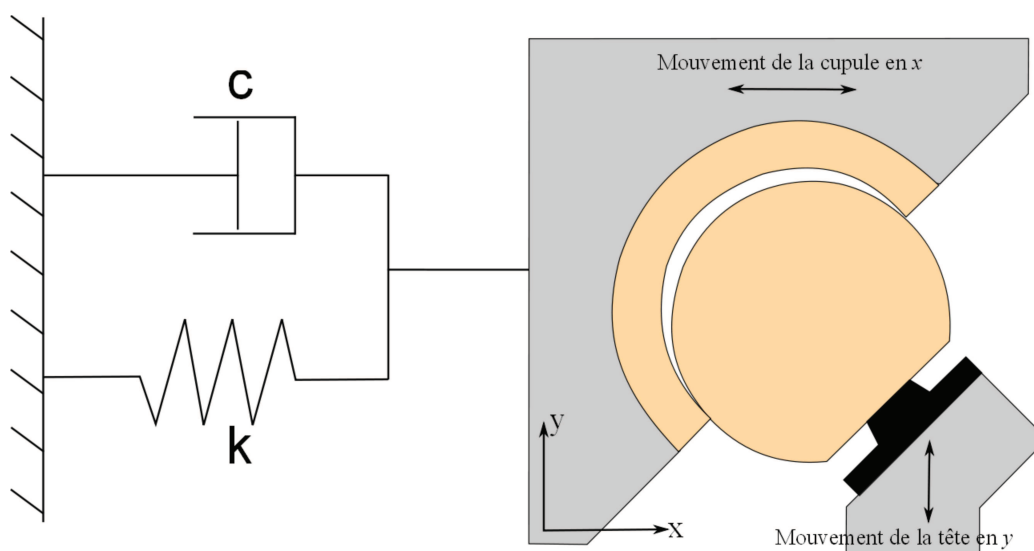
$$c = 1,1 \cdot 10^3 Kg \cdot s^{-1} \quad (\text{II.12})$$

Le protocole utilisé est résumé dans la Figure 2.13.



**Figure 2.13** Schéma du protocole utilisé pour déterminer les paramètres élastique et visqueux de la réponse de la cupule.

Le mouvement de la cupule peut être décrit comme un système visco-élastique, avec un ressort de constante  $k$  et un amortisseur de constante  $c$ . Ce système est schématisé dans la Figure 2.14.



**Figure 2.14** Représentation de la machine de chocs avec un système ressort-amortisseur, modèle de Voigt.

## 1.2 Protocole d'essai

Les essais de chocs sont faits dans des conditions sévères. La décoaptation est fixée à 1,3 mm. De manière à obtenir une force de 9 kN, une distance  $d_e = 2,77$  mm est imposée à la tête (équation II.1). Le signal appliqué est un pic de force d'une durée de 26 ms à une fréquence de 2 Hz (Figure 2.5). Les essais sont menés jusqu'à 800000 cycles pour les couples alumine/alumine et jusqu'à 900000 cycles pour les couples ZTA/alumine.

### 1.2.1 Alumine-alumine

Pour les couples alumine/alumine, deux diamètres sont testés : 32 et 28 mm. Les essais sont triplés pour chaque diamètre et chaque milieu (sec et solution), pour un total de 12 essais. Le

support du métal-back est en Ti-6Al-4V.

### 1.2.2 Composites

Pour les composites, on s'intéresse à l'étude du vieillissement sur la résistance aux chocs. L'intérêt de tester les têtes en composites avec différents traitements, est de déterminer l'influence du vieillissement sur la dégradation par chocs. Pendant le vieillissement, la zircone t métastable se transforme en zircone m. Les paramètres de rugosité des têtes ont été mesurés avant essai ; leurs valeurs seront présentées dans le chapitre 3, consacré aux résultats expérimentaux. Les couples testés sont les suivants :

- tête ZTA non vieillie contre cupule en alumine,
- tête ZTA vieillie 3 heures contre cupule en alumine,
- tête ZTA vieillie 20 heures contre cupule en alumine.

Les têtes de zircone ont été vieillies artificiellement dans un four à 134°C et 2 bars de pression de vapeur d'eau. Une heure de vieillissement artificiel correspond à 2 ou 3 ans d'utilisation *in vivo* (Chevalier *et al.*, 1999). Ainsi, sont testées une tête qui n'a pas été vieillie, équivalente à une prothèse non implantée, une autre correspondant à une prothèse à moyen terme (3 heures ou 6-9 ans d'implantation) et une dernière qui dépasse la durée de vie des prothèses à l'heure actuelle (20 heures ou 40-120 ans). Les têtes ont un diamètre de 28 mm. Les essais se déroulent en solution.

Les conditions des tests sont résumées dans le Tableau 2.4.

Matériaux (tête/cupule)	Diamètre	Milieu	Nombre de tests	État de la tête	Force / Fréquence
Alumine/ alumine	32 mm	Sec	3	—	9 kN / 2 Hz
		Solution	3		
	28 mm	Sec	3		
		Solution	3		
ZTA/ alumine	28 mm	Solution	3	non vieillie	
			3	vieillie 3 heures	
			3	vieillie 20 heures	

**Tableau 2.4** *Tableau récapitulatif. Matériaux testés en chocs et conditions des tests.*

Le sérum bovin a été utilisé comme lubrifiant pour les essais en solution. Afin d'éviter l'accumulation de protéines et la coagulation, le sérum est changé tous les 3 jours. A la différence du liquide synovial (Tableau 2.5), le sérum bovin ne contient pas d'acide hyaluronique, principal responsable de la viscosité du liquide synovial.

Composant	Sérum bovin (mg/mL)	Liquide synovial (mg/mL)
Eau	938,00	970,00
Sodium	7,10	3,30
Potassium	0,14	0,16
Calcium	0,07	0,06
Chlorure	2,84	3,80
Acide hyaluronique	0	3,20
Protéines (total)	61,00	17,00
Albumine	—	10,20
$\gamma$ -globuline	—	0,50

**Tableau 2.5** *Composition du sérum bovin utilisé pour les essais et comparaison avec le liquide synovial (Liao et al., 2003).*

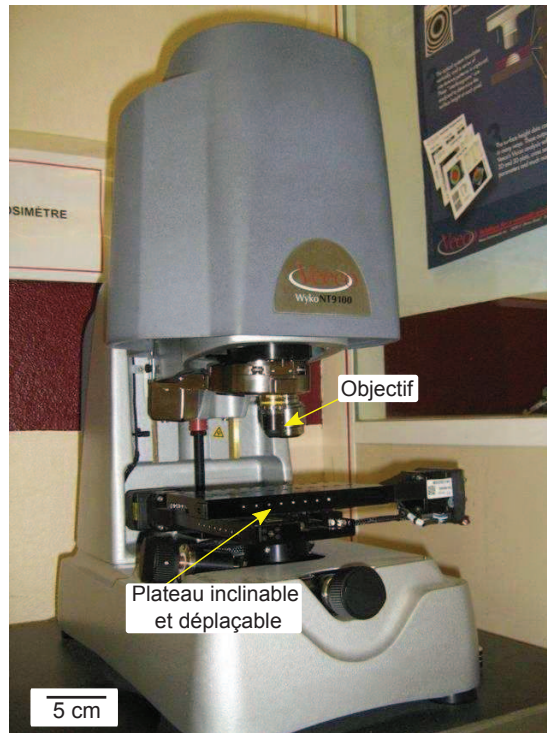
## 2 Techniques de caractérisation des matériaux

Les techniques expérimentales permettent d'étudier la topographie des surfaces, le type de rupture et les bandes d'usure et de quantifier le volume d'usure, le pourcentage de phase transformée et la taille et la forme des débris d'usure.

### 2.1 Profilométrie optique

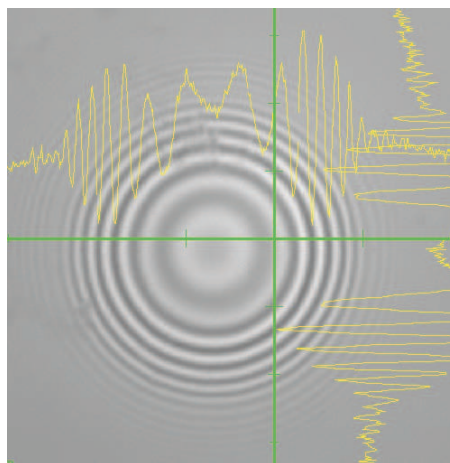
La profilométrie optique permet la visualisation, sans contact, d'une surface en 3-D et à haute résolution. Le profilomètre utilisé est le Bruker nanoscope Veeco NT9100 (Figure 2.15). Ses principales caractéristiques sont les suivantes :

- Mesures sans contact, tridimensionnel
- Logiciel de pilotage
- Source lumineuse verte et blanche (LED's)
- Plateau déplaçable et inclinable
- Objectifs : 10X, 50X
- F.O.V (field of view ou ouverture de champ) : 0,55X, 1X, 2X
- Mesures : entre 0,1 nm et 10 mm
- Résolution verticale : <0,1 nm
- Vitesse d'analyse verticale : ajustable jusqu'à 24  $\mu\text{m}/\text{sec}$



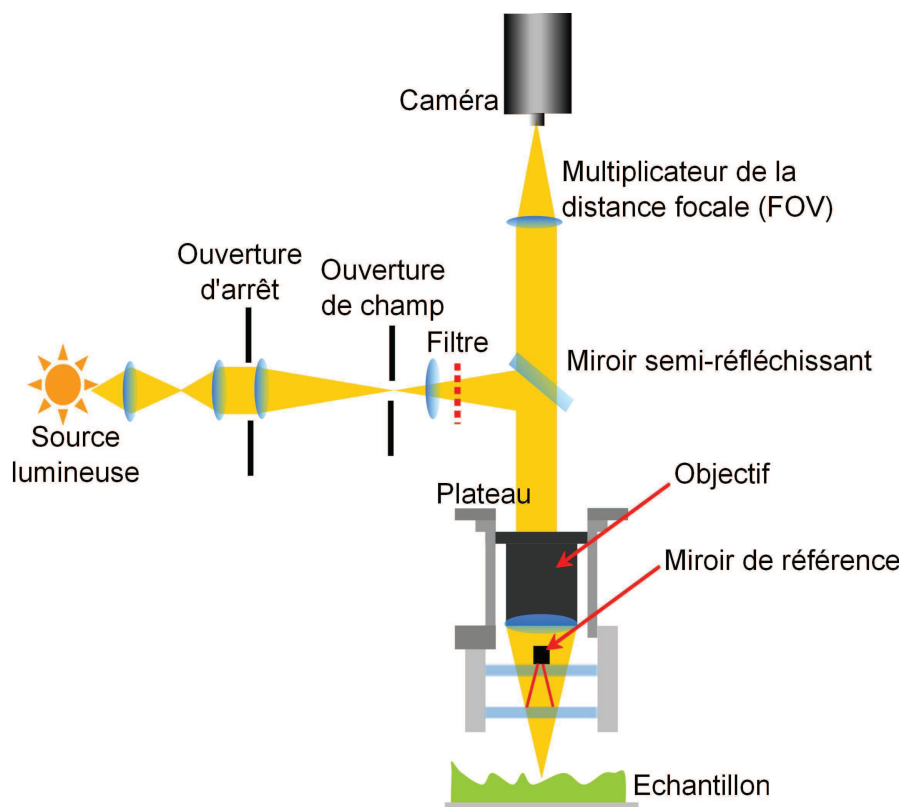
**Figure 2.15** Profilomètre utilisé, Bruker NT9100.

Le principe de fonctionnement du profilomètre optique NT9100 est basé sur l'interférométrie en lumière blanche à balayage vertical. La lumière est réfléchiée au contact avec l'échantillon et produit des franges d'interférence. Plus les franges sont nettes et meilleure est l'image. Pour un échantillon sphérique, comme c'est le cas des têtes des prothèses, les franges d'interférence sont sphériques et concentriques (Figure 2.16). Elles sont plus ou moins espacées en fonction de la pente par rapport au centre qui est le point le plus haut de l'échantillon. Ainsi, une sphère de diamètre 32 mm produira des franges plus espacées qu'une tête de diamètre 28 mm.



**Figure 2.16** Franges d'interférence sur une tête de prothèse en alumine. L'amplitude des lignes jaunes correspond à l'intensité lumineuse des franges.

Deux modes d'analyse sont disponibles : PSI (phase shifting interferometry) pour des surfaces lisses et très réfléchissantes et VSI (vertical scanning interferometry) pour des surfaces à forte rugosité. Nous avons donc utilisé le mode VSI lors de nos mesures. Après l'acquisition de l'image par la caméra, les données sont traitées avec un logiciel propre au profilomètre. Un schéma du principe de fonctionnement est présenté dans la Figure 2.17.



**Figure 2.17** Principe de fonctionnement du profilomètre optique NT9100 (d'après Veeco 2008).

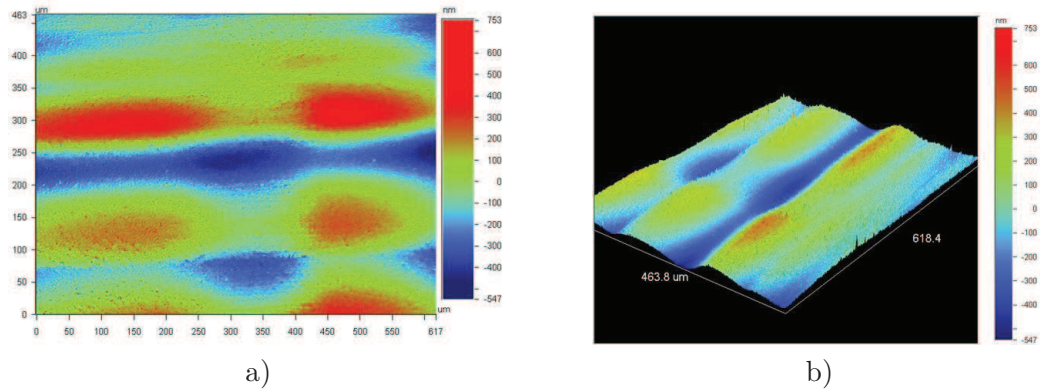
### Application : rugosité et volume d'usure

Cette technique permet de cartographier la topologie de surface, rugosité des têtes fémorales. Elle sera utilisée pour estimer le volume d'usure à la fin des essais. Plusieurs filtres et outils de traitement des images sont disponibles dans le logiciel. Le choix du filtre est fait en fonction des images et sera détaillé dans le Chapitre 3 dédié aux résultats expérimentaux et à l'analyse des surfaces. Une image obtenue par profilométrie est présentée Figure 2.18.

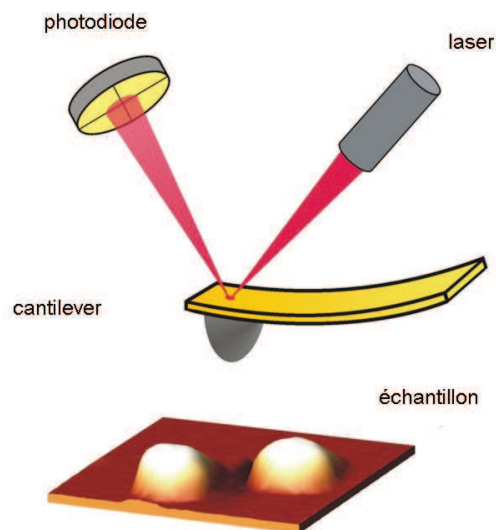
## 2.2 Microscopie à force atomique (AFM)

La microscopie à force atomique ou AFM (Atomic Force Microscopy) est basée sur la mesure des forces entre un fin stylet et la surface étudiée. Le capteur de force est un ressort-lame (stylet) encastré à une extrémité et muni d'une pointe à l'autre extrémité, appelé « cantilever ». Un schéma typique du microscope à force atomique est présenté sur la Figure 2.19.





**Figure 2.18** Exemple d'une image obtenue par profilométrie optique d'une tête en alumine dans la zone usée. Un filtre sphère a été utilisé. a) Image 2D filtrée et b) image 3D.



**Figure 2.19** Principe de fonctionnement de la microscopie à force atomique (Roos, Wuite, 2009).

La pointe miniature, fixée à l'extrémité du cantilever, est proche de la surface d'un échantillon placé sur une platine de déplacement (balayage XYZ). Le déplacement relatif de la pointe par rapport à l'échantillon donne une cartographie de la grandeur mesurée. La déflexion ou la torsion du ressort sous l'effet de la force d'interaction est mesurée par la déviation d'un faisceau laser réfléchi par l'extrémité du cantilever et collectée sur une diode photoélectrique segmentée (Rivoal, Frétigny, 2008). Les forces d'interaction modifient la déflexion ou la torsion statique ou oscillante du stylet.

### Application : rugosité

L'AFM permet de connaître la rugosité de la surface des têtes céramiques. L'AFM utilisé (Digital Instruments, Santa Barbara, CA, USA; multimode AFM, SiN probe, stiffness of Q5 0.12 N/m, Software 6.13) permet d'analyser une zone de  $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ . La taille de l'échantillon doit être inférieure à 1 mm de diamètre et 5 mm de hauteur. Pour cette raison, les têtes fémorales sont découpées avec une scie (ISOMET 4000). La vitesse de la scie est de  $1,2\ \text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$ . L'échantillon est pris à l'interface de la zone usée et la non usée ; de cette manière, les deux zones peuvent être analysées par AFM. Pour les têtes, le filtre "flatten ordre 1" qui permet d'enlever la sphéricité est utilisé. Les données brutes de l'AFM ont été filtrées avec Matlab<sup>®</sup>. L'algorithme est montré dans la Figure 2.20. Les valeurs de  $R_a$  obtenues après le traitement Matlab<sup>®</sup> sont les mêmes que pour l'AFM (Tableau 2.6).

La Figure 2.21 est un exemple d'image obtenue par AFM.

## 2.3 Comparaison profilométrie et AFM

Les techniques d'AFM et de profilomètre optique sont utilisées pour mesurer la rugosité des prothèses testées en chocs. Néanmoins, le désavantage de l'AFM est de limiter la taille de l'échantillon à quelques millimètres. Les têtes doivent être découpées afin d'obtenir un échantillon conforme pour l'analyse. Ceci constitue une grande différence par rapport à la profilométrie pour laquelle aucune préparation de l'échantillon n'est nécessaire.

La taille analysée par AFM est de  $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ , tandis que la taille analysée au profilomètre peut atteindre  $1\ \text{mm}^2$ . A cause de la différence de la taille de la zone analysée dans les deux méthodes, une comparaison a été faite afin de déterminer l'influence de la taille analysée sur le paramètre de rugosité  $R_a$ . L'échantillon analysé est une tête en alumine de 32 mm de diamètre. Cinq mesures ont été effectuées par profilométrie optique dans une zone non usée analysée précédemment par AFM. On observe sur la Figure 2.22, que la rugosité est un paramètre qui dépend fortement de la taille. Pour une zone analysée en AFM de  $1600\ \mu\text{m}^2$ , on obtient des valeurs de  $R_a$  entre 13 et 24 nm. Cependant, en profilométrie optique, ces valeurs peuvent atteindre 40 nm, pour une taille de plus de  $800000\ \mu\text{m}^2$ , soit une valeur de rugosité deux à trois fois plus importante pour le même échantillon.

Par la suite, la plupart des analyses de rugosité seront effectuées par profilométrie optique. Cette technique est plus facile, plus rapide et n'endommage pas la surface.

## 2.4 Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique puissante d'analyse de surfaces. Elle est fondée principalement sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un très fin pinceau d'électrons primaires qui balaie la surface observée et permet d'obtenir des images avec un pouvoir séparateur souvent inférieur à 5 nm et une grande profondeur de champ.

Elle utilise, en complément, les autres interactions des électrons primaires avec l'échantillon : émergence des électrons rétrodiffusés, absorption des électrons primaires, ainsi que l'émission de photons X et parfois celle de photons proches du visible. Chacune de ces interactions est souvent significative de la topographie et/ou de la composition de la surface.

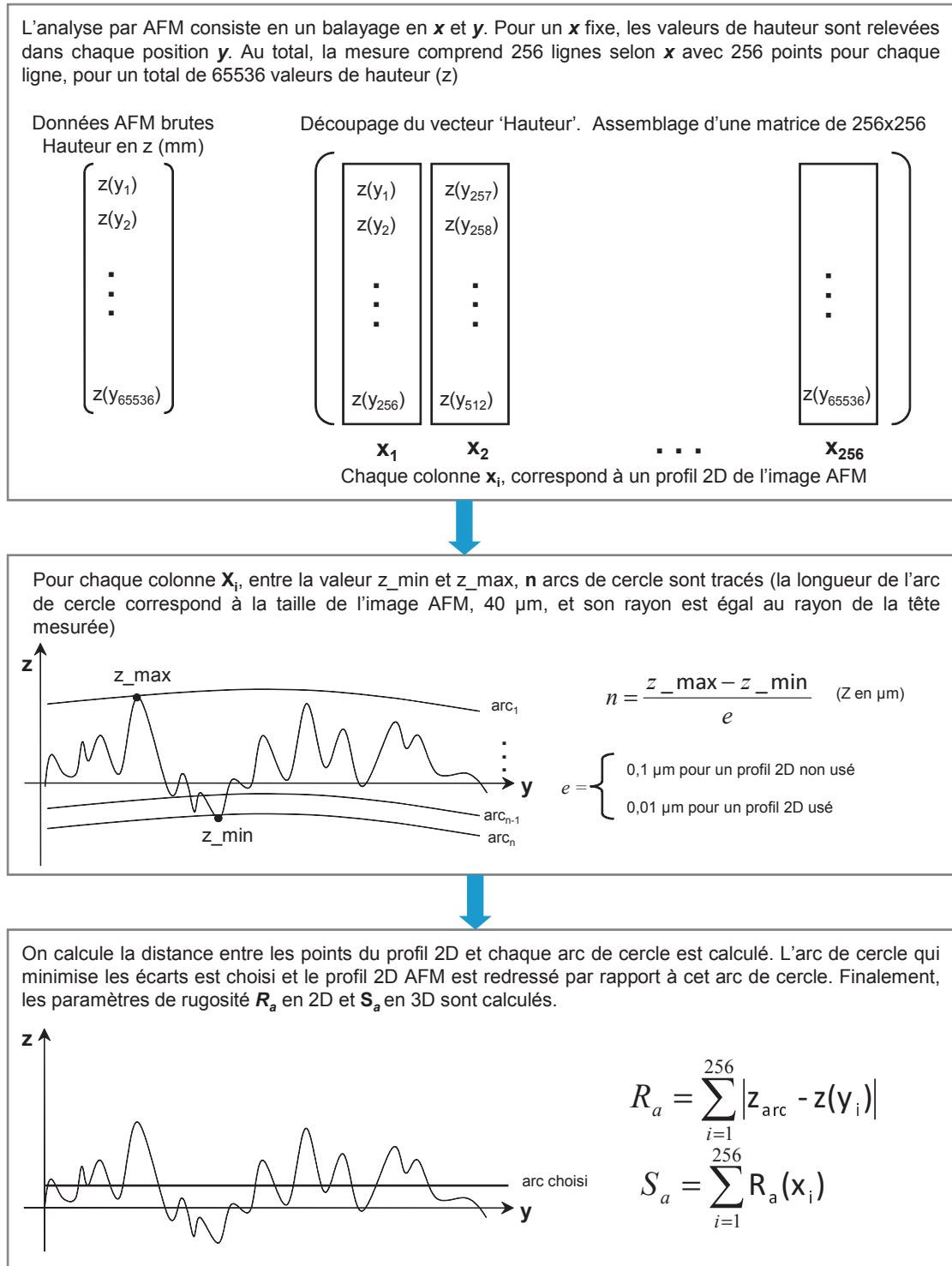
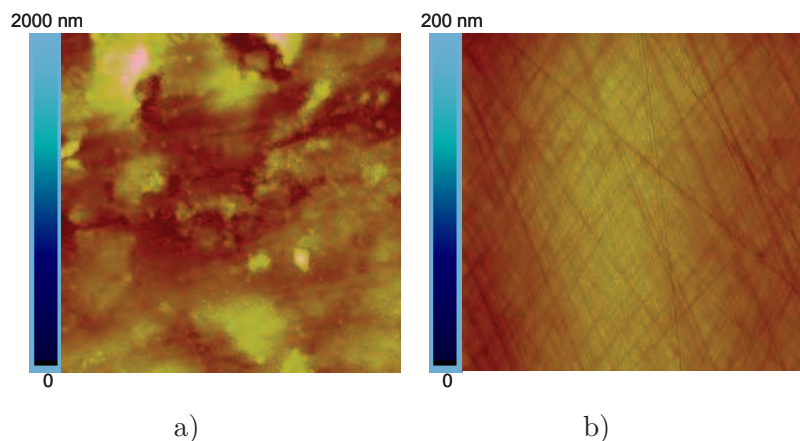


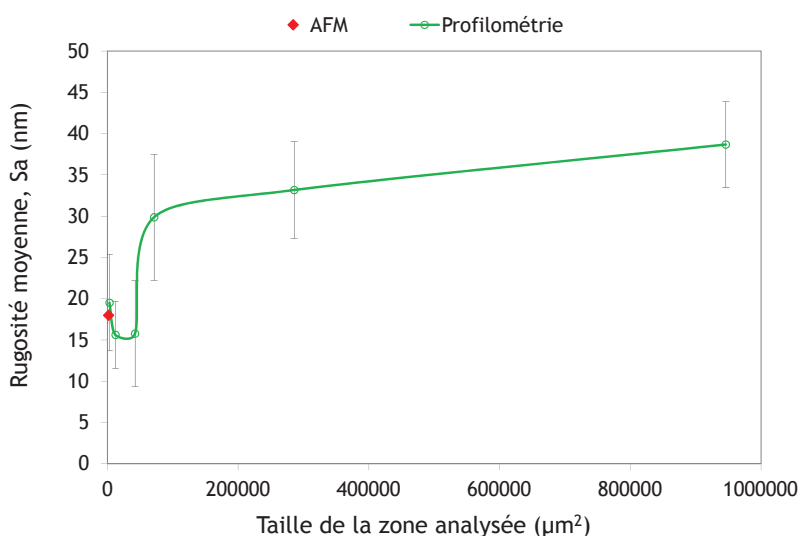
Figure 2.20 *Algorithme de traitement de données de l'AFM avec Matlab®.*

Zone	Rugosité moyenne (nm)	
	AFM filtré	Matlab filtré
zone usée	325,2	325,0
zone non usée	9,3	8,8

**Tableau 2.6** Comparaison résultats AFM et traitement Matlab<sup>®</sup>.



**Figure 2.21** Image AFM d'une alumine dans la zone a) usée et b) non usée. La taille de l'image est de  $40 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$ .

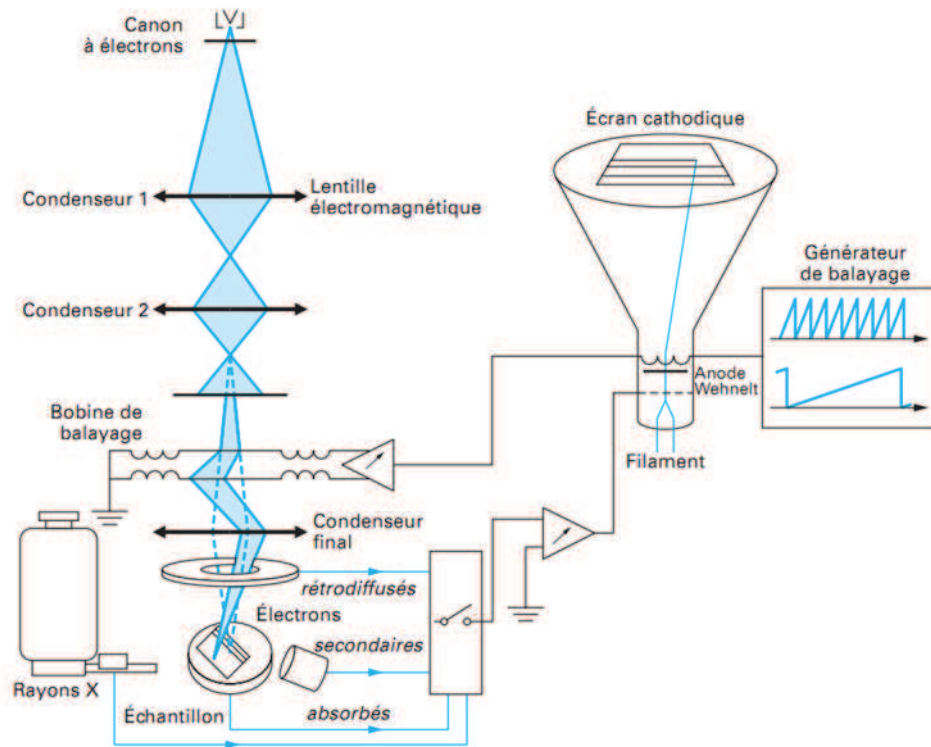


**Figure 2.22** Valeur de rugosité,  $R_a$ , en fonction de la surface analysée pour une tête en alumine 32 mm, testée à sec.

L'instrument permet de former un pinceau quasi parallèle, très fin (jusqu'à quelques nanomètres de diamètre), d'électrons fortement accélérés, de le focaliser sur la zone à examiner et de la balayer. Des détecteurs appropriés, détecteurs d'électrons spécifiques (secondaires, rétrodiffusés, parfois absorbés), complétés par des détecteurs de photons, permettent de recueillir des signaux significatifs lors du balayage de la surface et de reconstruire une image

en trois dimensions de la surface (Paqueton, Ruste, 2009b).

Typiquement un microscope électronique à balayage est constitué de (voir Figure 2.23) :



**Figure 2.23** Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (Paqueton, Ruste, 2009b).

- une colonne maintenue sous un vide suffisant ;
- une source d'électrons ;
- un dispositif de haute tension, accélérateur des électrons ;
- un ensemble de lentilles électroniques (les condenseurs) destiné à former un pinceau fin et intense ;
- un condenseur final (appelé généralement « objectif ») et un diaphragme de petit diamètre qui focalise sur la surface à examiner un fin pinceau d'électrons presque parallèle ;
- un dispositif de déflection piloté par un générateur de balayage ;
- une platine porte-objet mobile ;
- un détecteur d'électrons (principalement secondaires) et un dispositif d'amplification du signal, rapide et à faible bruit ;
- un système de visualisation d'image couplé de manière synchrone au même générateur de balayage.

### Application : analyse microscopique

Le microscope électronique à balayage est utilisé essentiellement pour obtenir des images de la surface de l'échantillon. Ces images sont formées principalement à l'aide des émissions électroniques de surface (électrons secondaires et électrons rétrodiffusés). Différents contrastes peuvent être observés, apportant des informations très variées sur l'échantillon, essentiellement sur son relief (contraste topographique), mais aussi sur la répartition des phases en présence (contraste « de numéro atomique » à l'aide des électrons rétrodiffusés) (Paqueton, Ruste, 2009a). Pour les matériaux non-conducteurs comme les céramiques, une fine couche d'or est déposée afin de les rendre conductrices. Pour les têtes et cupules en céramique testées en chocs, cette technique permet d'identifier le type de rupture : intergranulaire ou intragranulaire (Figure 2.24). Les zones probables d'initiation de rupture peuvent aussi être identifiées.

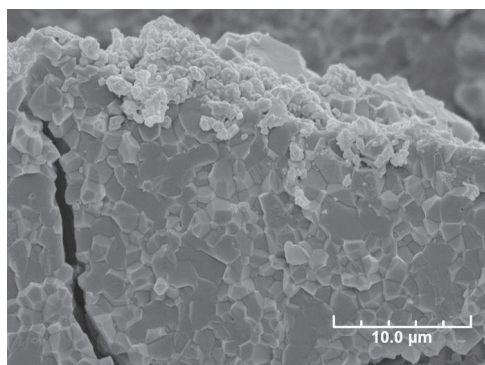


Figure 2.24 Image MEB de la fracture d'une alumine.

## 2.5 Spectrométrie Raman

Le nom de cette technique provient des travaux du prix Nobel de physique, Sir C.V. Raman, qui a découvert ce type de diffusion dans les années 1930 (Raman, Krishnan, 1928).

La spectroscopie Raman est une méthode d'analyse non destructive, basée sur la détection des photons diffusés inélastiquement suite à l'interaction de l'échantillon avec un faisceau de lumière monochromatique. La différence de fréquence entre photon exciteur et photon diffusé renseigne sur la nature chimique de la molécule à l'origine de la diffusion. Les photons incidents sont en grande partie transmis, réfléchis ou absorbés et une fraction bien plus faible est diffusée :

- une partie de la lumière est diffusée à la même fréquence  $\nu_0$  que la radiation incidente : c'est la diffusion Rayleigh (diffusion élastique),
- une partie infime des photons incidents est diffusée avec changement de fréquence : c'est la diffusion Raman (diffusion inélastique).

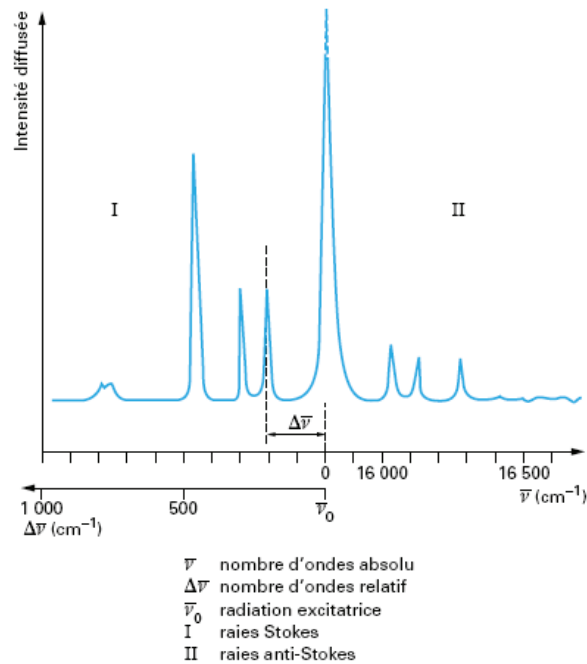
Soit  $\nu_d$  la fréquence des photons ainsi diffusés, deux cas peuvent se présenter :

$\nu_d < \nu_0$       $\nu_d = \nu_0 - \nu_v$  : c'est la diffusion Raman Stokes (gain d'énergie vibrationnelle pour

la molécule et perte d'énergie pour le photon),

$\nu_d > \nu_0$       $\nu_d = \nu_0 + \nu_v$  : c'est la diffusion Raman anti-Stokes (perte d'énergie vibrationnelle pour la molécule et gain d'énergie pour le photon).

Dans les deux cas, les écarts de fréquence  $\nu_v$  sont égaux aux fréquences de vibration, actives en Raman, de la molécule considérée.



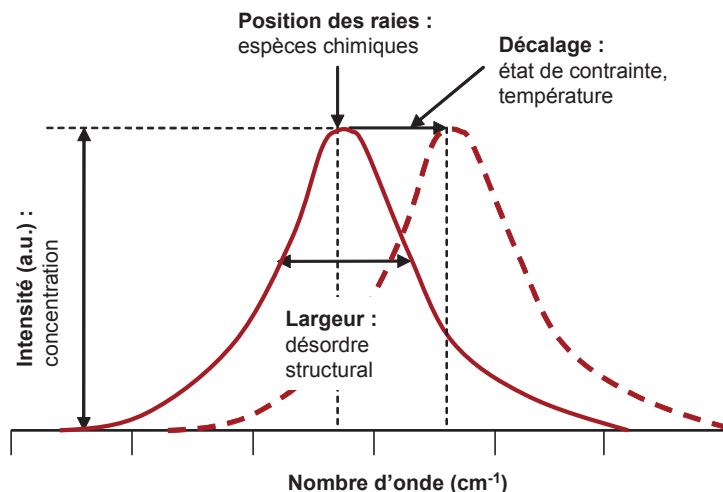
**Figure 2.25** *Spectre Raman (Barbillat et al., 2009).*

La mesure de l'intensité du rayonnement diffusé conduit à un spectre, qui constitue une empreinte structurale du composé étudié, pour lequel la fréquence des bandes est reliée aux énergies de vibration des liaisons atomiques de la matière éclairée. Le spectre obtenu représente l'intensité de la diffusion Raman en fonction de la différence de fréquence entre celle de la raie excitatrice et celles des raies de diffusion, exprimée en  $\text{cm}^{-1}$ . Tous les matériaux peuvent être analysés par spectroscopie Raman, quel que soit l'état sous lequel ils se présentent (solide, liquide ou gazeux) et sans préparation préalable particulière. Les informations accessibles par spectrométrie Raman sont les suivantes (Figure 2.26) :

- la position des raies renseigne sur les espèces chimiques en présence dans l'échantillon,
- la largeur des pics à mi-hauteur fournit des informations sur la structure de l'échantillon,
- l'intensité d'un pic peut être reliée à la concentration de l'espèce,
- le déplacement des pics est fonction de l'état de contrainte et/ou de la température.

Dans le domaine de l'imagerie, la résolution spatiale de l'ordre du mm permet des analyses topologiques ou cartographiques d'excellente qualité et plus détaillées que celles obtenues en





**Figure 2.26** Informations accessibles par spectrométrie Raman (Biophy Research, 2011).

infrarouge, où la résolution est moins bonne.

### Application : transformation de phase

La spectrométrie Raman est particulièrement bien adaptée à l'étude et au contrôle des céramiques. Elle est sans contact, non destructive et il n'est pas nécessaire de préparer l'échantillon, dans le cas des PTH. En effet, cette technique permet d'analyser des volumes d'échantillons comparables aux dimensions des grains et inclusions dans les matériaux céramiques, ce que ne permet pas la diffraction des rayons X (Barbillat *et al.*, 2009). Pour les PTH, on utilise une zirconite métastable à température ambiante. Sous contrainte mécanique, les grains de zirconite subissent la transformation  $t \rightarrow m$ . Cette transformation se produit également avec vieillissement hydrique. La transformation est habituellement étudiée par diffraction X, AFM et spectroscopie Raman. Chaque technique présente des avantages et des inconvénients. La diffraction des rayons X donne une analyse quantitative de la fraction  $m$ . L'AFM peut être utilisée pour observer la surface dans les premières étapes de la transformation.

Le spectre Raman des oxydes de zirconite contient beaucoup d'informations en fonction de la position des bandes, de leur intensité et de leur forme. Les spectres des phases  $t$  et  $m$  sont très différents, ce qui permet de faire une analyse qualitative rapide. Chaque phase de la zirconite présente des bandes caractéristiques (Wulfman *et al.*, 2010) :

- Phase  $t$  : pics à 145, 256, 320, 466, et 637  $\text{cm}^{-1}$  ; les pics les plus caractéristiques sont la bande très fine à 145  $\text{cm}^{-1}$  et une bande plus large à 256  $\text{cm}^{-1}$ .
- Phase  $m$  : pics à 178, 189, 219, 303, 331, 345, 379, 474, 500, 534, 559, 615, 638  $\text{cm}^{-1}$  avec

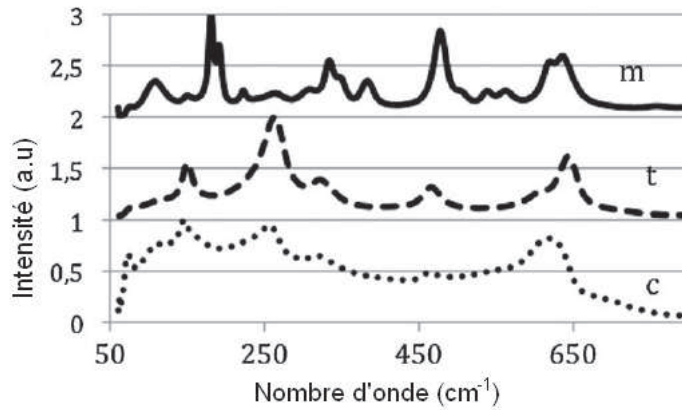


notamment un double pic à 178 et 189  $\text{cm}^{-1}$ .

– Phase c : pics à 142, 256, 466, 628  $\text{cm}^{-1}$ , la bande plus marquée est observée à 628  $\text{cm}^{-1}$ .

Un spectre typique est montré sur la Figure 2.27. Le volume de phase m, %Vm, peut être calculé à partir du spectre Raman. L'équation utilisée est la suivante (Clarke, Adar, 1982) :

$$V_m = \frac{I_m^{178} + I_m^{189}}{0,97(I_t^{145} + I_t^{256}) + I_m^{178} + I_m^{189}} \quad (\text{II.13})$$



**Figure 2.27** Spectre Raman pour les phases m, t et c d'une zircone yttrée (Wulfman et al., 2010).

## 2.6 Diffractométrie des rayons X (DRX)

La diffractométrie des rayons X est une méthode d'analyse physico-chimique basée sur la diffraction des rayons X par la matière. La longueur d'onde des rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances interatomiques (quelques angströms), les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives (Figure 2.28).

Les directions dans lesquelles les interférences sont constructives, appelées « pics de diffraction », peuvent être déterminées par la loi de Bragg :

$$2d \sin \theta = n\lambda \quad (\text{II.14})$$

avec

d : distance interréticulaire, c'est-à-dire distance entre deux plans cristallographiques,

$\theta$  : demi-angle de déviation (moitié de l'angle entre le faisceau incident et le faisceau réfléchi),

n : ordre de réflexion (nombre entier),

$\lambda$  : longueur d'onde des rayons X.

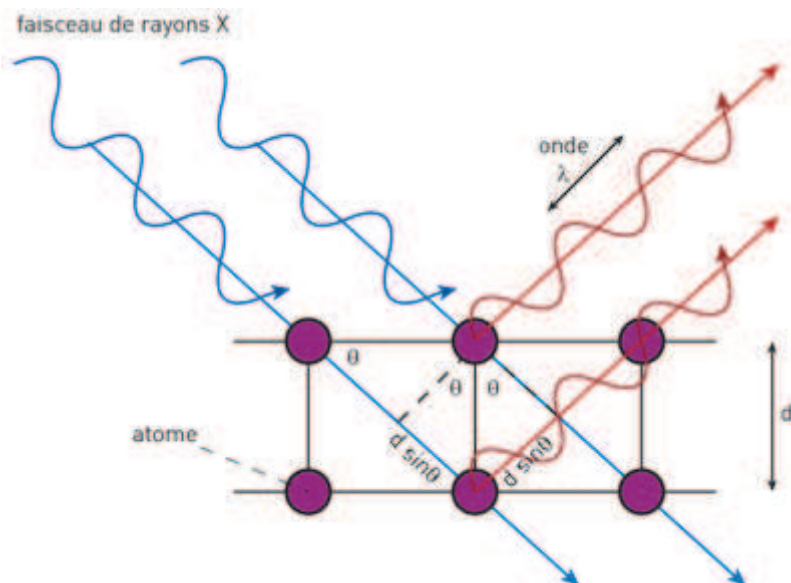


Figure 2.28 Schéma de principe de la diffractométrie des rayons X (Néel, 2011)

### Application : transformation de phase

La diffractométrie des rayons X permet de distinguer des produits ayant la même composition chimique brute, mais une forme cristalline différente. Ainsi, il est possible de différencier les phases m et t de la zirconie (Figure 2.29). Cependant, cette technique est un peu limitée à cause de son manque de précision pour les premières étapes de la transformation (Deville *et al.*, 2006).

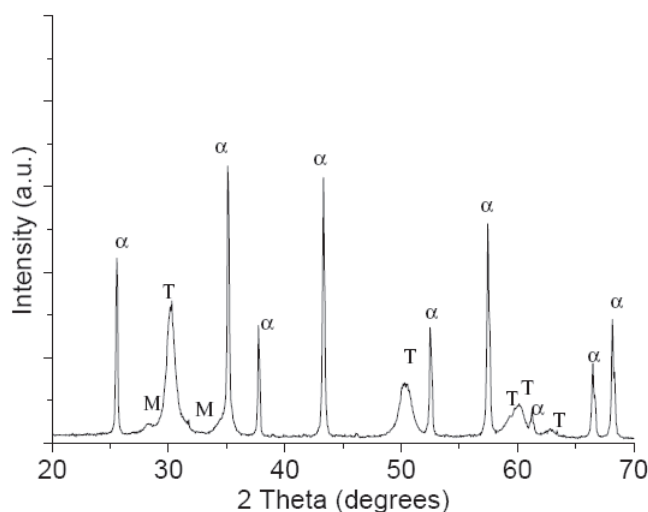


Figure 2.29 Spectre obtenu par diffraction des rayons X pour AZ10 (composite alumine-zirconie 10 %), où  $\alpha$  correspond à la phase alpha de l'alumine, M à la zirconie en phase monoclinique et T à la zirconie en phase tétragonale (Naglieri, 2010).

Les techniques présentées et leur intérêt pour les céramiques sont résumées dans le Tableau

## 2.7.

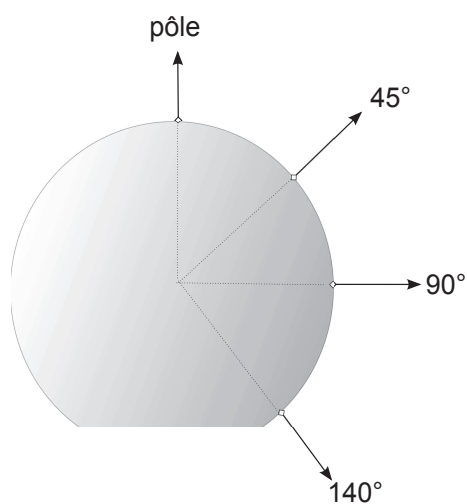
Technique	Information	Désavantage
Profilométrie optique	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rugosité</li> <li>- Volume d'usure</li> </ul>	—
Microscopie à Force Atomique (AFM)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Rugosité</li> </ul>	Taille de l'échantillon (découpage des têtes)
Microscopie Électronique à Balayage (MEB)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Observation de la microstructure</li> <li>- Répartition des grains</li> <li>- Type de rupture</li> </ul>	Métallisation pour les céramiques
Spectrométrie Raman	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Transformation de phase</li> </ul>	—
Diffraction de rayons X (DRX)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Transformation de phase</li> </ul>	Technique peu sensible pour les premières étapes de la transformation

**Tableau 2.7** *Récapitulatif des techniques qui seront utilisées pour caractériser les têtes et cupules céramiques testées en chocs.*

### 3 Analyse d'explants

Dans le but de comprendre le phénomène de vieillissement des têtes en zircone, 45 têtes de zircone explantées sont analysées par profilométrie (Bruker NT9100) et par spectrométrie Raman (Horiba Jobin Yvon HR800). Les mesures ont été effectuées au pôle et à  $90^\circ$  et  $140^\circ$  (profilométrie et spectrométrie Raman) ainsi qu'à  $45^\circ$  (spectrométrie Raman) (Figure 2.30). Ces positions ont été choisies afin d'étudier l'évolution des paramètres de rugosité et du taux de phase m en fonction de la zone de frottement. En dehors du pôle, plusieurs analyses (5 pour la profilométrie, 3 pour la spectrométrie Raman) sont réalisées pour chaque position angulaire.

Les zones à  $45^\circ$  et  $90^\circ$  seraient les zones plus usées, alors que les mesures à  $140^\circ$  correspondraient à une zone avec très peu de frottement. Le pourcentage de zircone transformée est calculé à l'aide de l'équation II.13.



**Figure 2.30** Zones analysées en profilométrie (pôle, 90° et 140°) et spectrométrie Raman (pôle, 45°, 90° et 140°).

*Dans le chapitre suivant, les résultats des essais de chocs sont présentés et comparés avec des prothèses testées sur d'autres dispositifs ainsi qu'avec des prothèses explantées. Finalement, l'influence des différents paramètres (matériau, diamètre, milieu de test et état de la surface avant essai) permettra de déterminer les conditions qui favorisent la dégradation des têtes et cupules céramiques.*



# CHAPITRE III

## DURABILITÉ DES CÉRAMIQUES

*Après avoir présenté le dispositif de chocs et les techniques de caractérisation, nous présenterons dans ce chapitre les résultats obtenus sur l'alumine et les composites alumine-zircone ; nous nous intéresserons à leur comparaison en termes de résistance aux chocs, puis nous les situerons par rapport aux résultats d'autres types de tests in vitro et à des explants. Finalement nous donnerons une estimation de la durée de vie de l'alumine et des composites alumine-zircone et nous discuterons des avantages et désavantages que présentent ces matériaux pour les PTH.*

### 1 Alumine-alumine

#### 1.1 Durée de vie

La compréhension des mécanismes de dégradation exige un suivi particulier en fonction du matériau et du type d'essai, à sec ou en solution. Les études menées sur des explants céramiques, la plupart en alumine, suggèrent une bonne résistance à l'usure, néanmoins des cas de rupture des composants prothétiques ont été reportés. Le but principal de ce travail était de donner une estimation de la durée de vie des PTH céramique soumises aux chocs. Cette durée de vie est donnée en fonction du nombre de cycles. Ainsi pour les têtes en alumine de diamètre 32 mm, la durée de vie moyenne des cupules testées à sec a été de  $245000 \pm 43000$  cycles. Pour les couples de diamètre 32 mm testés en solution ainsi que pour les têtes et cupules de diamètre 28 mm testées à sec et en solution, la durée de vie est supérieure à 800000 cycles (un cycle étant égal à 0,5 s). Ces résultats sont récapitulés dans le Tableau 3.1.

Il est important de souligner que les cupules cassées ont été testées à sec. Avec le sérum bovin, les conditions des tests sont beaucoup moins sévères, la lubrification est meilleure et il y a

Couple	Milieu	Diamètre	Nombre d'essais	Durée de vie cupule
Alumine/alumine	sec	32	3	245000±43000
		28	3	>800000
	solution	32	3	>800000
		28	3	>800000

**Tableau 3.1** Résultats de durée de vie des couples testés.

une moindre dégradation des surfaces frottantes. Les cupules cassées ont été analysées par microscopie électronique à balayage (MEB). Une analyse plus approfondie sera présentée dans ce chapitre.

## 1.2 Caractéristiques de l'usure

Afin de comprendre les mécanismes de dégradation responsables de l'usure ou de la fracture des PTH céramiques, il est nécessaire d'étudier la formation des traces ou bandes sur les têtes ou cupules, ainsi que de caractériser les matériaux avant et après les essais en chocs, ce qui permet finalement de donner une estimation de la résistance aux chocs.

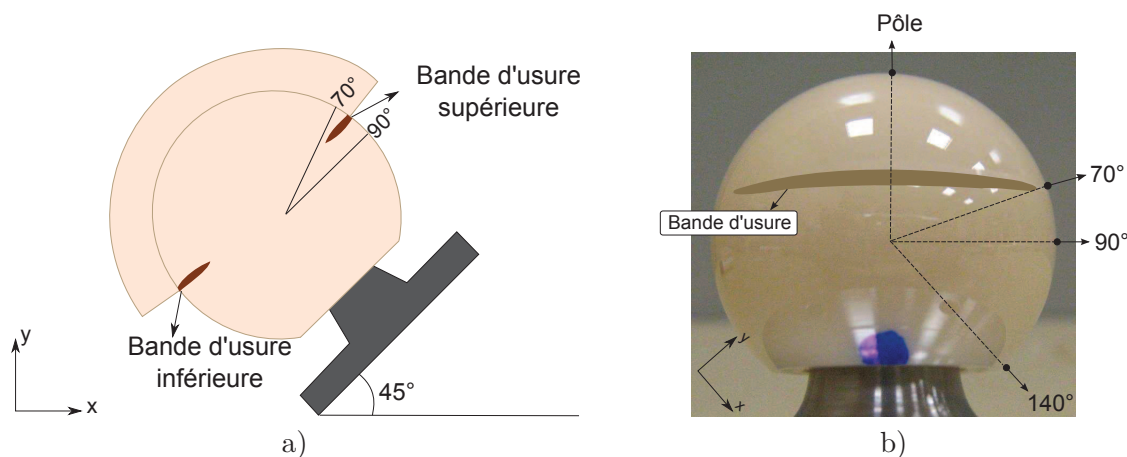
Nous présenterons ici uniquement les résultats du suivi de la dégradation des têtes : bande d'usure, rugosité et volume d'usure. Pour les cupules, aucune caractérisation de ce type n'a été possible compte tenu de la difficulté d'exploration de sa surface concave. La tête et la cupule étant du même matériau, la dégradation de cette dernière devrait être du même type que celle de la tête. Cependant, cette hypothèse reste à vérifier.

### 1.2.1 Bandes d'usure sur les têtes

Le suivi de l'endommagement est fait tous les 50000 cycles pour les essais à sec et tous les 100000 cycles pour les essais en solution. Deux bandes d'usure, supérieure et inférieure, schématisées sur la Figure 3.1a, sont visibles à partir de 50000 cycles pour les essais à sec et 100000 cycles pour les essais en solution. Cette bande de forme ovale, s'allonge et s'élargit progressivement à partir du point d'impact. Elle est localisée à 70° environ suivant les positions angulaires de la Figure 3.1b.

Au moment du choc, un conflit entre la tête et la cupule apparaît : la tête impacte la cupule qui ensuite rebondit et impacte la tête pendant sa phase de descente pilotée par le vérin force. Lors du premier impact, la cupule se déplace dans le sens des x positifs, formant ainsi la bande supérieure de la tête. Ensuite la cupule revient à sa position initiale en passant par zéro et se déplace dans le sens des x négatifs pendant la phase de descente de la tête, ce qui entraîne l'apparition de la bande d'usure au niveau inférieur.

La vitesse d'endommagement est un autre paramètre important. Afin de déterminer le moment de l'essai (début, milieu ou fin) où la dégradation était plus rapide, on s'est intéressé à l'évolution de la largeur de la bande d'usure (Figure 3.2). Les mesures de la largeur et la longueur de la bande sont faites en prenant une photo des bandes et en mesurant ensuite avec



**Figure 3.1** a) Bande d'usure sur une tête alumine b) Interface entre les zones usée et non usée d'une tête testée à sec, de diamètre 32mm. Repérage angulaire dans le plan vertical de symétrie de la sphère.

SPIP<sup>®</sup>, un logiciel dans lequel la taille des bandes est mesurée en pixels. En faisant une simple conversion, on obtient la valeur en mm.

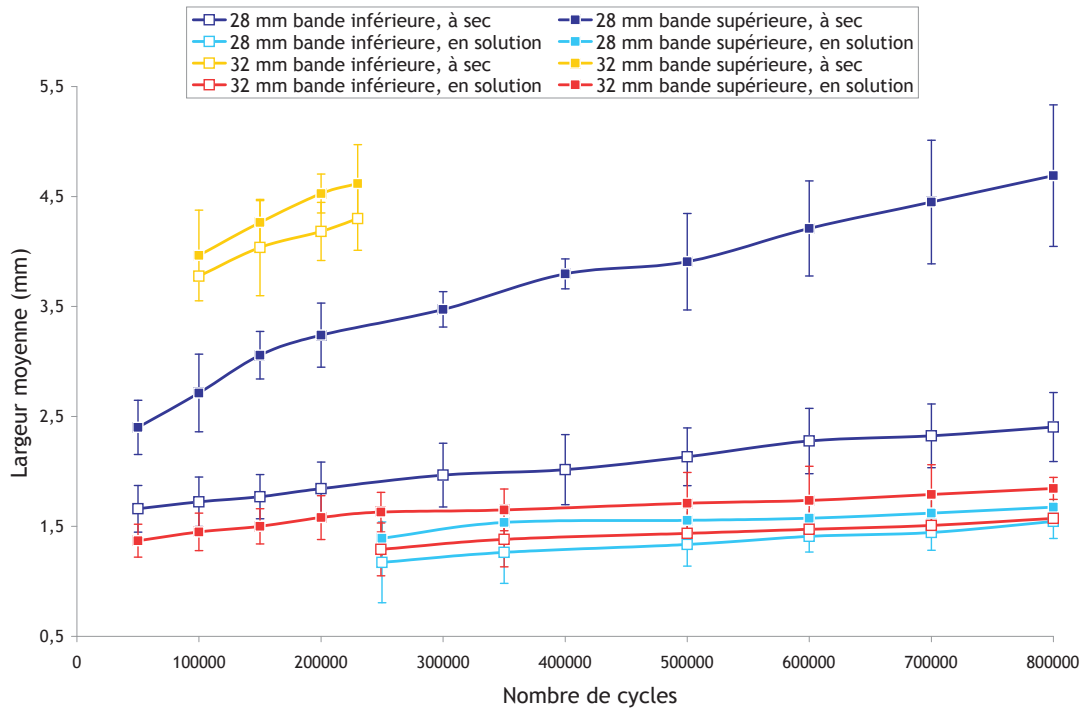
La longueur de la bande est d'environ 3 cm pour les essais à sec et de 2,5 cm pour les essais en solution. Etant donné que la bande a une forme souvent irrégulière aux extrémités, et à cause de la forme sphérique des têtes, la mesure de la longueur n'a pas pu être réalisée avec précision. Nous détaillerons ici les résultats de l'évolution de la largeur de la bande d'usure. Dans le plan (x,y) (Figure 3.1a), la largeur de la bande croît selon un axe à 45° du sens de l'application de la force ; c'est le paramètre le plus important pour comprendre les mouvements de la tête et de la cupule. Le plan (x,y) est plan de symétrie de la bande d'usure.

Les résultats sont présentés comme une moyenne des trois essais pour chacune des quatre conditions testées (diamètres 28 et 32 mm, à sec et en solution). Les mesures sont réalisées pendant toute la durée de l'essai et vont donc jusqu'à 800000 cycles, à l'exception de l'essai 32 mm à sec, où les trois cupules ont cassé à  $245000 \pm 43000$  (Tableau 3.1). Pour cet essai, on observe les largeurs les plus importantes. De cette façon, la largeur de la bande d'usure sur la tête serait liée à la probabilité de rupture de la cupule. Des études plus approfondies devraient être menées afin d'étayer cette hypothèse.

La Figure 3.2 met en évidence le fait que la largeur moyenne des bandes d'usure sur les têtes testées à sec et en solution dépend fortement du milieu. Ainsi, pour tous les essais en solution, les bandes sont moins larges, de l'ordre de 1 à 2 mm, tandis que pour les essais à sec on atteint des valeurs de plus de 4 mm, c'est-à-dire une bande deux fois plus large. On remarque également que la bande se forme essentiellement dans les premiers cycles puis s'élargit plus lentement de façon quasi linéaire. Dans les premiers cycles, l'enlèvement de matière est plus important dû au conflit initial entre la tête et la cupule pendant la phase d'accommodation de la cupule après le choc.



Evolution de la largeur de la bande d'usure sur les têtes alumine 32 et 28 mm



**Figure 3.2** Largeur moyenne des bandes d'usure sur les têtes pour les couples alumine/alumine, essais à sec et en solution, diamètres 32 et 28 mm.

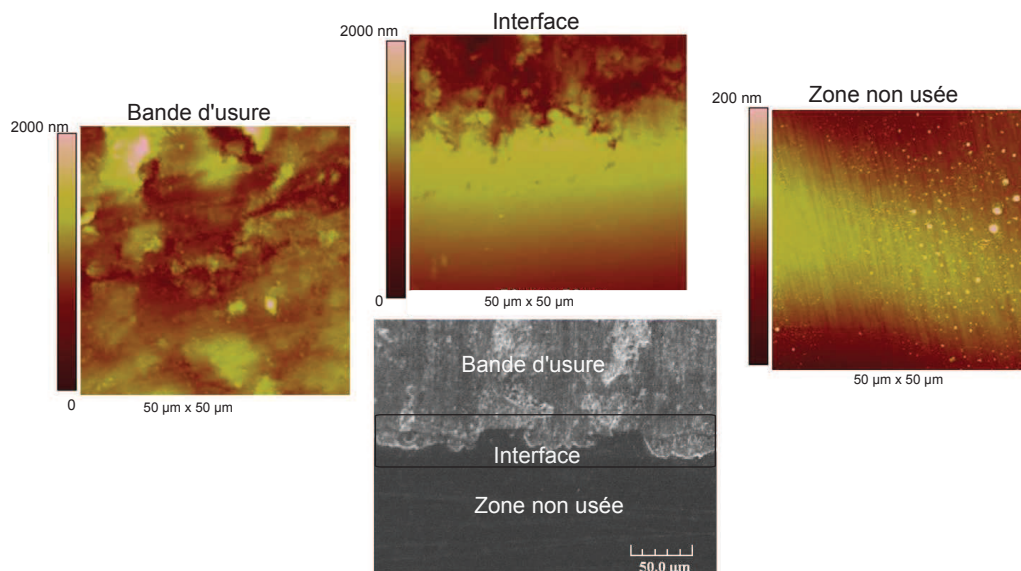
### 1.2.2 Rugosité

La rugosité moyenne,  $R_a$  en 2D ou  $S_a$  en 3D, donne une estimation de la dégradation des surfaces. Pour une tête fémorale neuve, la valeur de  $R_a$  est d'environ 10 nm. La norme ISO 6474-1 impose des valeurs de rugosité inférieures à 20 nm. Dans la réalité, la valeur de rugosité,  $R_a$ , peut descendre jusqu'à 5 nm. Il est connu que, du fait des propriétés mécaniques des céramiques et de leur faible rugosité, les céramiques s'usent très peu en simple frottement sur simulateur de marche (Essner *et al.*, 2005). Les chocs constituent ainsi une des sollicitations les plus endommageantes pour les têtes céramiques où les surfaces s'usent beaucoup plus que dans les tests classiques. La mesure de la rugosité a été effectuée par AFM et par profilométrie optique. Ces deux techniques ont été présentées dans le chapitre 2. Ici nous présentons les résultats de chaque technique utilisée et leur comparaison.

#### Analyse par AFM

Grâce à l'AFM, il a été possible d'effectuer des mesures sur des échantillons de 0,5 mm de hauteur et 1 mm de largeur. De ce fait, il a été nécessaire de découper les têtes avant d'effectuer la mesure. Seules les têtes de diamètre 32 mm testées à sec ont été découpées. La taille de la zone analysée en AFM est de 40  $\mu\text{m}$  x 40  $\mu\text{m}$ . Le traitement des données a été fait en

appliquant un filtre “flatten d’ordre 1”. Ce filtre redresse les données en faisant passer un arc de circonférence pour enlever l’inclinaison et la sphéricité (cf. Chapitre 2). Aussi bien à l’échelle macro qu’à l’échelle micro, une différence importante existe entre les zones usée et non usée (Figures 3.3 et 3.4).



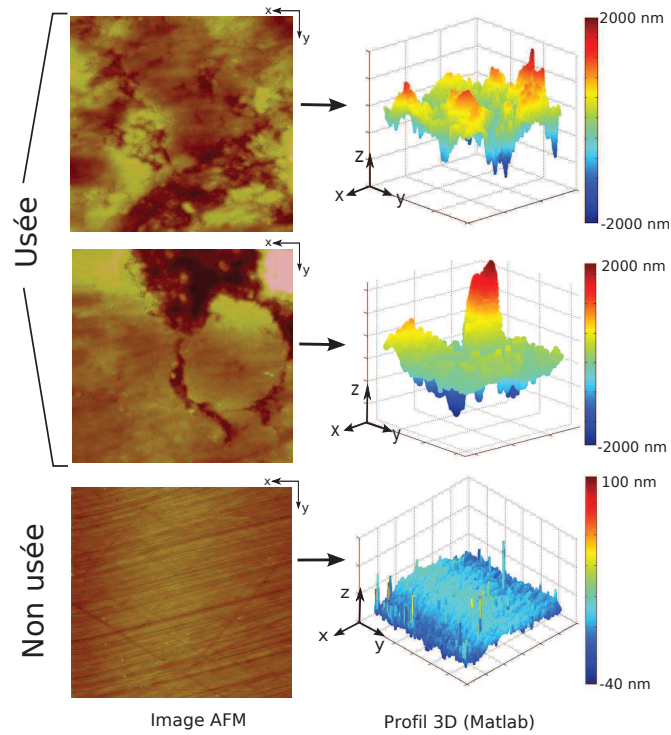
**Figure 3.3** Images AFM d’une tête alumine 32 mm testée à sec. L’image inférieure, est une image MEB qui décrit la localisation des analyses AFM.

### Analyse par profilométrie

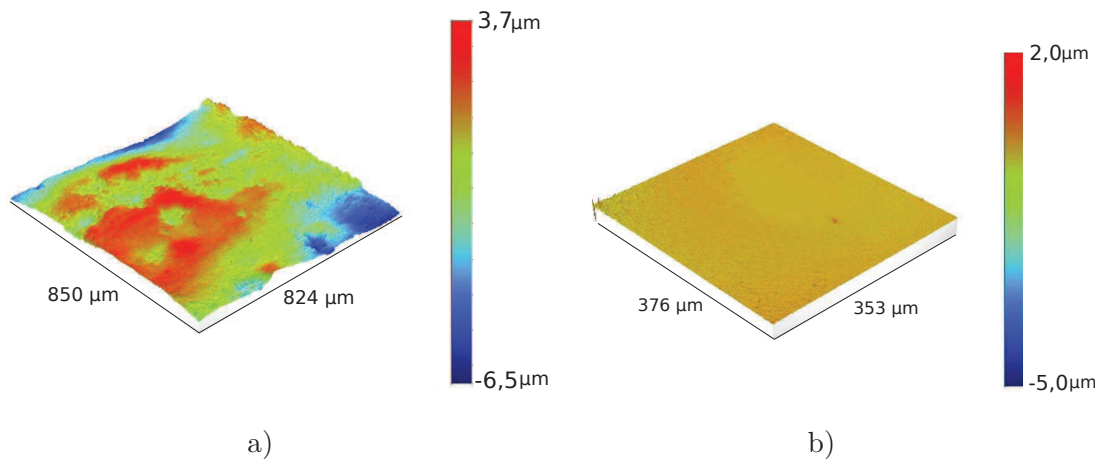
La profilométrie optique permet la visualisation, sans contact, d’une surface en 3-D et à haute résolution. C’est une technique rapide et sans contact pour laquelle aucun découpage des prothèses n’est nécessaire. Le profilomètre utilisé est le Bruker nanoscope Veeco NT9100, en mode VSI (cf. Chapitre 2). Pour les têtes fémorales, la lumière forme des franges d’interférence circulaires et concentriques. Les franges doivent être les plus nettes possible avec un contraste maximal entre les franges noires (interférence destructive) et les franges blanches (interférence constructive). La qualité de l’image dépend fortement de ce réglage.

La taille de la zone analysée dépend de l’objectif utilisé. Pour les têtes en alumine les paramètres suivants ont été choisis : Objectif x10, F.o.V. (Field of view, ou ouverture de champ) de 1,0. Avec ces réglages, la zone analysée est de 463 µm x 617 µm, et d’une façon générale de quelques centaines de µm par quelques centaines de µm. Le paramètre de profilométrie utilisé est la rugosité tridimensionnelle Sa.

La différence entre le profil d’une zone usée et celui d’une zone non usée est très grande. Dans la zone usée on observe des “bosses” de hauteur importante, pouvant aller de quelques nanomètres jusqu’à quelques microns (Figure 3.5).



**Figure 3.4** Comparaison des zones usée et non usée sur une même tête alumine de diamètre 32 mm analysée en AFM. Un filtre “flatten d’ordre 1” a été appliqué. La taille de la zone analysée est de  $40\ \mu\text{m} \times 40\ \mu\text{m}$ .



**Figure 3.5** Comparaison des profils 3D d’une zone a) usée et b) non usée d’une tête alumine.

Le Tableau 3.2 présente le récapitulatif des mesures de rugosité à sec et en solution. On remarque que la rugosité dans les bandes d’usure des têtes testées à sec est légèrement supérieure à celle des tests en solution. On passe de rugosités de quelques nanomètres à plusieurs centaines de nanomètres. La différence de rugosité  $S_a$  entre une zone non usée et une bande d’usure est de l’ordre de vingt fois pour tous les tests. On observe aussi que les valeurs de rugosité mesurées par profilométrie sont légèrement plus élevées que celles mesurées

par AFM (Tableau 3.3). En effet, plus la zone analysée est grande, plus la valeur de rugosité pour la même zone tend à augmenter (cf. Chapitre 2).

Diamètre	Milieu	Rugosité Sa (nm) par profilométrie		
		usée	non usée	rapport usée/non usée
32 mm	sec	409,0	23,5	17,4
	solution	375,2	17,1	21,9
28 mm	sec	295,8	13,3	22,2
	solution	260,6	12,4	21,0

**Tableau 3.2** Rugosité des têtes en alumine calculée par profilométrie.

Diamètre	Milieu	Rugosité Sa (nm)					
		AFM			Profilométrie		
		usée	non usée	rapport usée/non usée	usée	non usée	rapport usée/non usée
32 mm	sec	277,8	10,7	25,9	409,0	23,5	17,4

**Tableau 3.3** Comparaison des valeurs de rugosité par AFM et profilométrie optique pour les têtes en alumine de diamètre 32 mm, tests à sec.

### 1.2.3 Volume d'usure

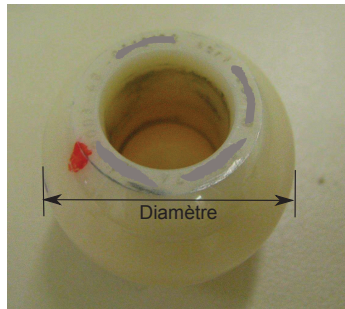
Le volume d'usure a été mesuré pour les têtes de diamètre 32 mm en solution et de diamètre 28 mm à sec et en solution. Les têtes de diamètre 32 mm testées à sec ayant été découpées pour l'analyse de rugosité par AFM, il n'a pas été possible d'effectuer la mesure de volume d'usure. Deux méthodes sont possibles : mesure gravimétrique et mesure par profilométrie optique.

#### Mesure gravimétrique

La mesure gravimétrique ou de perte de masse est la méthode la plus utilisée pour les prothèses testées en simulateur de marche avec ou sans décoaptation. Cette méthode très simple consiste à faire des relevés de masse avant et après l'essai. On obtient ainsi une différence de masse qui correspond à l'usure du matériau. Cette technique est rapide et simple mais elle n'est pas fiable pour les pertes de masses trop faibles, inférieures à la limite de détection de la balance. Il se peut également que dans la perte de masse rentrent en compte d'autres facteurs tels que le transfert de matière du cône métallique sur la tête céramique (Figure 3.6).

#### Calcul par profilométrie optique

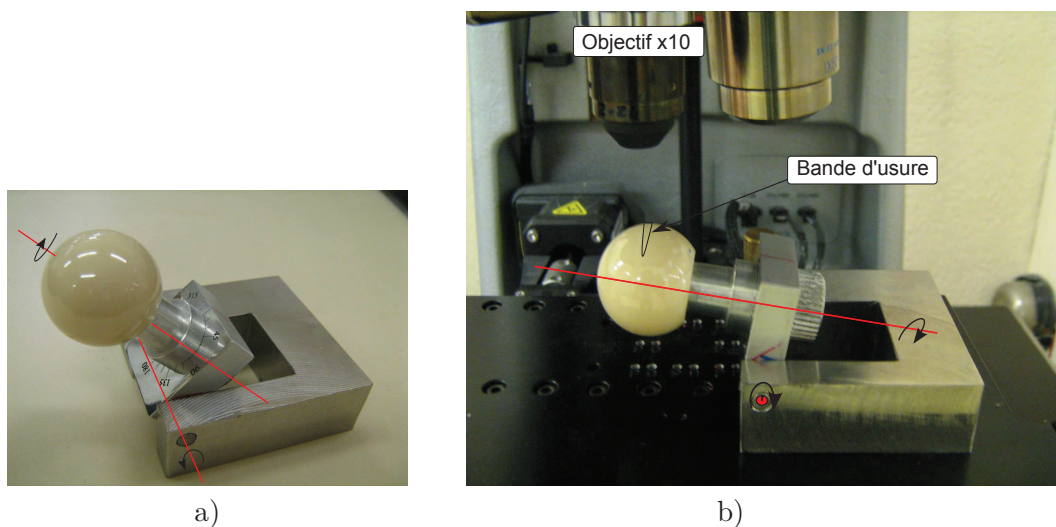
Les céramiques présentent des pertes de masses faibles et souvent difficilement quantifiables par mesure gravimétrique. Dans cette étude, nous avons développé une nouvelle méthode de



**Figure 3.6** Débris métalliques à l'intérieur d'une tête en alumine de diamètre 32 mm testée en solution.

calcul de volume d'usure par profilométrie optique. A la différence de la perte de masse, la méthode développée permet de faire des analyses uniquement dans les bandes d'usure et d'en déduire ainsi le volume d'usure généré par les chocs.

Pour effectuer les mesures sur les têtes, un support a été conçu. Il dispose de deux axes pour incliner et tourner la tête, avec des graduations tous les 15° afin de faciliter le repérage lors des analyses (Figure 3.7).

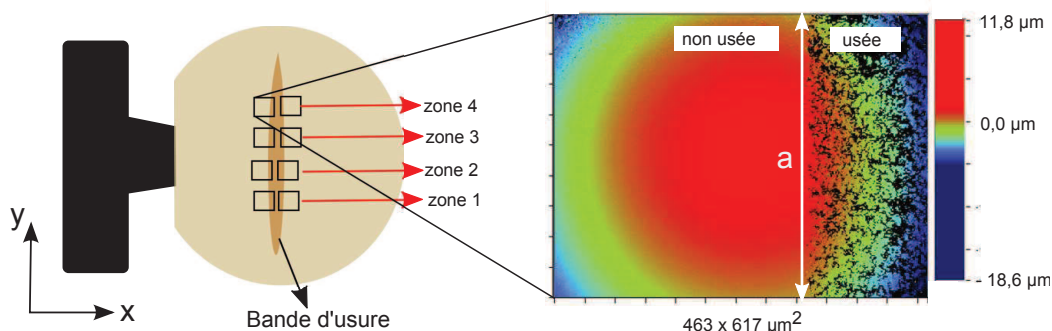


**Figure 3.7** Support conçu spécialement pour l'analyse de rugosité et du volume d'usure sur les têtes, avec a) les axes de rotation et la graduation angulaire et b) le positionnement dans le profilomètre.

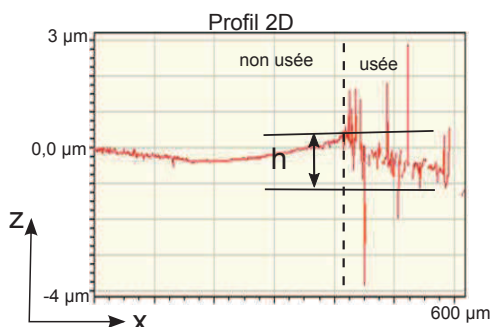
Pour les essais en diamètre 32 mm en solution et diamètre 28 mm à sec et en solution, les paramètres du profilomètre sont : objectif x10 et ouverture de champ ou F.o.V (Field of View) de 1,0. Quatre zones sont analysées dans la bande d'usure pour chaque tête (Figure 3.8). Dans chaque zone, une image à l'interface des zones usée et non usée est effectuée. On a ainsi deux images par zone (une à chaque bord de la bande d'usure) et 4 images par bande, ce qui donne au total 8 images par bande. Toutes les images sont ensuite traitées avec le logiciel Vision®. Le filtre appliqué est uniquement celui de l'inclinaison et de la forme de l'image. Dans les



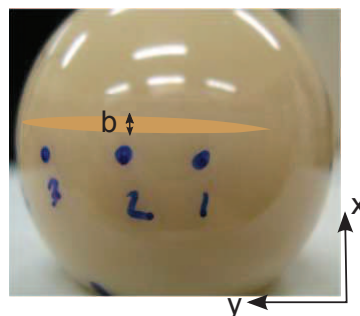
zones usées il est souvent difficile de déterminer la forme de la surface étant donné le degré d'endommagement de la surface. Néanmoins, pour toutes les images un filtre sphérique a été choisi comme celui qui correspondait le mieux à la surface.



**1** La tête est positionnée dans un support. Quatre zones de la bande d'usure sont analysées. Deux images sont faites dans chaque zone à l'interface de la zone usée et non usée.



**2** Un filtre sphérique est appliqué à l'image. Ensuite le profil 2D est tracé et la profondeur de la bande d'usure à l'interface est calculée pour chacune des 8 images.



**3** La largeur de chaque zone est calculée sur une photo de la bande d'usure.

$$V = a * b * h$$

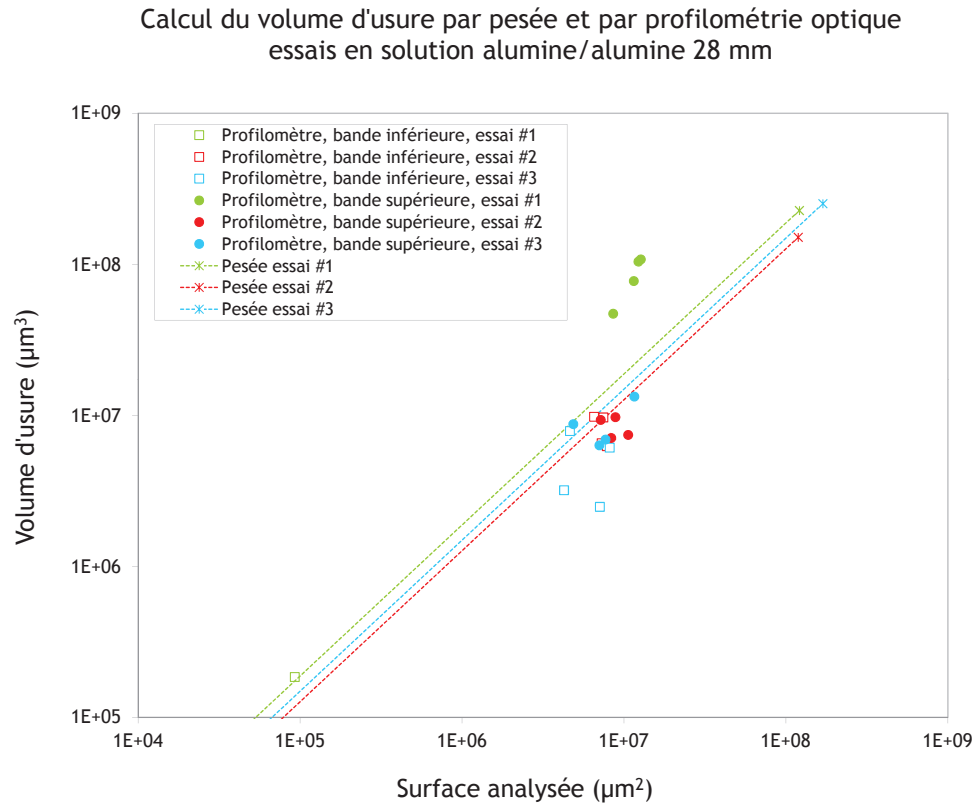
**4** Finalement, le volume d'usure est calculé pour chacune des 4 zones.

**Figure 3.8** Protocole de mesure du volume d'usure par profilométrie.

Après le filtrage, on trace le profil 2D de l'image dans le plan de la section transversale de la bande d'usure. Dans ce profil, on observe un changement abrupt de pente qui correspond à la différence de hauteur entre les zones usée et non usée ; la profondeur de la zone usée par rapport au plan de la zone non usée est appelé "h". Comme pour chacune des zones de la bande on a deux images et donc deux valeurs de hauteurs "h", une moyenne est effectuée. Pour chaque zone, la taille de la bande "b" est mesurée sur une photo. On connaît aussi la largeur "a" de la zone analysée. De cette façon, on peut calculer le volume comme le produit de la surface  $a*b$  multipliée par la profondeur usée "h". Cette procédure donne une valeur de volume d'usure pour chaque unité de surface  $a*b$ , et au final quatre valeurs par tête analysée.

### Comparaison des deux méthodes

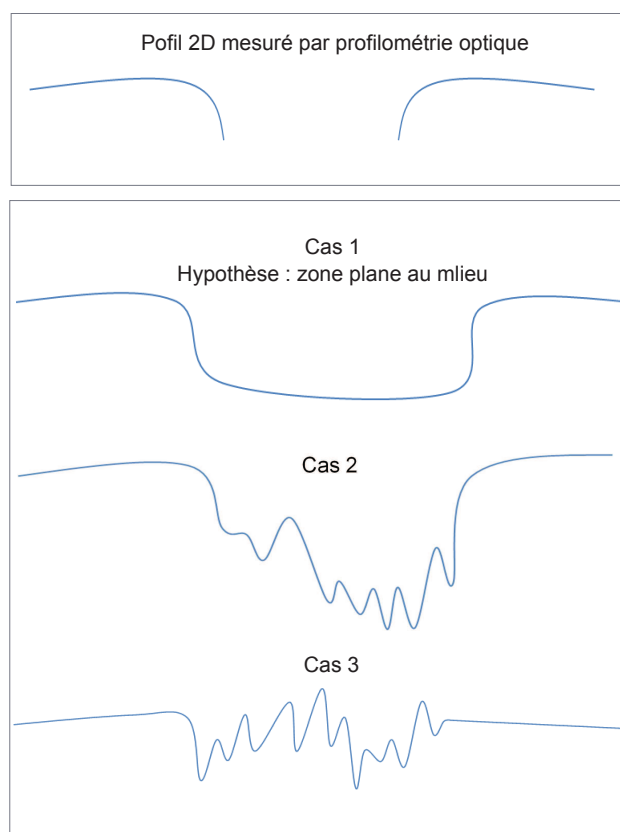
Afin de valider la méthode de calcul, le volume d'usure calculé par profilométrie a été comparé avec celui calculé par pesée (Figure 3.9). A la différence de la profilométrie, les valeurs par pesée sont données pour la surface totale usée, donc la somme des deux bandes d'usure inférieure et supérieure. Cette surface est calculée en mesurant la largeur de la bande sur la photo et en multipliant par la longueur. On suppose donc la forme de la bande comme un rectangle.



**Figure 3.9** *Comparaison du volume d'usure par profilométrie optique et par perte de masse pour les têtes de diamètre 28 mm testées en solution.*

On remarque que les volumes d'usure calculés par profilométrie ne sont pas dispersés excepté pour le premier essai en solution. De plus, si on regarde la droite correspondant à l'équation du volume d'usure par perte de masse, on observe que tous les résultats par profilométrie sont regroupés par rapport à cette droite. Pour les valeurs qui se trouvent au dessus de cette droite, il est possible que le volume d'usure ait été surestimé. Le protocole utilisé permet uniquement de connaître le changement de pente à l'interface de la zone usée et non usée, le calcul est basé sur la profondeur de cette zone et extrapolé pour toute la largeur de la bande. De ce fait, une erreur pourrait être introduite dans le calcul du volume d'usure par profilométrie optique. Ce dernier ne correspond pas exactement au volume par pesée que nous prenons comme volume de référence pour valider la méthode développée de profilométrie.

Chaque méthode présente ses avantages et inconvénients. Les têtes ayant été démontées du cône tous les 300000 cycles pour effectuer des analyses de rugosité par profilométrie, il est possible qu'un peu de matière soit enlevée. Ainsi, par pesée on calcule un volume dû aux bandes d'usure mais aussi à l'usure en fond de cône à chaque démontage, ce qui ne correspond pas forcément à la réalité *in vivo*. La méthode développée par profilométrie optique s'avère utile pour calculer le volume d'usure dû uniquement aux chocs. Une difficulté de la méthode par profilométrie est liée au fait de mesurer uniquement la pente de la zone usée à l'interface avec la zone non usée. On fait ainsi l'hypothèse que la profondeur mesurée "h" est constante tout le long de la bande. Néanmoins il est probable que la zone présente d'autres topographies (comme celles de la Figure 3.10) et donc que la profondeur "h" estimée ne soit pas la vraie valeur moyenne à l'intérieur de la bande. Compte tenu de l'approximation faite, une surestimation ou sous-estimation du volume d'usure est probable. Pour l'instant cette méthode reste une technique assez précise et utile.

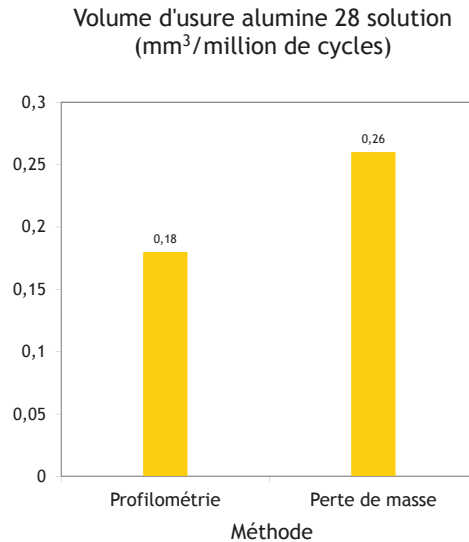


**Figure 3.10** *Hypothèse faite pour le calcul du volume d'usure, cas 1. Deux cas différents (cas 2 et 3) peuvent aussi se présenter, avec un volume d'usure plus ou moins important que dans le cas 1.*

Afin de comparer les deux méthodes quantitativement, le volume d'usure de chaque zone analysée par profilométrie a été extrapolé à la surface totale de chaque bande. On obtient ainsi une valeur moyennée sur huit valeurs pour chaque tête (quatre valeurs par bande). Etant



donné que les tests ont été triplés, on fait une moyenne des trois têtes pour arriver à une valeur moyenne. On peut ainsi établir une comparaison de la valeur moyenne du volume d'usure total calculé par les deux méthodes (Figure 3.11). Il est important de noter que les valeurs sont très proches.



**Figure 3.11** Comparaison des deux méthodes pour l'alumine de diamètre 28 mm testée en solution, après 800000 cycles.

### Volumes d'usure à sec et en solution

Le seul cas où le volume d'usure ne peut pas être considéré comme proche des autres, est pour les tests à sec, diamètre 32 mm (Figure 3.12). Cette différence très marquée met en évidence l'importance du lubrifiant utilisé dans la dégradation des céramiques.

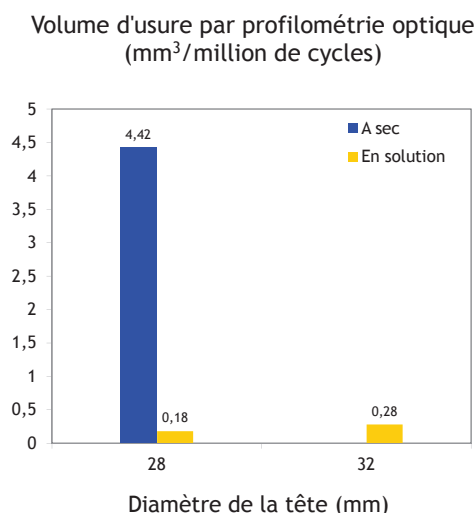
#### 1.2.4 Fractures de têtes et de cupules observées au MEB

##### A sec

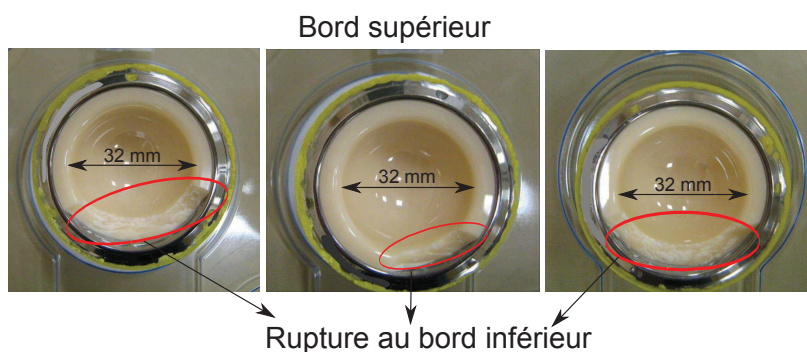
Les trois cupules de diamètre 32 mm testées à sec ont cassé au bord inférieur, Figure 3.13. Les cupules et les débris ont été observés au MEB afin d'identifier le type de rupture. Sur les photos de la Figure 3.14, deux types de rupture sont présentes : inter et intragranulaire. On observe les facettes des grains aux joints de grains. L'alumine est caractérisée par une faible déformation à rupture, elle présente un type de rupture dite « fragile ».

##### En solution

Une tête de diamètre 28 mm a cassé en solution (Figure 3.15a). Cette tête n'est pas prise en compte dans les résultats, l'essai a été répété. Il est probable que la rupture s'amorce en fond de cône. L'usinage du cône peut entraîner des contraintes ou des défauts. L'amorçage de fissures s'est probablement produit sur un défaut pré-existant dans le matériau (porosité ou



**Figure 3.12** Volume d'usure par profilométrie optique pour les têtes en alumine de diamètre 32 et 28 mm.

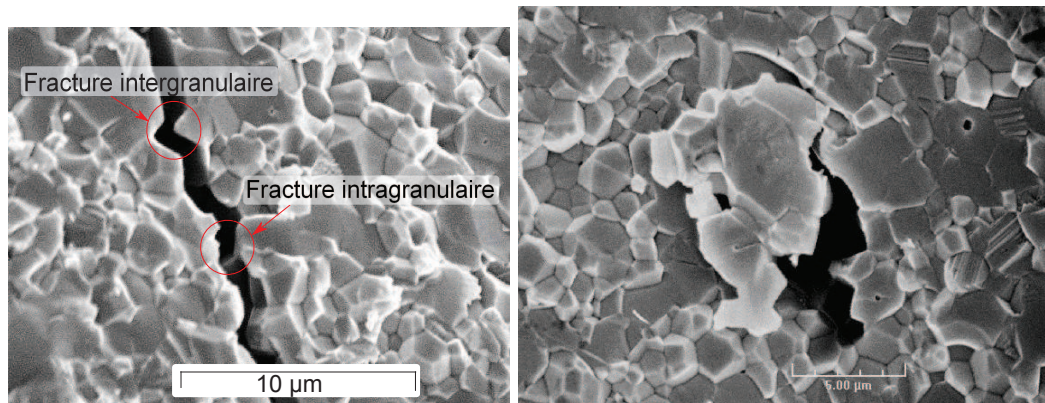


**Figure 3.13** Fracture au bord inférieur des cupules en alumine de diamètre 32 mm testées à sec.

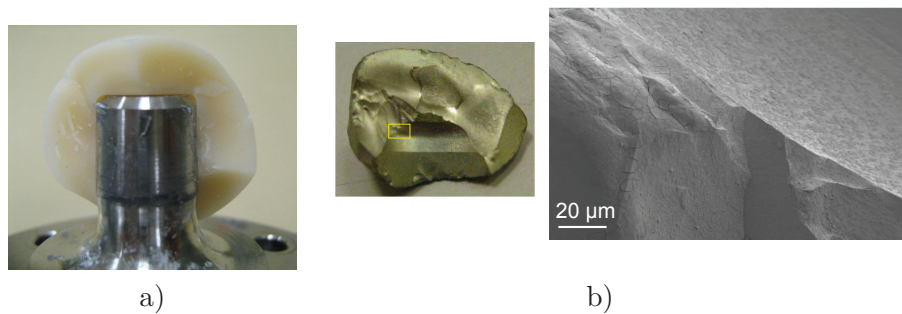
contraintes résiduelles pendant l'usinage de la pièce) ou sur un défaut créé au cours des essais en chocs (mauvais ajustement tête-cône). Cependant les observations au MEB (Figure 3.15b) n'ont apporté aucune information supplémentaire concernant l'amorçage et la propagation des fissures.

### 1.2.5 Analyse des débris

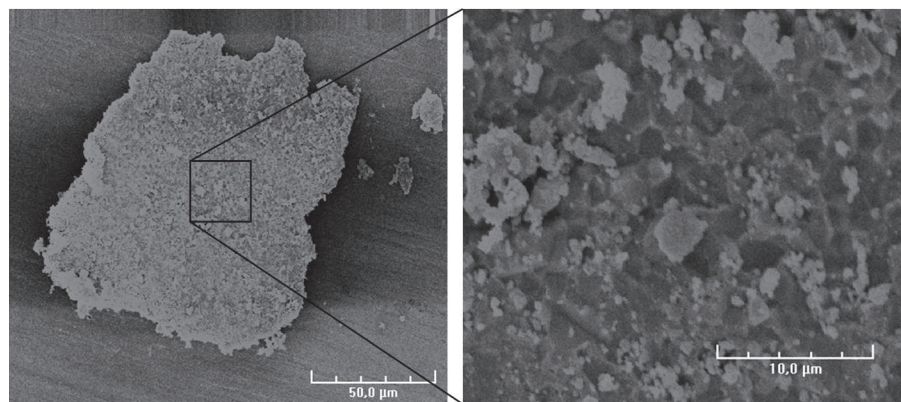
La récupération et l'analyse des débris d'usure constituent une partie fondamentale dans la compréhension des mécanismes d'usure pendant les chocs. La taille et quantité de débris sont déterminantes pour établir le protocole. Ayant observé des fractures intragranulaires (Figure 3.14), il est très probable de trouver des débris plus petits que la taille d'un grain d'alumine de 1 ou 3  $\mu\text{m}$ . Cette hypothèse a été confirmée par des analyses au MEB où des agglomérats de grains et des grains déchaussés ont été observés (Figure 3.16).



**Figure 3.14** Débris d'une cupule cassée observée au MEB.



**Figure 3.15** Fracture d'une tête en alumine 28 mm testée en solution.



**Figure 3.16** Image MEB des débris d'alumine récupérés pendant un test à sec.

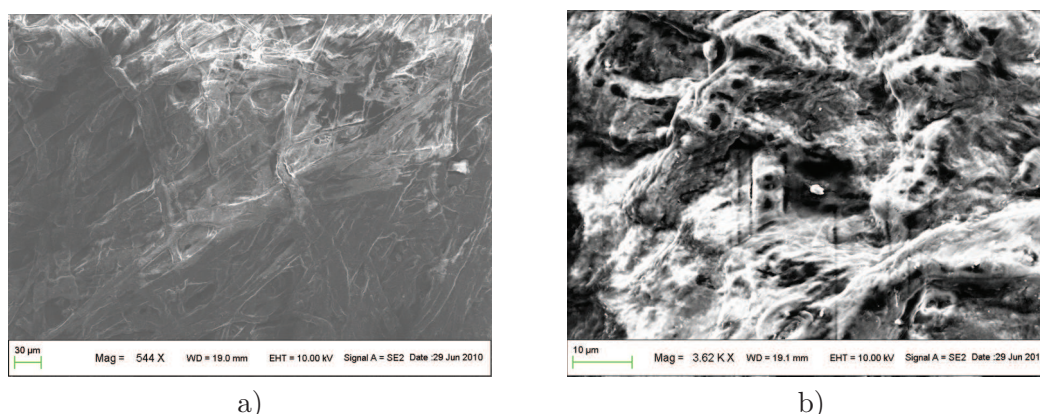
Afin d'analyser les débris récupérés après essai en solution, une membrane de taille de pore 0,01 µm et de 13 mm de diamètre a été utilisée (SPI Pore Polycarbonate Track Etch Membrane). Le protocole est le suivant :

1. La solution est récupérée et disposée dans une boîte de Pétri sous la hotte afin de faire évaporer le liquide du sérum bovin et obtenir un mélange des débris et de protéines.
2. Dans le but de faire brûler tout résidu organique, les débris sont mis dans un creuset avec de l'eau distillée dans un four pendant 1h à 600°C.

3. Les débris sont mis à nouveau dans l'eau distillée puis filtrés sur la membrane mentionnée précédemment. Finalement la membrane est observée au MEB Zeiss.

Aucun débris céramique n'a pu être observé au MEB. Quelques particules organiques ont été observées et apparaissent comme des points blancs (Figure 3.17). Ces particules ne peuvent pas être considérées comme des débris puisque elles sont brûlées et disparaissent dès qu'on focalise le faisceau d'électrons sur elles, ce qui ne serait pas le cas d'un débris céramique.

Le protocole n'a pas permis la récupération des débris d'usure, probablement à cause d'une trop faible quantité de débris présents dans la solution. Il serait intéressant de tester d'autres méthodes et de faire une observation plus détaillée.



**Figure 3.17** Observations MEB de la membrane utilisée pour la récupération des débris d'alumine, essai diamètre 28 mm en solution.

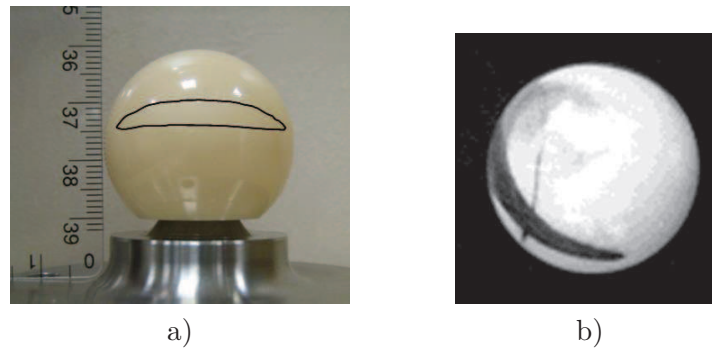
### 1.3 Discussion

Les essais en chocs des têtes et cupules en alumine ont mis en évidence l'importance de la lubrification par le sérum bovin, puisqu'aucune cupule testée en solution n'a cassé. La taille de la bande d'usure, notamment sa largeur, est un paramètre clé. Nous avons en effet observé que seules les cupules pour lesquelles la bande de la tête était supérieure à 4 mm se sont rompues sous chocs. La prise en compte de cette valeur de 4 mm permettrait peut-être d'anticiper la fracture de la cupule. De plus, la taille, la localisation et la rugosité des bandes d'usure correspondent aux bandes reportées dans la littérature pour des têtes fémorales explantées (Figure 3.18).

Il a aussi été possible de donner une estimation de la rugosité, un paramètre largement utilisé pour caractériser le niveau d'endommagement et l'état de surface des têtes prothétiques. La rugosité dans la bande d'usure est environ 20 fois plus élevée que celle de la surface non soumise aux chocs.

Un autre indicateur de la sévérité de l'endommagement des têtes est le volume d'usure. La méthode la plus répandue pour calculer le volume d'usure est la mesure gravimétrique ou





**Figure 3.18** Bande d'usure sur a) une tête alumine testée en chocs et b) sur une tête explantée (Magnissalis et al., 2001).

mesure de perte de masse. Il est nécessaire de peser les têtes avant et après les essais en chocs. La résolution de l'appareil de mesure est un des principaux désavantages, car l'usure des céramiques testées en chocs est faible et parfois inférieure à la résolution des balances de laboratoire. Une méthode alternative par profilométrie optique a été développée donnant des valeurs de volume d'usure qui sont cohérentes avec la perte de masse. Quelle que soit la méthode, gravimétrique ou par profilométrie optique, les volumes d'usure sont proches de ceux obtenus par tests de simulateur de marche avec décoaptation ainsi que de ceux des couples alumine/alumine *in vivo*.

Les valeurs de volume d'usure pour l'alumine *in vitro* et *in vivo* sont présentées dans le Tableau 3.4.

Référence	Volume d'usure en solution	Étude
Uribe <i>et al.</i> , 2011	0,18 - 0,28 mm <sup>3</sup> /million de cycles	Tests en chocs
Essner <i>et al.</i> , 2005	0,02 - 0,08 mm <sup>3</sup> /million de cycles	Simulateur de marche
Stewart <i>et al.</i> , 2003b	0,2 - 1,84 mm <sup>3</sup> /million de cycles	Simulateur de marche avec décoaptation
Nevelos <i>et al.</i> , 2001	1 mm <sup>3</sup> /an	Simulateur de marche avec décoaptation
Walter <i>et al.</i> , 2004	0,7 mm <sup>3</sup> /an	Analyse d'explant

**Tableau 3.4** Volumes d'usure reportés dans la littérature pour l'alumine.

En simulateur de marche, les volumes d'usure sont faibles de l'ordre de 0,08 mm<sup>3</sup> par million de cycles. Les études en simulateur de marche avec décoaptation ont révélé des usures jusqu'à 20 fois plus importantes de l'ordre de 1,8 mm<sup>3</sup>, traduisant la dégradation accrue par les chocs. Dans notre étude, nous avons des valeurs plus faibles que ceux reportés par Stewart *et al.* (2003b) dans lequel la décoaptation est faite en utilisant un ressort implémenté dans le simulateur de marche. Ceci implique des valeurs de décoaptation variables pendant la phase d'application de la force. De cette manière, le mécanisme de dégradation par chocs n'est pas exactement le même que celui de nos travaux et donc les volumes d'usure ne sont pas tout à fait comparables. Si on compare avec un explant, le volume d'usure de 0,7 mm<sup>3</sup>/an est

légèrement supérieur à ceux des têtes testées en chocs. Cette valeur ne représente pas une moyenne mais un cas particulier.

La méthode développée pour calculer le volume d'usure est originale et apporte un outil supplémentaire pour l'étude et la caractérisation des PTH. De plus, comparée avec la profilométrie mécanique classique, la technique utilisée est rapide et sans contact, ce qui évite l'endommagement de la surface pendant la mesure.

Dans cette étude, nous n'avons pas constaté de fractures de têtes mais uniquement celles de cupules testées à sec. Dans la littérature, les fractures de tête sont reportées plus fréquemment que celles des cupules. Ce phénomène serait dû à un mauvais ajustement de la tête dans le cône ou un défaut d'usinage du cône de la tête qui introduirait des contraintes importantes. Quand il n'existe aucun de ces problèmes, la rupture de la cupule, soumise à des contraintes de tension, est plus probable que celle de la tête en compression.

La durée de vie des PTH *in vivo* dépend évidemment de l'activité du patient, de son âge et des conditions de l'environnement musculaire et tissulaire, etc. Le niveau d'activité moyen, évalué à un million de cycles par an pour une personne sédentaire, doit être multiplié par trois ou quatre pour une personne très active. Les études en simulateur de marche étaient jusqu'à récemment les seules capables d'apporter des informations sur le mode de dégradation des céramiques, cependant, avec la machine de chocs on est capable de reproduire les mécanismes d'endommagement et les volumes d'usure des prothèses explantées.

## 2 Composites

Les composites alumine-zircone ont été testés sur la machine de chocs afin d'établir une comparaison avec le couple classique alumine/alumine utilisé depuis les années 70 (Boutin, 1972) mais qui présente une résistance à la fracture inférieure à celle des composites (Chevalier, Gremillard, 2009). Le couple de frottement étudié dans cette partie est composé d'une cupule en alumine et d'une tête composite alumine-zircone ou ZTA.

Les composites ZTA et la transformation de phase des grains de zircone ont été présentés dans le chapitre 2. On s'intéresse ici au mécanisme de renforcement par transformation de phase que présente la zircone. Le but est de déterminer si la transformation de phase joue un rôle dans la résistance aux chocs et si les tests en chocs entraînent une transformation de phase supplémentaire. Trois cas particuliers ont été considérés : 3 têtes non vieilles, 3 têtes vieilles 3 heures et 3 têtes vieilles 20 heures. Le vieillissement a été fait dans un four à 134°C à 2 bars de pression. Une heure de vieillissement artificiel correspond à 2-3 ans d'utilisation *in vivo* (Chevalier *et al.*, 1999) soit environ 6 ans *in vivo* pour les têtes vieilles 3 heures et plus de 40 ans pour les têtes vieilles 20 heures. Le vieillissement artificiel a été réalisé à l'INSA de Lyon, Laboratoire Mateis, grâce à la collaboration de L. Gremillard et J. Chevalier.

Dans cette partie, on présente le suivi de l'endommagement des têtes et les résultats de la

caractérisation à la fin des essais. Les conditions de tests, présentées préalablement dans le chapitre 2, sont les mêmes que pour le couple alumine/alumine, à l'exception du fait que tous les tests sont réalisés en solution et que la durée de l'essai est de 900000 cycles.

## 2.1 Durée de vie

Comme pour les couples alumine/alumine, la durée de vie des composites est donnée en nombre de cycles. Néanmoins la compréhension des mécanismes exige une analyse plus approfondie. Le suivi de la bande d'usure permet de faire une comparaison globale très générale de la tenue aux chocs entre ces deux types de céramiques. Afin de déterminer les mécanismes d'usure prédominants, les têtes sont démontées tous les 100000 cycles pour des analyses profilométriques de la rugosité et le suivi de la bande d'usure. Aucune tête ou cupule n'a présenté de fracture. Le Tableau 3.5 résume les résultats en fonction de l'état initial de la tête.

Couple (tête/cupule)	État de la tête	Nombre	Diamètre	Milieu	Durée de vie
ZTA/alumine	Non vieillie	3	28 mm	Solution (sérum bovin)*	>900000
	Vieillie 3 heures	3			
	Vieillie 20 heures	3			

**Tableau 3.5** Résultats de durée de vie des couples testés. \*La concentration du sérum bovin est conforme aux exigences de la norme ISO 14242-1

## 2.2 Caractéristiques de l'usure

Les mécanismes d'usure sont détaillés à l'échelle macroscopique par la largeur des bandes et microscopique par la rugosité et le volume d'usure.

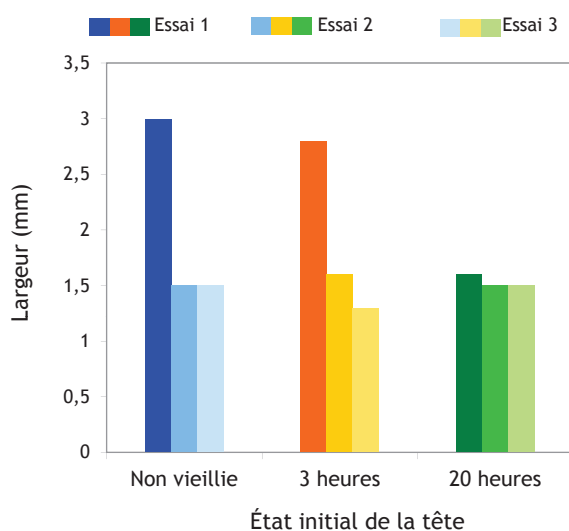
### 2.2.1 Bande d'usure

Sur toutes les têtes, une bande d'usure supérieure est observée à l'endroit du contact avec le bord de la cupule, entre 70° et 90° selon le repérage des positions angulaires décrits précédemment (Figure 3.1). Cette bande apparaît dans les premiers 150000 cycles et elle atteint 1,5 mm en moyenne à la fin de l'essai, après 900000 cycles. La largeur et la longueur de la bande augmentent lentement pendant toute la durée de l'essai. Une deuxième bande d'usure inférieure s'est aussi formée sur les têtes mais elle est à peine observable et difficilement mesurable. De ce fait, cette deuxième bande d'usure n'a pas été prise en compte pour les analyses de volume d'usure ou de rugosité.

## Rôle du vieillissement

Sur toutes les têtes, la forme, la localisation et la largeur de la bande d'usure sont identiques (Figure 3.19). On a testé dans l'ordre, une tête non vieillie, vieillie 3 heures et vieillie 20 heures et on a répété la même procédure deux fois.

Les deux premiers essais qui ont été réalisés sont donc une tête non vieillie et une tête vieillie 3 heures. Pour ces deux premiers cas, la fréquence de la machine a été de 1,3 Hz au lieu de 2 Hz. Des bruits importants ont été entendus pendant ces essais. De ce fait, on pense que la force appliquée aurait pu atteindre plus de 9 kN. On constate en effet une dégradation plus importante pour ces deux têtes, sur lesquelles s'est formée une bande supérieure très large, d'environ 3 mm (Figure 3.19). Si on enlève ces deux essais, on observe que les résultats ne sont pas dispersés (Figure 3.20). Par la suite on ne tiendra compte de ces deux essais ni pour le calcul du volume d'usure ni pour la rugosité.

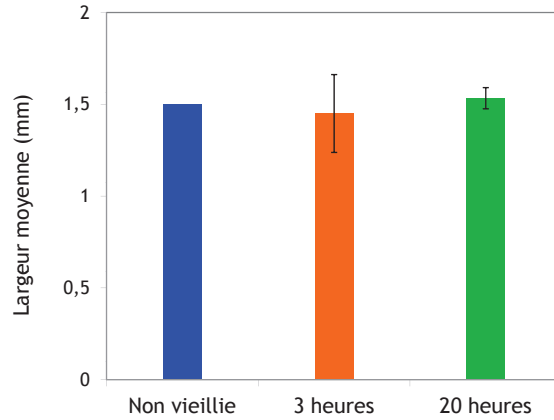


**Figure 3.19** Largeur moyenne de la bande d'usure sur les têtes composites en fin d'essai.

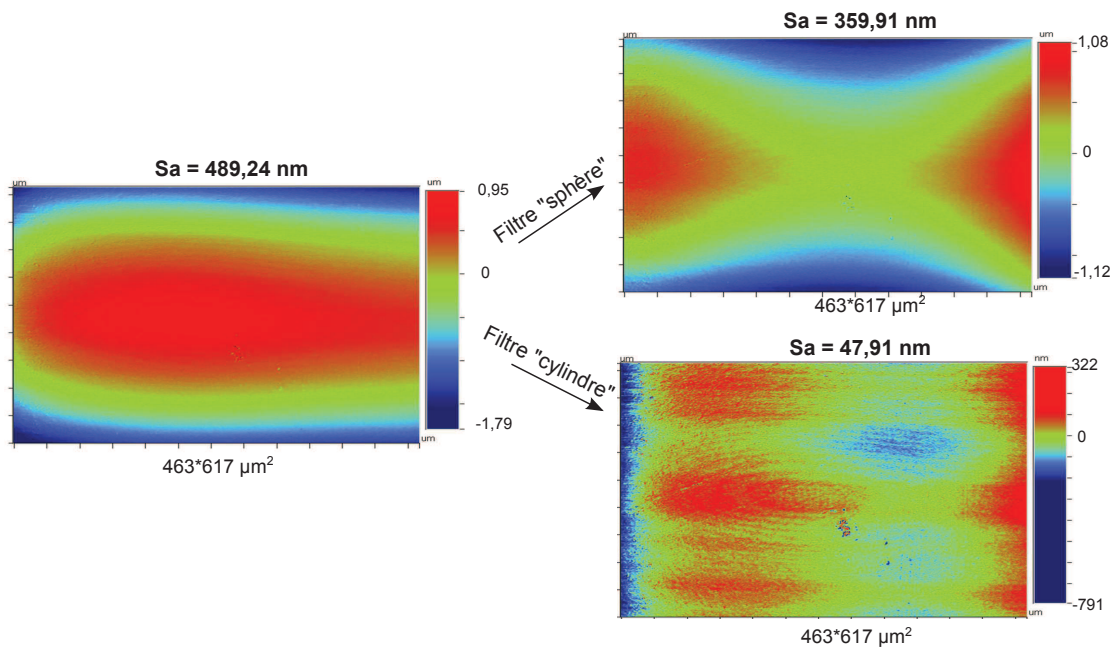
### 2.2.2 Rugosité

Les mesures de rugosité ont été effectuées à l'aide du profilomètre optique (cf. Chapitre 2). Les paramètres sont les mêmes que pour l'alumine : FoV 1,0 et Objectif x10. La taille analysée avec cette configuration d'objectif et d'ouverture de champ est de  $463 \times 617 \mu\text{m}^2$ . Quand on analyse une tête sphérique, il est nécessaire d'appliquer un filtre une fois l'image obtenue pour enlever l'effet de la forme. Pour la surface non usée, on utilise simplement le filtre de sphéricité. Dans la bande d'usure la topologie de la surface est différente et un filtre cylindre a été choisi. La Figure 3.21 met en évidence la différence entre les deux filtres.





**Figure 3.20** *Largeur moyenne de la bande d'usure sur les têtes composites en fin d'essai. Les premiers essais non vieilli et vieilli 3 heures n'ont pas été pris en compte.*

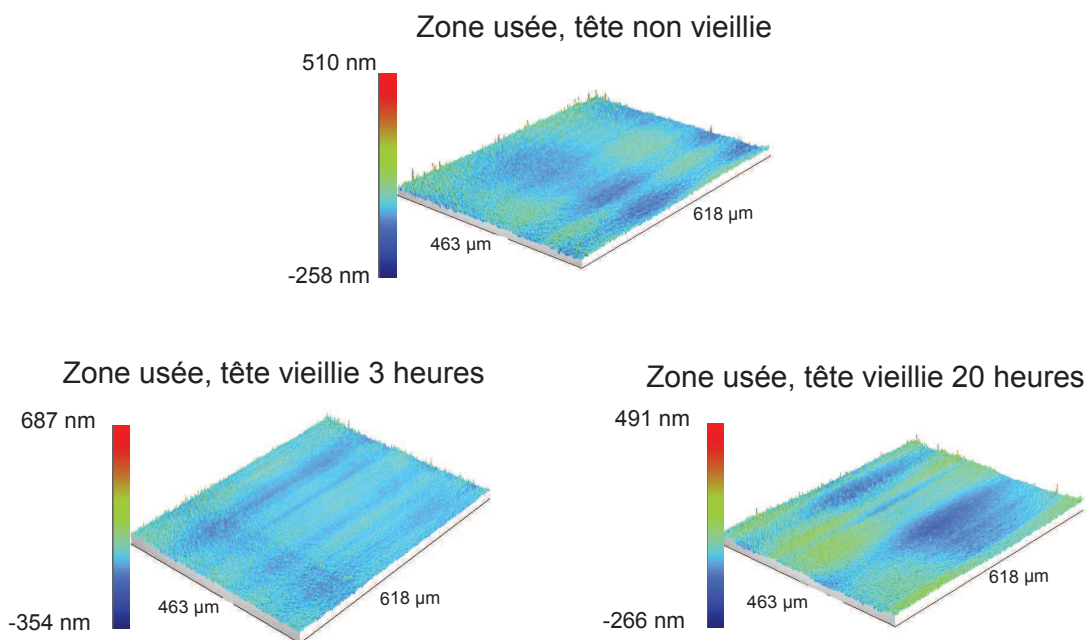


**Figure 3.21** *Comparaison des filtres cylindrique et sphérique pour le traitement des images de profilométrie.*

On observe que la zone usée correspond plus à un cylindre qu'à une sphère. Le filtre sphère introduit des erreurs et donne une fausse topographie. Le filtre cylindre donne une topographie plus réelle où on observe des traces d'usure plus cohérentes. Cela s'explique par le fait que dans la bande d'usure des composites, la matière est compactée et aplatie. Pour tenir compte de cette nouvelle topographie induite par la dégradation, le filtre "cylindre" a été utilisé.

### Rôle du vieillissement

Le vieillissement des têtes avant les essais en chocs jouerait un rôle important sur la dégradation des céramiques composites alumine-zircone. Étant donné que la transformation de phase est accompagnée d'une augmentation de volume, dans les têtes vieilles elle pourrait entraîner un changement important du matériau en surface et quelques grains transformés seraient visibles comme des pics ou 'spots'. Les têtes vieilles 20 heures devraient ainsi présenter plus de 'spots' à la surface que les têtes vieilles 3 heures et encore plus que les têtes non vieilles. Néanmoins les observations au MEB et par profilométrie n'ont pas permis d'établir une différence entre les trois têtes (Figure 3.22). Dans les trois cas, les 'spots' sont rares et sont répartis de manière aléatoire sur la tête : aucune différence entre les zones usée et non usée n'a été mise en évidence.

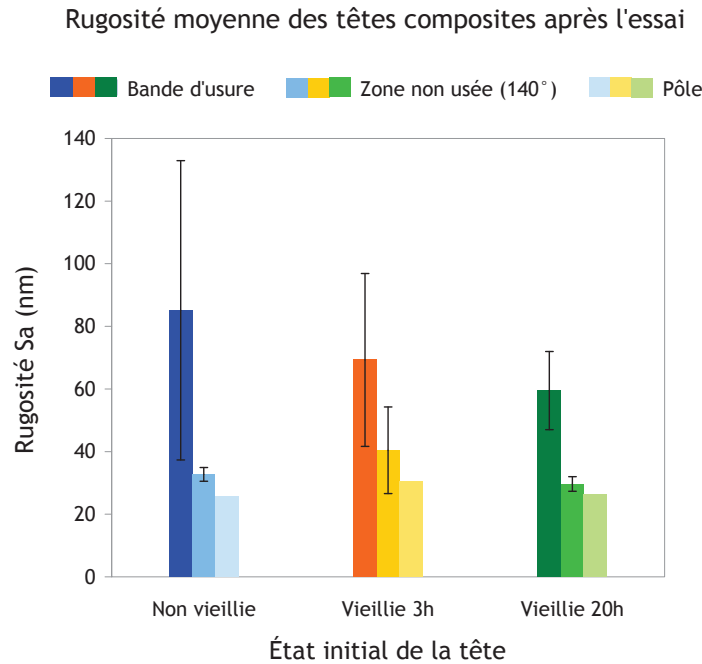


**Figure 3.22** Images de la zone usée observée par profilométrie, filtre cylindrique. Profil 3D des trois têtes étudiées : non vieillie, vieillie 3 heures et 20 heures.

La rugosité étant un paramètre qui caractérise l'état de surface, elle serait fortement influencée par le changement de phase qui entraînerait des modifications de la surface. Néanmoins, on observe que la surface de toutes les têtes, quel que soit le vieillissement, présente la même topographie que ce soit à l'intérieur de la bande d'usure ou dans la zone non usée. Par conséquent, les valeurs de rugosité sont très proches pour toutes les têtes (Tableau 3.6 et Figure 3.23). La rugosité moyenne pour une zone usée est de 70 nm et pour une zone non usée d'environ 34 nm.

Tête	Rugosité Sa (nm)		
	Bande d'usure	Zone non usée (140°)	Sa_usée/Sa_non usée
Non vieilli	85,1	32,7	2,6
Vieilli 3h	69,3	40,4	1,7
Vieilli 20h	59,5	29,6	2,0

**Tableau 3.6** Rugosité dans la zone usée et non usée des têtes composites alumine-zircone (ZTA) après les essais en chocs.



**Figure 3.23** Rugosité des têtes composites dans la bande d'usure et dans des zones non usées.

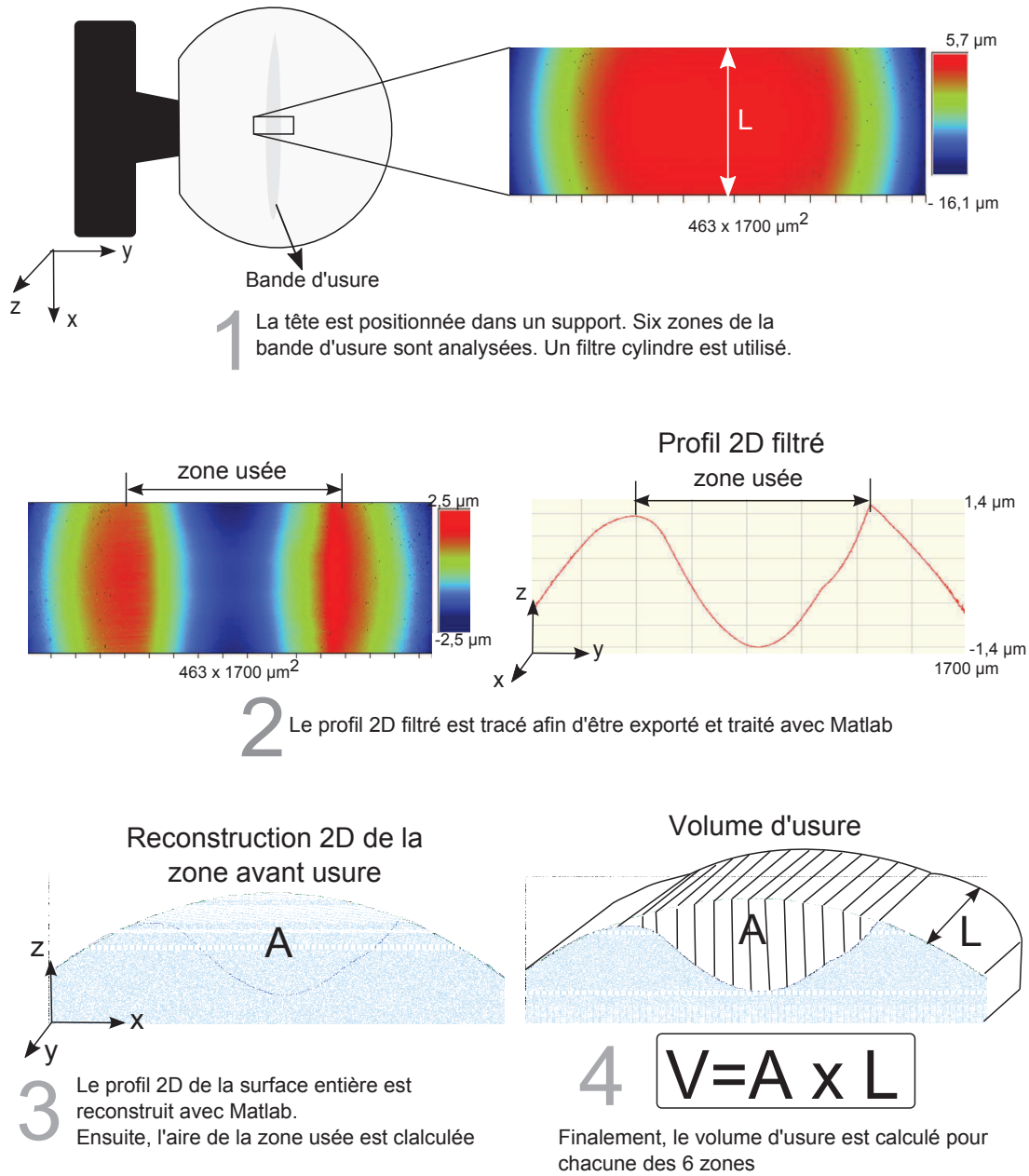
### 2.2.3 Volume d'usure

L'usure des têtes céramiques est un phénomène complexe auquel contribuent simultanément les propriétés mécaniques et topographiques des surfaces. Dans cette étude, on a donc voulu comprendre l'effet du vieillissement artificiel sur les propriétés mécaniques des têtes fémorales, notamment la résistance à l'usure par chocs. Comme pour l'alumine, deux techniques sont possibles : une méthode par profilométrie optique développée dans cette étude et la méthode classique dite gravimétrique ou par perte de masse.

#### Calcul par profilométrie optique

Le protocole utilisé (Figure 3.24) consiste à faire une image par profilométrie optique dans la zone usée. Étant donné que la taille maximale de l'image est inférieure à  $1 \text{ mm}^2$  et que les bandes vont jusqu'à quelques millimètres en largeur, il a été nécessaire de faire un "stitching"

automatique. Ceci consiste en plusieurs images collées automatiquement afin d'avoir une seule image qui prenne toute la largeur de la bande.



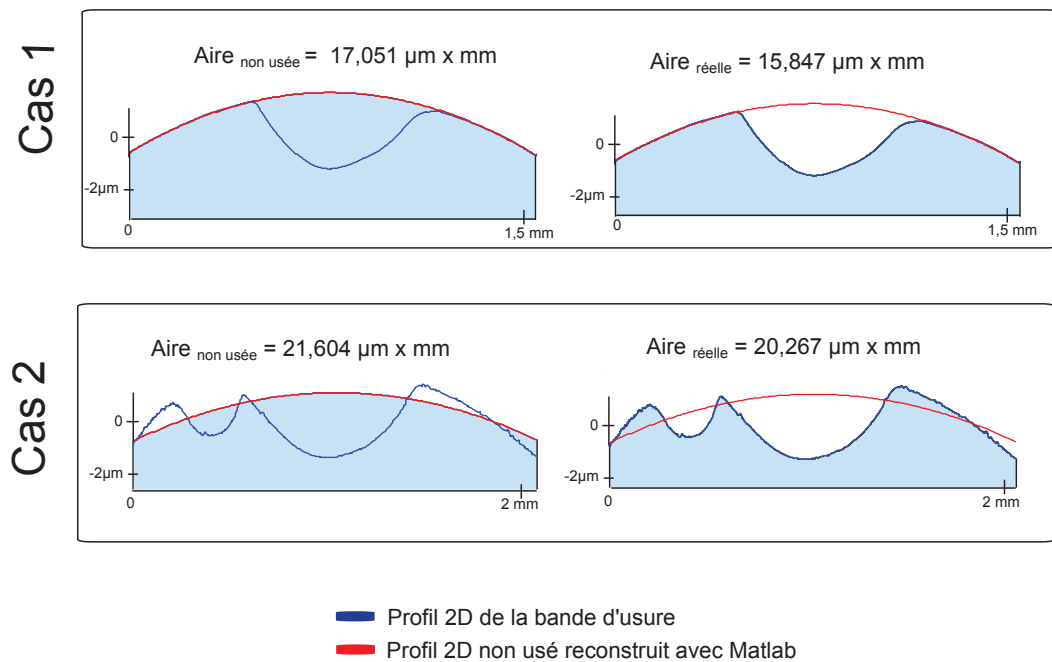
**Figure 3.24** Méthode pour calculer le volume d'usure des têtes composites ZTA.

Six images de la bande d'usure de chaque tête sont faites et un filtre cylindrique est appliqué. Pour chaque image, un profil 2D est ensuite exporté et traité avec Matlab® pour reconstruire le profil que devait avoir la surface avant le test en choc et en soustraire l'aire du profil usé, et obtenir ainsi l'aire usée. Pour arriver à la mesure finale du volume d'usure, on a fait l'hypothèse que le profil 2D de la section transversale de la bande d'usure ne varie pas dans le sens de la

longueur de la bande. Ainsi, il suffit de tracer un seul profil 2D au milieu de la bande par exemple, et de multiplier ensuite par la largeur de l'image (direction L sur Figure 3.24, 1).

Ce protocole est similaire à celui utilisé pour les têtes en alumine. Cependant, il est plus précis puisqu'il est possible d'avoir toute la bande d'usure dans une seule image, ce qui n'est pas le cas pour les têtes en alumine, où des hypothèses ont été faites pour tracer le profil 2D de la bande d'usure.

**Limites de la méthode développée** La mesure du volume d'usure des têtes composites est faite en faisant la différence avec Matlab® du profil 2D des zones non usée et usée. Cette méthode, très rapide et simple, est très précise pour les bandes d'usure dont la section transversale a une forme régulière (Figure 3.25, cas 1). Pendant le suivi de la largeur des bandes d'usure, il a été remarqué que les bandes se forment à partir de petites bandes, qui se rejoignent pour former une seule bande. Néanmoins, aux extrémités des bandes, il arrive qu'on observe encore deux bandes (Figure 3.25, cas 2). Ce phénomène a rendu difficile la reconstruction du profil non usé avec Matlab®.

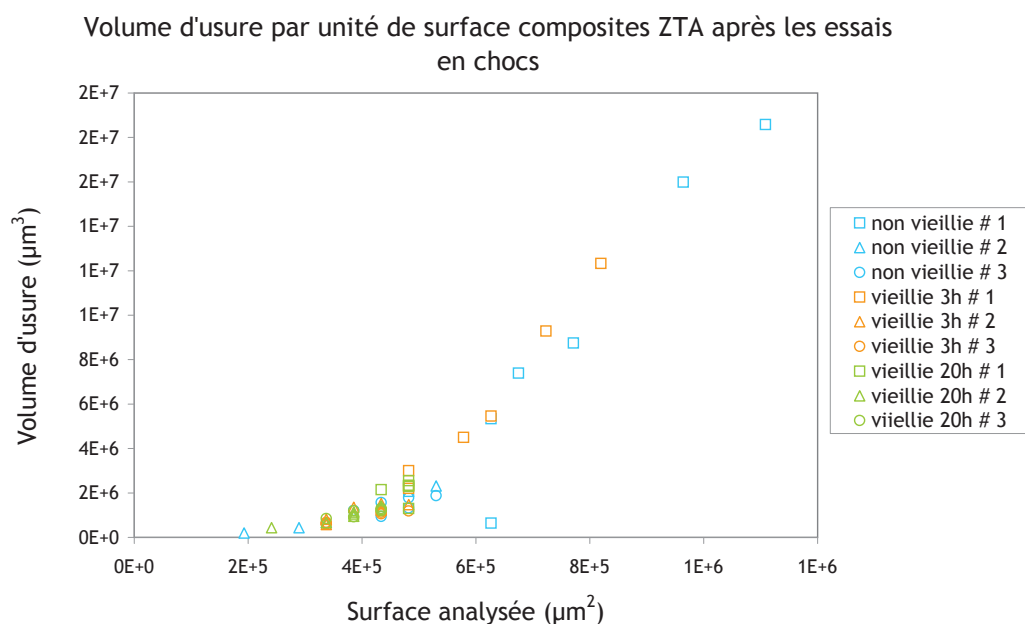


**Figure 3.25** Comparaison de deux surfaces possibles pour le calcul du volume d'usure des têtes ZTA. Cas 1, la bande présente une forme régulière et donc le profil reconstruit avec Matlab® est satisfaisant. Par contre, dans le cas 2, la bande a une forme irrégulière ; le profil 2D tracé avec Matlab® pour la zone non usée n'est pas précis.

Pour tracer correctement le profil de la zone non usée sur la bande d'usure, il est nécessaire

d'avoir un nombre de points de la zone non usée suffisamment grand pour pouvoir faire passer une courbe avec précision. Pour quelques zones analysées, comme le cas 2 de la Figure 3.25, le nombre de points de la surface non usée est faible et donc le profil non usé imprécis.

**Rôle du vieillissement** Les résultats du volume d'usure par unité de surface analysée ne sont pas dispersés (Figure 3.26). On obtient ainsi des volumes d'usure inférieurs à  $4 \times 10^6 \mu\text{m}^3$  pour des surfaces de  $5 \times 10^5 \mu\text{m}^2$  à l'exception des données pour le premier essai d'une tête non vieillie et d'une tête vieillie 3 heures, pour lesquels la surface de la zone usée est plus importante et donc un volume d'usure plus grand est obtenu. Ces deux essais ont été les premiers réalisés et ceux pour lesquels la bande d'usure était la plus large. L'hypothèse de la basse fréquence de 1,3 Hz qui entraînerait des forces supérieures à 9kN est ainsi confirmée. Pour toutes les autres têtes, le vieillissement artificiel n'aurait aucun effet. Ceci pourrait s'expliquer par le fait que toutes les têtes ont le même état de surface avant les tests sans que le vieillissement n'ait entraîné des changements importants sur la surface des têtes.



**Figure 3.26** Volume d'usure des composites ZTA à la fin des essais. Calcul par profilométrie et pesée.

Le volume d'usure final a été calculé en tenant compte de toute la surface de la bande d'usure. Ainsi pour chacune des 6 images, un volume d'usure total est obtenu en multipliant les valeurs par unité de surface par la surface totale. Le volume total sera présenté avec les résultats de perte de masse.

### Méthode gravimétrique

Cette méthode est basée sur la perte de masse. La masse usée est calculée comme la différence de masse entre la masse avant et après l'essai en chocs. Les mesures sont effectuées sur une balance avec une précision de 0,1 mg pour les masses supérieures à 33 g.

Les pertes de masse les plus importantes correspondent aux têtes des deux premiers essais, non vieilles et vieilles 3 heures (Figure 3.27). Pour la tête non vieilles un éclat d'environ 3 mm de diamètre a été observé sur la tête. Ceci expliquerait une perte de masse importante mais un volume d'usure par profilométrie petit car cet éclat n'est pas pris en compte pour les calculs. À part les deux têtes mentionnées, un test Anova ( $p=0,05$ ) a confirmé qu'il y a pas d'écart significatif entre les pertes de masse.

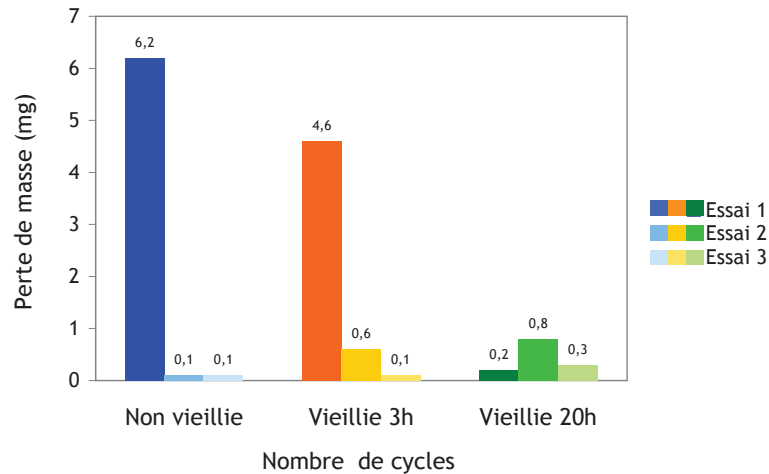
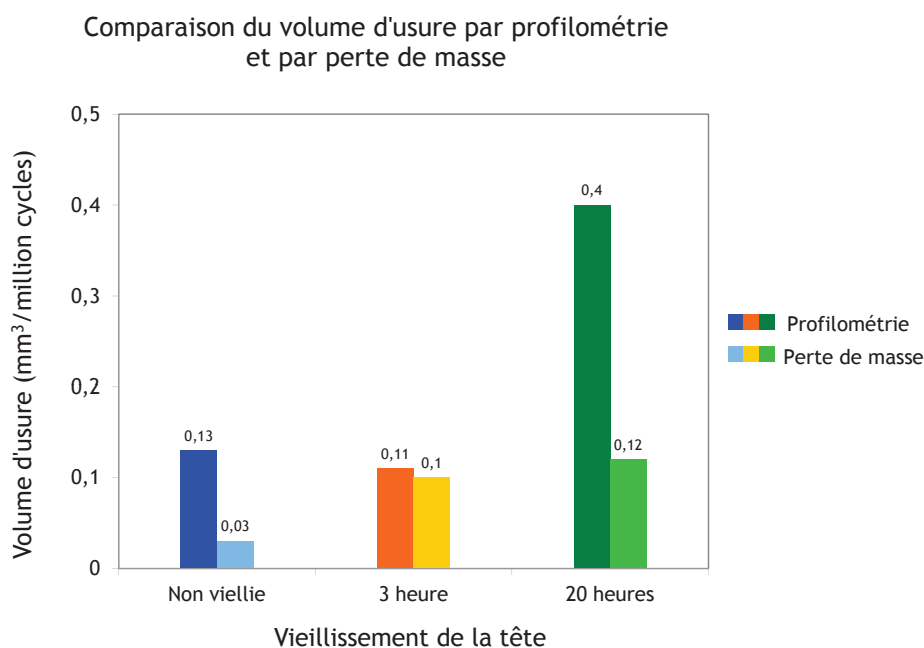


Figure 3.27 Perte de masse des têtes ZTA.

Nous avons constaté le phénomène de fretting corrosion du cône en Ti-6Al-4V contre la tête en alumine. Ceci a été confirmé par la présence du liquide entre la tête et le cône et des débris métalliques en fond de cône. De plus le fait de démonter les têtes régulièrement pendant l'essai pour faire les mesures de rugosité entraîne une probable perte de masse en fond de cône. De ce fait, la perte de masse est un indicateur de l'endommagement des têtes dans leur globalité et non uniquement à cause des chocs. Ainsi, la perte de masse ne devrait pas être utilisée pour calculer le volume d'usure dans les tests *in vitro*, car *in vivo* cette perte de masse "accessoire" n'a pas lieu. Néanmoins, étant donné que c'est une technique très répandue pour calculer les volumes d'usure, on la prend comme référence pour valider la méthode par profilométrie optique.

### Comparaison des deux méthodes

Le volume total calculé avec les deux méthodes est comparé, Figure 3.28. Les deux méthodes donnent des valeurs similaires, à exception de la tête vieilles 20 heures. Il est possible que pour cette tête au moment de la pesée il restait des débris métalliques ou du liquide en fond de cône. De cette manière, la balance mesure une masse supérieure à la masse réelle de la tête. Il est important de noter qu'il n'y a pas de différence significative entre les têtes non vieilles et vieilles 3 heures, mais qu'à partir de 20 heures, le volume d'usure semble plus important. Un vieillissement de 20 heures correspond *in vivo* à 40 ans d'utilisation.



**Figure 3.28** Comparaison du volume d'usure moyen des têtes composites calculé par perte de masse et par profilométrie optique.

Chaque méthode de mesure de l'usure présente des avantages et des inconvénients. Le calcul par perte de masse a l'avantage d'être très simple et de pouvoir être utilisé sans démonter les têtes du support si on considère que le cône métallique ne s'use pas et que la perte de masse est uniquement due à l'usure de la tête. Le principal inconvénient est lié à la résolution de l'appareil de mesure, dans ce cas, la balance. La méthode gravimétrique convient pour d'autres types de matériaux avec des usures importantes comme les polymères (Norme ISO 14242-3). Les céramiques, beaucoup plus dures que les polymères, sont très résistantes à l'usure et donc, la mesure gravimétrique présente des limites pour mesurer leur dégradation.

Contrairement à la balance, la profilométrie optique peut détecter des volumes d'usure très faibles correspondant à des pertes de masse inférieures à 0,1 mg. La technique développée est précise mais elle est plus longue à mettre en place pour un échantillon donné puisque les filtres utilisés peuvent varier en fonction du type de dégradation.

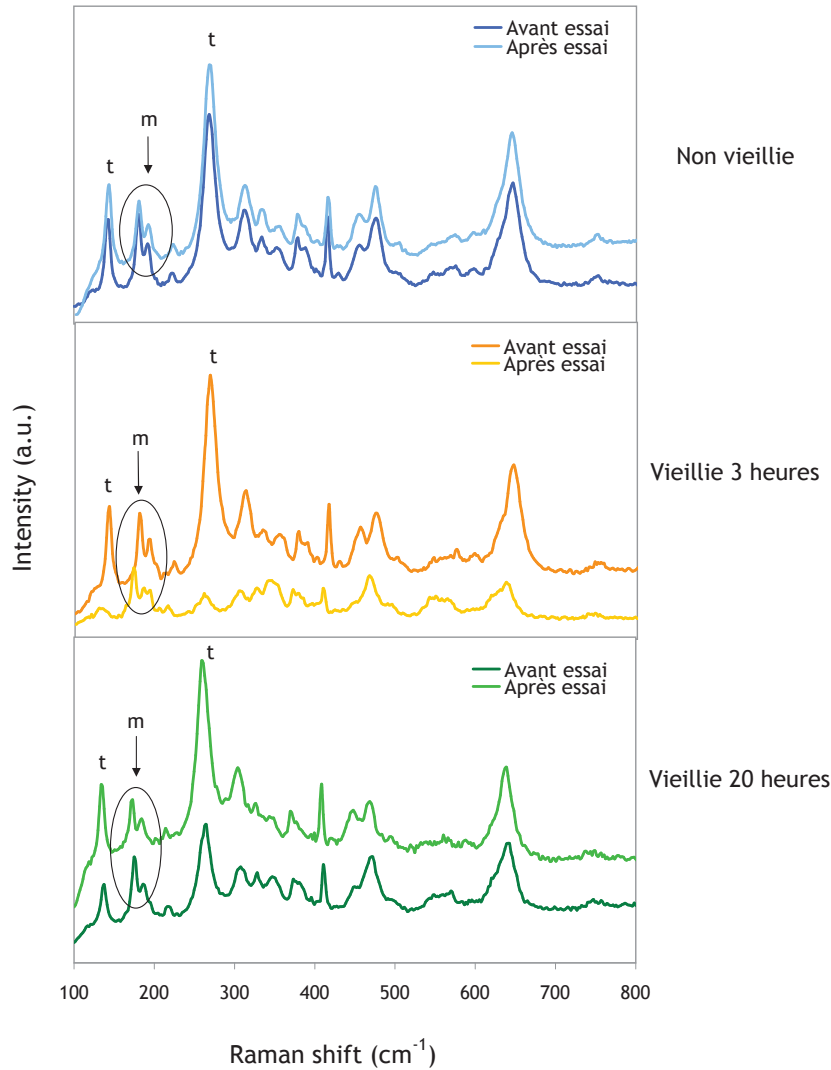
### 2.3 Changement de phase $t \rightarrow m$

Le changement de phase des têtes composites a été étudié par spectrométrie Raman. Les analyses ont été réalisées à l'École Normale Supérieure de Lyon sur le spectromètre Raman Horiba Jobin Yvon HR800. Cette technique permet d'identifier si une transformation  $t \rightarrow m$  a eu lieu. Les têtes de zircon et les composites alumine-zircon peuvent présenter une transformation de phase à température ambiante ou sous contrainte.

Afin de déterminer si les tests en chocs entraînent cette transformation, une analyse par



spectrométrie Raman a été faite sur chacune des 3 têtes, non vieilles, vieilles 3 heures et vieilles 20 heures. Le spectre Raman avant et après les chocs est montré dans la Figure 3.29.



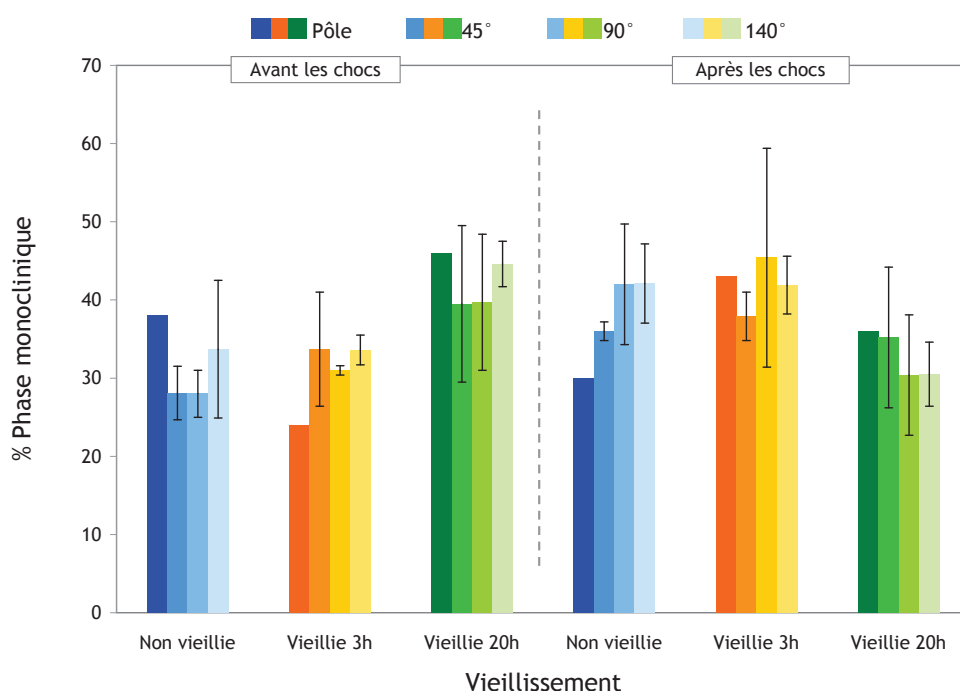
**Figure 3.29** Spectres Raman pour les 3 cas; non vieilles, vieilles 3 heures et vieilles 20 heures. Deux pics correspondant à la phase *t* apparaissent vers  $140$  et  $260$   $\text{cm}^{-1}$  et un double pic correspondant à la phase *m* apparaît entre  $180$  et  $190$   $\text{cm}^{-1}$ .

La Figure 3.30 compare le pourcentage de phase *m* pour des têtes testées avant et après chocs. Les zones étudiées sont la zone usée, la zone non usée et une zone à environ  $140^\circ$ . A partir des spectres Raman, le pourcentage de phase *m* a été calculé à l'aide de l'équation de Clarke et Adar (Clarke, Adar, 1982) présentée dans le Chapitre 2.

Afin de déterminer s'il existe une différence significative entre les valeurs de phase *m* (%*V<sub>m</sub>*) avant et après les tests en chocs, un test ANOVA ( $p=0,05$ ) de moyennes a été effectué. Les tests ANOVA entre les têtes avant et après chocs, pour les zones analysées en spectrométrie Raman,

montrent une différence de taux de phase m seulement à 90° (équateur) pour la tête non vieillie, à 140° pour la tête vieillie 3 heures et vieillie 20 heures. Mais, plus globalement, on remarque la présence de la phase m dans les trois têtes avant les essais et aucune différence importante après les chocs. Ceci voudrait dire que les chocs n'ont pas d'effet sur la transformation de phase.

Les têtes vieillies 20 heures présentent le même type de dégradation que les têtes vieillies 3 heures et non vieillies. Les analyses en spectrométrie Raman ont montré que la phase m était présente dans toutes les zones (au pôle, 45°, 90° et 140°). De cette manière, on n'a pas pu confirmer que la transformation de phase avait lieu préférentiellement dans les endroits de plus grand frottement entre 45° et 90°.



**Figure 3.30** Taux de phase m, %Vm, pour les têtes ZTA. La valeur à 90° correspond à la bande d'usure pour les mesures après les chocs.

Aucune différence significative n'a été mesurée entre les trois cas étudiés. Il est possible de confirmer par ce biais que les trois têtes testées sont très similaires quant à la transformation de phase et que les tests en chocs n'ont pas eu d'influence sur cette transformation.

## 2.4 Discussion

Les têtes composites ont été testées en solution contre des cupules en alumine. Aucune tête ou cupule n'a cassé. Afin de comprendre le phénomène de transformation de phase de la zirconie présente dans les composites, nous avons testé trois cas particuliers pour les têtes : tête sans vieillissement, vieillissement court de 3h (équivalent à 6 ans *in vivo*) et vieillissement long durant 20h (plus de 40 ans d'utilisation *in vivo*).

Les tests se déroulant en solution, des bandes d'usure ont été observées uniquement après les premiers 150000 cycles. Une bande d'usure supérieure s'est formée et s'est élargie lentement jusqu'à la fin de l'essai. Une bande inférieure a été aussi remarquée mais difficile à mesurer. Ceci est valable pour tous les essais quel que soit le vieillissement de la tête. Le type de dégradation et les valeurs de rugosité sont aussi similaires pour les trois types de têtes. La faible augmentation de rugosité (de l'ordre de 2-3 fois) entre la zone usée et non usée et les faibles valeurs de volume d'usure montrent que les composites présentent une grande résistance à l'usure et aux chocs.

A l'exception des deux premiers essais réalisés (non vieilli et vieilli 3 heures), les résultats sont similaires pour toutes les têtes, indépendamment du vieillissement. Le vieillissement n'a pas eu d'influence sur la résistance à l'usure par chocs. On a constaté que les trois types de têtes présentaient des pourcentages de phase m similaires avant l'essai. Les essais en chocs ne semblent pas entraîner une transformation de phase. Avant chocs et avant vieillissement, le pourcentage de phase m est relativement important, de l'ordre de 30%. Il est possible qu'une partie de la transformation de phase ait eu lieu lors du procédé de fabrication (polissage, usinage). Cette hypothèse n'a pas pu être vérifiée puisqu'aucune mesure n'a été réalisée au cours du processus de fabrication.

Il est important de noter que le volume d'usure mesuré par profilométrie pour les têtes vieilles 20 heures semble être supérieur à celui des têtes vieilles 3 heures. Ceci indique que au-delà de 20 heures, ou 40 ans d'utilisation, une usure plus importante serait obtenue pour les composites. Toutefois, il est probable que cette augmentation de l'usure avec le vieillissement intervienne avant les 20 heures d'autoclave. D'autres tests avec différents temps de vieillissement artificiel devraient être faits afin d'étayer cette hypothèse.

Les valeurs de rugosité et de pourcentage de phase m des têtes composites après les chocs sont similaires à ceux reportés dans la littérature mesurés sur des explants et *in vitro* sur simulateur de marche avec décoaptation (Tableau 3.7). Pour les deux explants de Clarke *et al.*, la technique utilisée pour calculer le pourcentage de phase m étant la diffraction de rayons X, on peut dire uniquement que l'ordre de grandeur est cohérent avec nos résultats, obtenus par spectroscopie Raman. Concernant les valeurs de rugosité, la technique est la même que celle utilisée pour nous, la profilométrie optique. Nos résultats entre 30 et 85 nm sont dans l'intervalle de ceux reportés dans la littérature entre 20 et 141 nm.

On remarque que le fait d'avoir une grande rugosité ne se traduit pas toujours par une transformation de phase importante. Afin de déterminer la sévérité de la dégradation il faudrait ainsi mesurer le volume d'usure sur des explants. Le volume d'usure, directement lié aux débris d'usure, est un bon indicateur de la fiabilité de ces biomatériaux.

Le volume d'usure des têtes composites a été calculé par profilométrie optique et par mesure gravimétrique. Dans la littérature les données sur les volumes d'usure des explants composites alumine-zircone n'ont pas été trouvés. Les composites alumine-zircone ont été développés et

Référence	Couple	Détail	% Phase monoclinique sur la tête		Rugosité (mm) de la tête		Volume d'usure (mm <sup>3</sup> /million de cycles)	
			Valeur	Méthode	Valeur	Méthode	Valeur	Méthode
Ce travail	ZTA/alumine	Tests en chocs	42	Spectroscopie	85	Profilométrie	0,13/0,03	Mesure gravimétrique / profilométrie
	ZTA 3h/alumine		45		69		0,11/0,10	
	ZTA 20h/alumine		30		Raman		30	
Clarke <i>et al.</i> 2009	ZTA/alumine	Simulateur de marche avec décoaptation	24	Spectroscopie	—	Profilométrie	0,5	Mesure gravimétrique
	ZTA/ZTA		26		Raman		0,2	
	ZTA		32-40		DRX		55-141	
Stewart <i>et al.</i> 2003a	ZTA/alumine	Simulateur de marche avec décoaptation	—	—	20-130	Profilométrie	0,51	Mesure gravimétrique
	ZTA/ZTA		—		—		0,12	

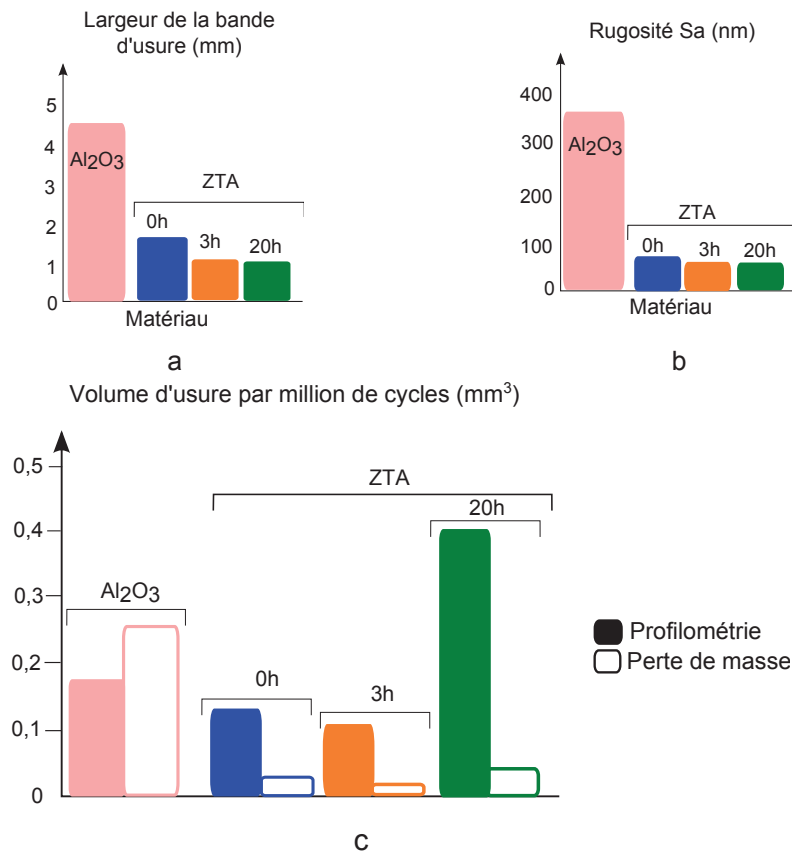
Tableau 3.7 Comparaison avec la littérature des volumes d'usure des têtes ZTA testées en chocs.

implantés récemment, d'où l'impossibilité de comparer les valeurs de volume d'usure obtenues *in vitro* avec des explants. Toutefois, les valeurs de volume d'usure obtenus en chocs, comprises entre 0,1 et 0,4 mm<sup>3</sup>/million de cycles sont cohérentes avec celles trouvées *in vitro* dans d'autres études (Tableau 3.7).

La durée de vie des PTH céramiques est actuellement d'environ 15 ans. Avec le vieillissement de la population et la pose de prothèses chez des patients jeunes et actifs, il est important d'améliorer les procédés de fabrication et les matériaux afin de minimiser le plus possible le vieillissement des composites.

### 3 Comparaison alumine et composites

Un aperçu global des résultats des têtes en alumine et des têtes composites testées en solution est présenté dans la Figure 3.31.



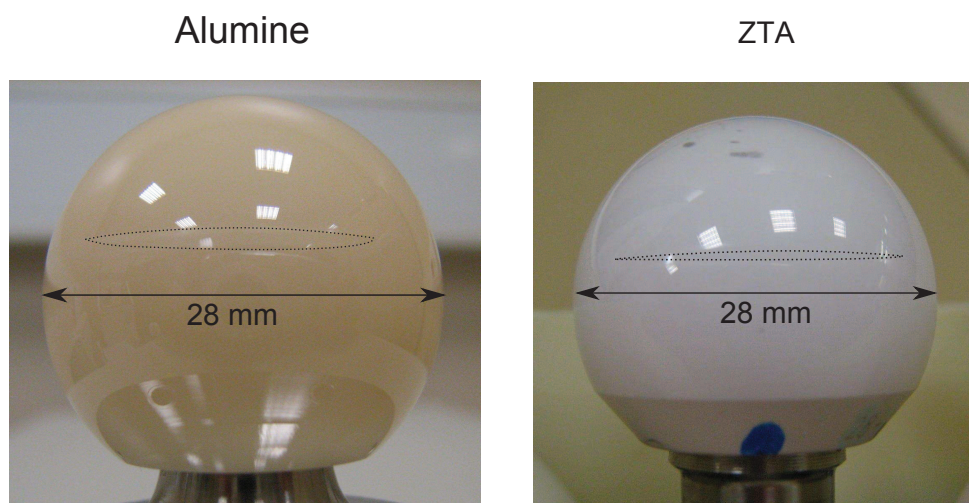
**Figure 3.31** Comparaison graphique : alumine ( $Al_2O_3$ ) vs. composites (ZTA) non vieilli (0h), vieilli 3 heures (3h) et vieilli 20 heures (20h).

Après les essais en chocs et la caractérisation réalisée, il est possible de conclure que, d'une manière générale, les têtes en alumine se dégradent plus rapidement que celles en composites alumine-zircone. La durée en terme de cycles a été la même pour les deux types de matériau puisqu'aucune fracture n'a été observée. Néanmoins les analyses et les caractérisations réalisées

après les essais en chocs mettent en évidence des points clés concernant la plus grande résistance des composites alumine-zircone face à l'alumine.

### 3.1 Bandes d'usure

Sur les têtes en alumine, deux bandes d'usure apparaissent très rapidement (à partir de 150000 cycles) pour les essais en solution, d'une largeur de 1 mm environ, ce qui correspond à la largeur de la bande en fin d'essai pour les têtes ZTA testées en solution. Après les essais, les bandes sur les deux matériaux présentent une forme et une localisation similaires (Figure 3.32). A la différence de l'alumine, les composites ne présentent qu'une bande d'usure supérieure. Néanmoins, une trace d'usure très faible est observée dans la partie inférieure sans qu'elle puisse être considérée comme une bande. Les bandes sur les composites sont peu profondes, avec une rugosité moins importante que celles de l'alumine. La vitesse d'accroissement de la longueur de la bande est similaire pour les deux types de matériau testés en solution.



**Figure 3.32** Comparaison des bandes d'usure sur une tête alumine et une tête ZTA testées en solution, diamètre 28 mm.

### 3.2 Type de dégradation : analyse en MEB

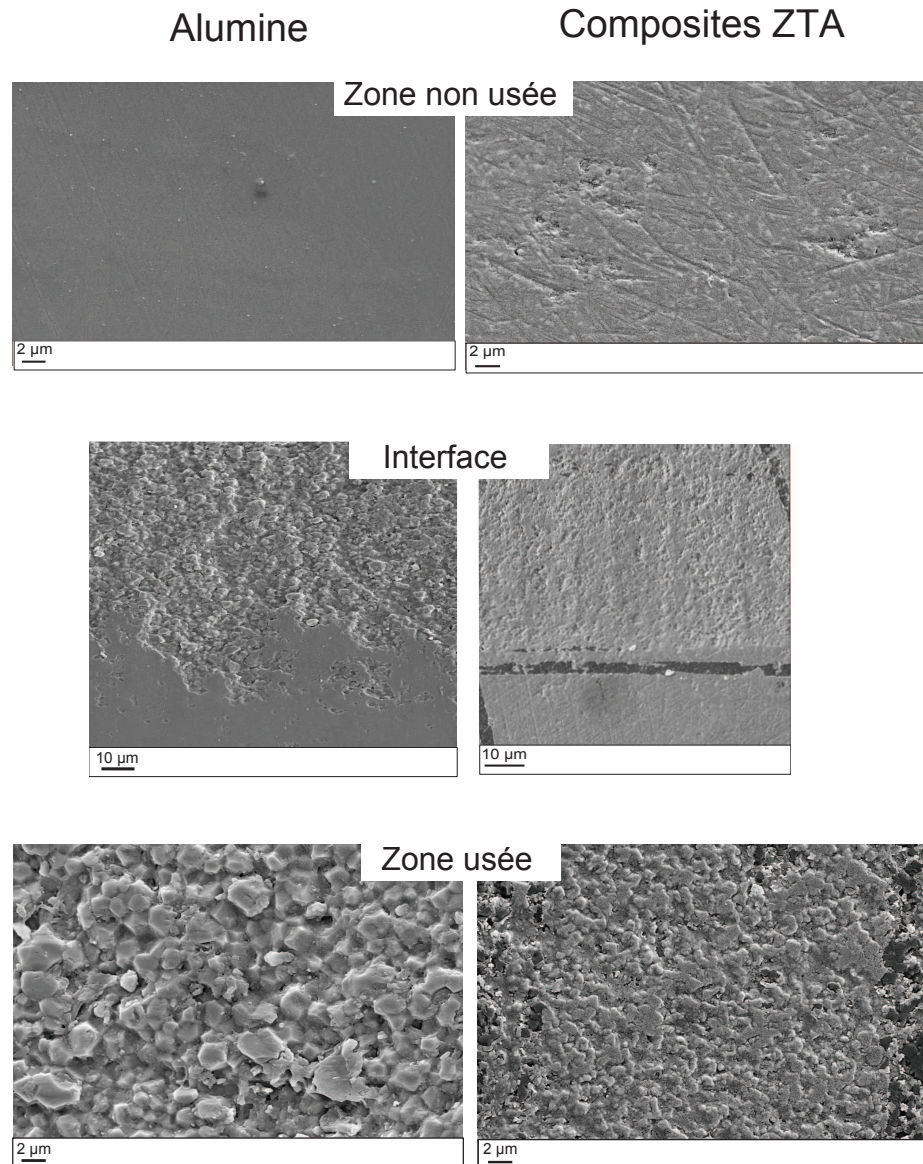
Les observations par profilométrie optique et MEB (Figure 3.33) des têtes après les tests en chocs, ont mis en évidence la principale différence de topologie de surface entre l'alumine et les composites alumine-zircone.

Pour l'alumine la dégradation se fait par un arrachement de grains. Sur les composites ZTA, dans la bande d'usure, le matériau paraît plus homogène et moins usé que l'alumine. A la différence de l'alumine, les grains ne sont pas arrachés mais tassés dû à un comportement plastique au niveau local dans la zone usée (Deville *et al.*, 2006). Cette plasticité locale permet d'élever considérablement la ténacité des têtes composites.

Comme les têtes en composite ne présentent pas de différence significative dans le pourcentage



de phase m, l'hypothèse d'augmentation de la tenacité par transformation de phase ne peut pas être retenue.



**Figure 3.33** Images MEB : comparaison entre une tête en alumine et une tête en composite ZTA vieillie 20 heures, tests en solution, diamètre 28 mm.

### 3.3 Rugosité

Les valeurs de rugosité des composites sont très faibles comparées à celles de l'alumine. La rugosité est un facteur déterminant pour la durabilité des céramiques et il est directement lié au volume d'usure. La rugosité de la zone usée des couples alumine/alumine est multipliée par un facteur de 20 environ par rapport à une zone non usée, alors que pour les composites ce facteur n'est que de 2 ou 3. La zone usée des têtes en alumine est beaucoup plus accidentée que celle des têtes composites (Figures 3.31 b).

### 3.4 Volume d'usure

Le volume d'usure a été mesuré par profilométrie optique pour les deux matériaux. Les valeurs par unité de surface sont les mêmes pour les composites et pour l'alumine. Néanmoins, la surface totale de la bande d'usure des composites est inférieure, ce qui entraîne un volume d'usure total plus faible que celui de l'alumine. Le volume d'usure total de l'alumine est trois fois plus élevé que celui des têtes composites non vieillie et vieillie 3 heures (Figure 3.31 c).

Dans la littérature, différentes études de têtes explantées en alumine, donnent des valeurs similaires à celles calculées par profilométrie optique pour les têtes testées en chocs. Les composites étant des céramiques implantées depuis une dizaine d'années, les cas d'explants dans la littérature sont rares. Il reste donc à vérifier que nos résultats sont aussi cohérents avec ceux qui pourront être mesurés ultérieurement sur des explants.

## Conclusion

Les résultats que nous avons présentés ne concernent que les têtes fémorales. Nous n'avons pas testé de cupules en composite. Des tests en simulateur de marche avec décoaptation (Stewart *et al.*, 2003a, Clarke *et al.*, 2009) ont montré des valeurs de volume d'usure plus faibles pour le couple ZTA/ZTA de l'ordre de  $0,12 \text{ mm}^3/\text{million cycle}$  contre  $0,51 \text{ mm}^3/\text{million cycle}$  pour ZTA/alumine. Il serait donc intéressant de tester en chocs le couple ZTA/ZTA et de le comparer avec les deux couples posés actuellement : alumine/alumine et ZTA/alumine.

On a montré que la dégradation des composites testés en chocs était inférieure à celle de l'alumine testée en chocs exactement dans les mêmes conditions. Ce matériau présente un avantage considérable face à l'alumine, notamment sa plus grande résistance à l'amorçage et à la propagation de fissure. La rugosité des composites n'est pas très élevée, ceci laisse supposer une baisse du nombre de débris d'usure. Les composites, plus stables chimiquement que la zircone et avec de meilleures propriétés mécaniques que l'alumine, constituent le meilleur choix dans les prothèses de hanche céramiques. Les résultats présentés dépendent évidemment du procédé de fabrication des pièces (frittage, polissage, usinage) spécialement du cône à l'intérieur de la tête. Néanmoins d'une façon générale et en s'appuyant sur la littérature, on peut conclure que les têtes composites sont plus résistantes que les têtes en alumine, les deux frottant contre une cupule en alumine.

## 4 Analyse d'explants

Les tests *in vitro* sont importants dans la caractérisation des PTH, la détermination de leurs propriétés et la compréhension des mécanismes de dégradation. Les tests en chocs ont permis d'étudier le comportement des composites alumine-zircone et la transformation de phase de la zircone. Néanmoins, il est important d'avoir une confrontation avec la réalité afin de reproduire au mieux les conditions *in vivo* au laboratoire qui visent à l'amélioration des propriétés et à l'augmentation de la durée de vie des prothèses.

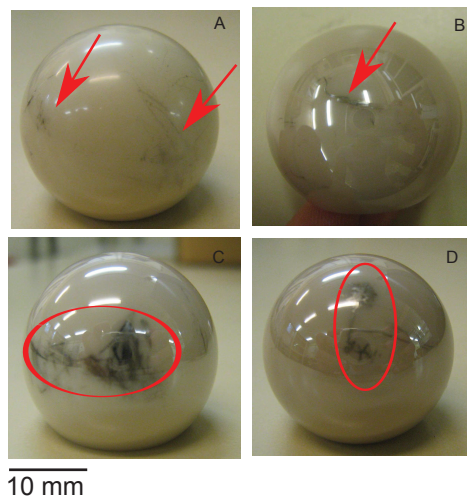


Les composites étant implantés depuis peu de temps, il est très difficile d'avoir des explants. Le but principal de cette étude est de répondre à la question : y-a-t-il une transformation de phase dans la zircone *in vivo* durant son utilisation ? On cherche à savoir si l'effet de l'environnement et du frottement dur/mou provoque un changement de phase ou bien, si la transformation de phase est strictement liée au matériau lui-même et aux processus de fabrication avant l'implantation.

Afin de répondre à ces questions, cette partie est dédiée à l'analyse exhaustive de 45 explants céramiques. Les explants ont été fournis par le CHU de Saint-Etienne, service de Chirurgie Orthopédique et Traumatologie, dirigé par le Pr. Farizon. Dans ce lot d'explants, 44 têtes sont en zircone et une tête, en composite alumine-zircone. Toutes les têtes ont frotté contre des cupules en polyéthylène à l'exception de la tête composite alumine-zircone qui a frotté contre une cupule aussi en composite. Tous les couples étaient positionnés anatomiquement à un angle de 45°, par rapport à la verticale.

Plusieurs facteurs ont été considérés, tels que l'âge, le sexe, le poids, la durée d'implantation et la cause de révision ou d'échec de la prothèse (Tableau 3.8). On retrouve aussi un autre paramètre important qui tient compte de l'activité du patient. Le "score d'activité" retenu a été décrit en 1997 par Devane *et al.* avec une gradation de 5 (sportif haut niveau / travailleur en force) à 1 (dépendant) en passant par "travail léger / sportif de loisir" (4), "activités loisirs, jardinage, natation" (3), et enfin "semi-sédentaire / travaux ménagers" (2). On observe que la principale cause de révision a été le descellement aseptique, 43% (19 explants sur 44), suivi par la fracture, 32% (14 explants), l'instabilité chronique, 14% (6 explants) et le sepsis, 11% (5 explants). Le descellement aseptique serait dû à une réaction inflammatoire provoquée par les débris d'usure de la cupule en polyéthylène.

A l'échelle macroscopique, les têtes n'ont pas présenté de signes de dégradation importants. Quelques traces métalliques sont visibles sur certaines têtes (Figure 3.34).



**Figure 3.34** Photos de quelques explants avec des traces métalliques indiquées en rouge.

Numéro	Sexe	Matériau		Côté	Âge à la pose (ans)	Activité (Devane)	Poids (kg)	Date reprise mois/année	Durée (mois)	Cause de révision
		Tête	Cupule							
1	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	76	2	58	04/2002	66	DAF
2	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	58	3	44	10/2007	105	Fracture
3	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	82	2	72	08/2003	37	DAF
4	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	69	3	65	04/2005	24	DAC
5	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	70	3	56	03/2000	49	Instabilité chronique
6	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	69	2	76	04/2002	3	Sepsis
7	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	76	—	65	07/2010	210	Fracture
8	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	31	4	82	11/2000	101	Instabilité chronique
9	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	76	3	70	06/2010	127	DAC
10	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	66	2	72	10/2001	27	DAF
11	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	78	2	50	06/2009	84	DAF
12	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	81	2	75	08/2009	90	Fracture
13	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	82	2	—	04/2005	80	Fracture
14	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	72	2	85	09/1997	36	DAB
15	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	62	3	80	10/2000	15	Sepsis
16	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	67	3	55	10/2003	59	Sepsis
17	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	80	3	70	03/2003	168	DAF
18	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	65	3	60	02/2004	77	DAB
19	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	55	4	73	12/2009	112	Fracture
20	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	76	3	74	02/2010	101	Fracture
21	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	24	4	58	05/2002	47	DAC
22	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	83	2	68	08/2003	64	Fracture
23	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	55	3	52	07/2002	18	DAC

Numéro	Sexe	Matériau		Côté	Âge à la pose (ans)	Activité (Devane)	Poids (kg)	Date reprise mois/année	Durée (mois)	Cause de révision
		Tête	Cupule							
24	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	67	3	73	02/2002	60	Sepsis
25	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	82	2	47	12/2009	130	Fracture
26	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	70	—	62	01/2006	110	DAB
27	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	65	3	83	05/2000	60	DAB
28	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	86	2	40	08/2005	102	DAF
29	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	52	4	65	11/2004	61	Instabilité chronique
30	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	66	3	77	08/2010	205	DAB
31	M	ZTA	ZTA	*	*	*	140	01/2010	*	*
32	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	62	3	82	09/2009	217	Fracture
33	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	57	3	69	09/2010	124	DAC
34	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	75	2	75	02/2007	63	Fracture
35	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	80	3	73	06/2009	3	Instabilité chronique
36	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	86	2	49	07/2007	102	Fracture
37	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	63	3	70	01/2005	63	DAC
38	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	70	3	47	11/2005	110	Fracture
39	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	70	3	74	03/2006	75	Fracture
40	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	77	3	60	05/2001	36	Instabilité chronique
41	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	43	4	49	01/2004	93	DAC
42	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	91	2	55	03/2007	73	Instabilité chronique
43	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	droit	78	3	60	11/2006	73	Fracture
44	M	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	54	3	77	09/2003	110	Sepsis
45	F	ZrO <sub>2</sub> Y	UHMWPE	gauche	77	3	49	01/2002	160	DAC

**Tableau 3.8** Liste des têtes explantées en zircon. Les données de l'explant numéro 31 marquées avec \* sont des données confidentielles. ZrO<sub>2</sub>Y : zircon ytrée, UHMWPE : ultra high molecular weight polyéthylène, DA : descellement aseptique, DAB : DA bipolaire (fémur et cotyle), DAC : DA cotyloïdien, DAF : DA fémoral.

Ces marques ont probablement été faites au moment de l'extraction des composants pendant l'opération de révision. Dans le but de déterminer les endroits les plus endommagés, des analyses ont été faites à différentes positions angulaires (Figure 3.35). L'estimation de la dégradation de la surface est donnée en fonction de deux paramètres : la rugosité,  $S_a$ , mesurée par profilométrie optique et le taux de phase m, %Vm, quantifié à l'aide de la spectrométrie Raman (microscope Raman, Horiba Jobin Yvon HR800).

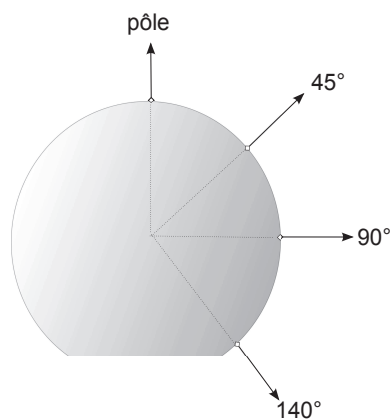


Figure 3.35 Positions angulaires analysées sur les explants.

## 4.1 Rugosité

Les observations en profilométrie ont permis aussi d'avoir un aperçu de l'endommagement des têtes à l'échelle microscopique. Des pics ou 'spots' sont visibles sur les têtes (Figure 3.36). Ces 'spots' correspondraient à des grains transformés en phase m avec une augmentation de volume visible en surface. Sur la tête numéro 20, il y a quelques pics qui donnent une rugosité d'une trentaine de nanomètres. Par contre, la tête numéro 30 présente de nombreux pics entraînant une rugosité deux à trois fois plus importante, de l'ordre de 70 nm.

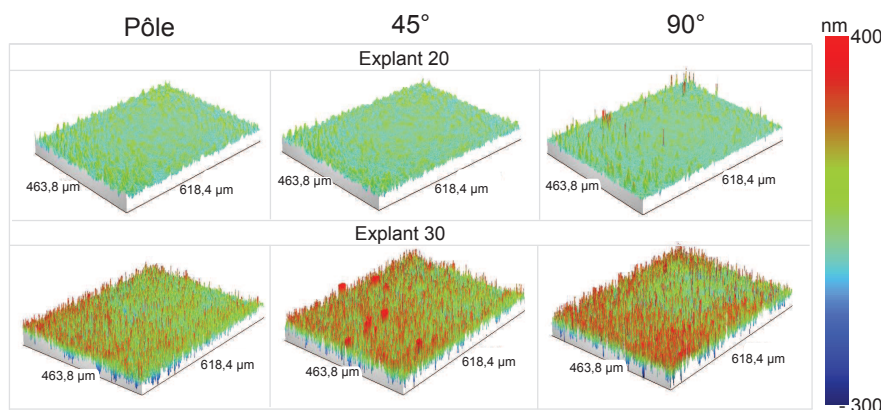
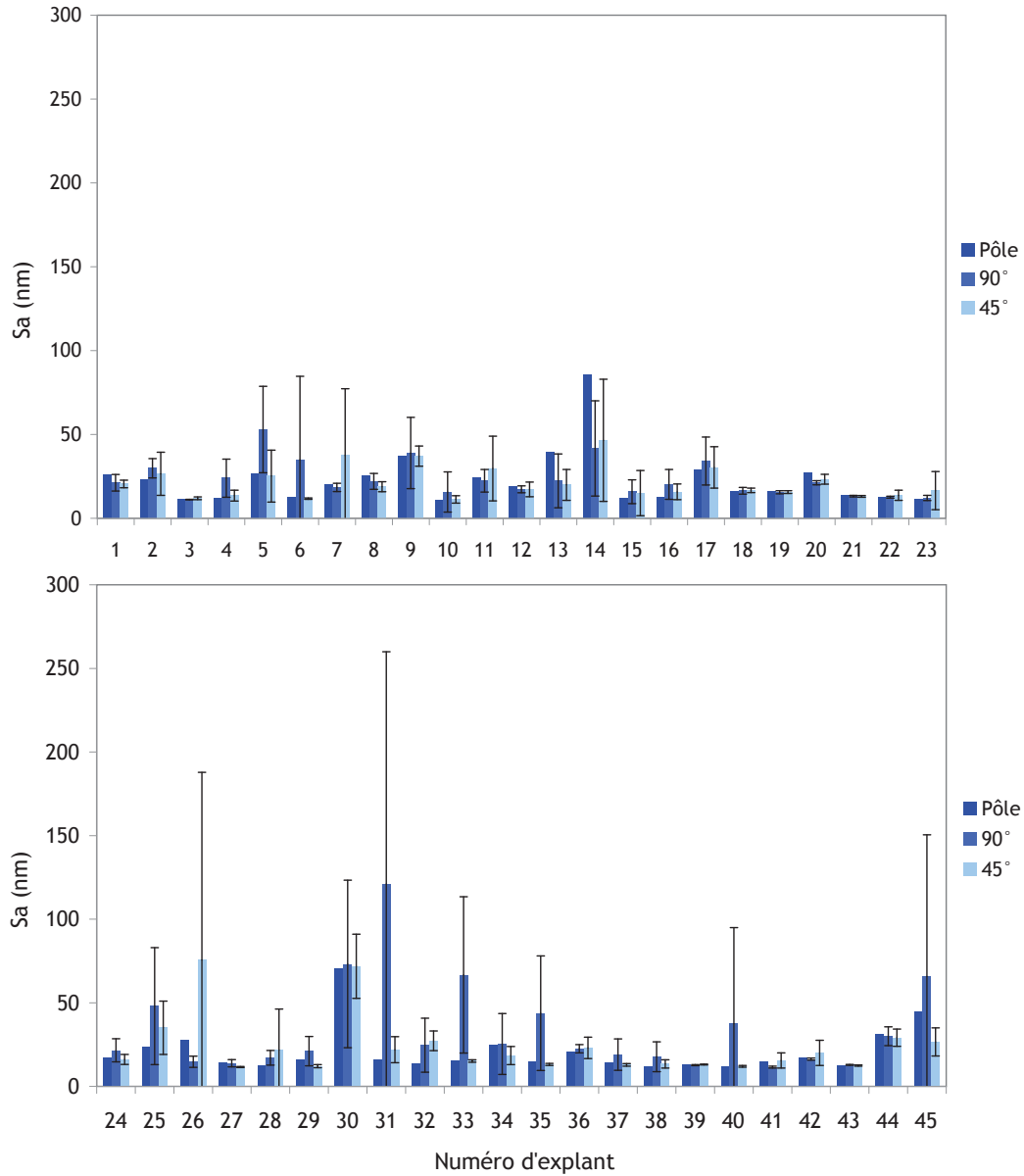


Figure 3.36 Comparaison de deux têtes observées en profilométrie optique présentant des pics ou 'spots' en surface.

Les analyses de rugosité ont été faites au pôle ( $0^\circ$ ), à  $45^\circ$  et  $90^\circ$  (Figure 3.35). La rugosité a été mesurée par profilométrie optique. Les réglages ont été les mêmes que ceux utilisés pour les têtes testées en chocs : objectif x10 et F.o.V. de 1.0. Les têtes ont été positionnées sur le dispositif présenté précédemment, en utilisant un cône ajustable pour tous les diamètres de cône des têtes. Une mesure est effectuée au pôle et cinq à  $45^\circ$  et  $90^\circ$ . Les valeurs moyennes ainsi que l'écart type sont présentés dans la Figure 3.37.



**Figure 3.37** Valeurs de rugosité des têtes en zircone explantées.

D'une façon générale, la rugosité est faible, inférieure à 50 nm pour la plupart des têtes. Les têtes les plus endommagées sont les 5, 9, 14, 30 et 31 avec une durée d'implantation très variable, entre 36 et 205 mois. La rugosité ne semble pas être directement liée à la durée d'implantation. Il est important de souligner aussi, que d'une manière générale, les têtes sont

usées uniformément sans qu'il y ait une augmentation de rugosité importante vers 45° ou 90°. Néanmoins, deux explants (7 et 26) présentent une rugosité plus importante à 45° et sept autres (4, 5, 6, 31, 33, 35 et 40) à 90°. Les zones de dégradation peuvent varier d'un patient à l'autre selon le type et le niveau des activités.

Concernant l'implant numéro 31, une tête ZTA, on observe des valeurs de rugosité similaires à celles trouvées *in vitro* lors des essais en chocs : une rugosité inférieure à 50 nm au pôle et à 45° et une rugosité plus élevées à 90°, qui correspond à la zone où on observe les bandes d'usure sur les têtes testées en chocs. Ces résultats, même limités, confirment la pertinence de nos essais de chocs *in vitro*.

## 4.2 Transformation de phase

La transformation de phase de la zircone a été présentée à la fois comme un inconvénient car elle entraînerait une augmentation de rugosité et comme un avantage car elle permet un mécanisme de renforcement par transformation de phase (cf. Chapitre 1). Dans ce travail, on a quantifié le pourcentage de phase m sur chaque tête. Pour ce faire, la phase m a été déterminée par spectrométrie Raman et en utilisant l'équation établie par Clarke et Adar (Clarke, Adar, 1982).

Les zones analysées par spectroscopie Raman ont été les mêmes que pour la rugosité avec une mesure additionnelle à 140° (Figure 3.35). Cette mesure sera prise comme référence puisque c'est une zone avec très peu de frottement *in vivo*. Ainsi, la phase m à cet endroit serait uniquement due à l'éventuelle dégradation de la prothèse en milieu physiologique sans frottement.

Trois mesures à chaque endroit ont été effectuées. Les résultats pour chaque tête sont présentés dans la Figure 3.38. On remarque, d'une façon générale, qu'un pourcentage élevé de phase m ( $V_m > 22\%$ ) à 140° implique des pourcentages aussi élevés dans d'autres positions, notamment pour les explants 1, 11, 14, 17, 18, 20, 26, 30, 31, 33 et 45.

Une fois de plus, il convient de rappeler que l'explant numéro 31 correspond à un couple ZTA/ZTA. Par conséquent, il ne peut pas être comparé aux autres puisque la dégradation d'une tête céramique contre une cupule en céramique est très différente de celle d'une tête céramique frottant contre une cupule en UHMWPE comme pour les autres 44 explants. Toutefois, les taux de phase m sur cet explant, entre 40 et 50 %, sont similaires à ceux mesurés *in vitro* dans cette étude, entre 30 et 45 %.

La cause de reprise pour la plupart des explants a été le descellement aseptique. La Figure 3.39 fait le lien entre la transformation de phase et la cause de reprise de la prothèse. On observe que 9 des 11 têtes avec transformation de phase (taux de phase m  $> 22\%$ ) ont été reprises à cause d'un descellement aseptique.

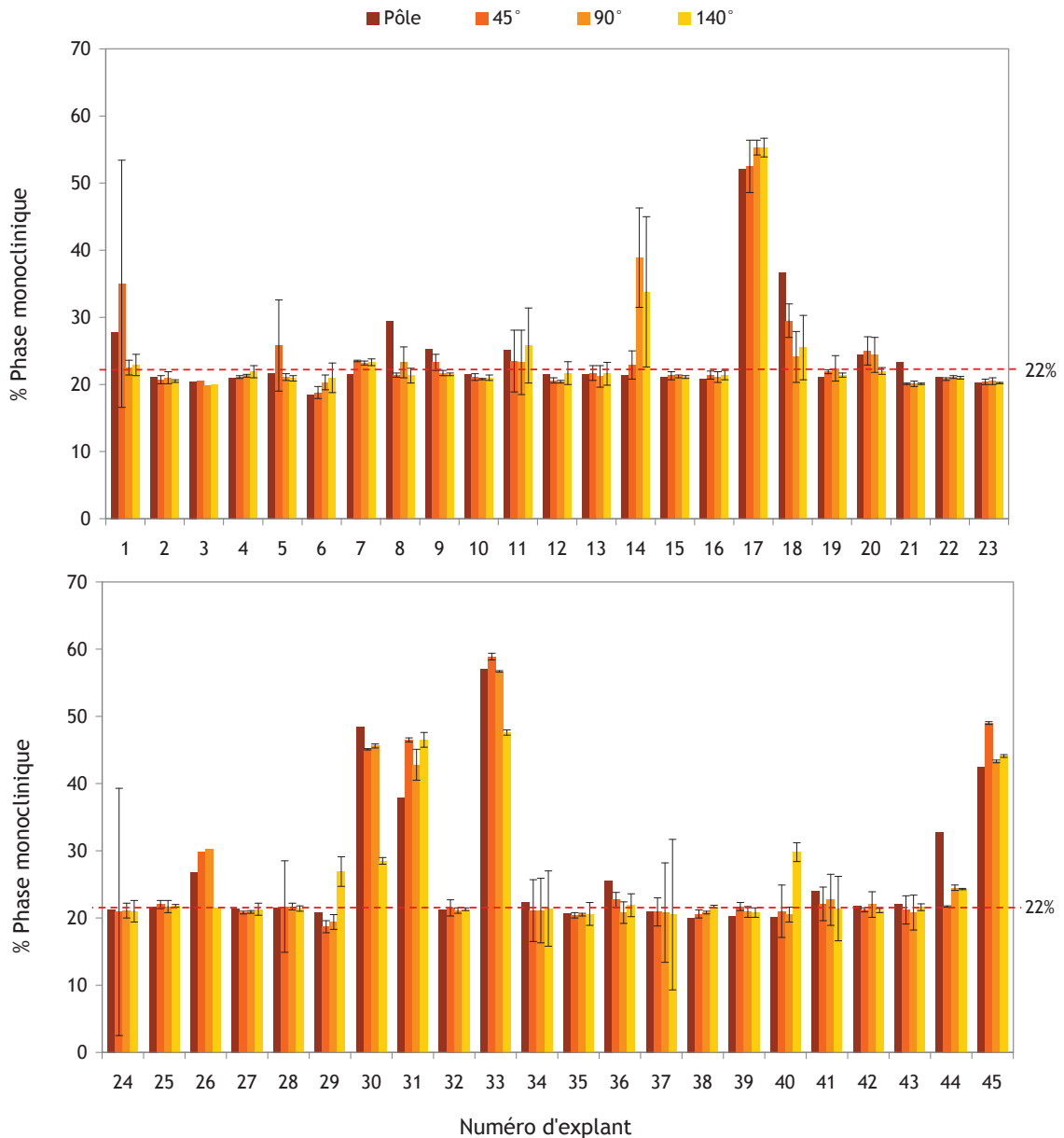
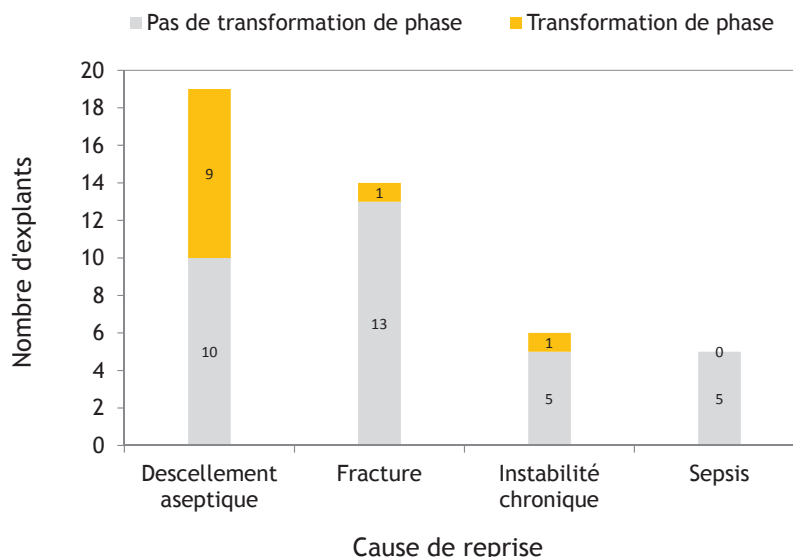


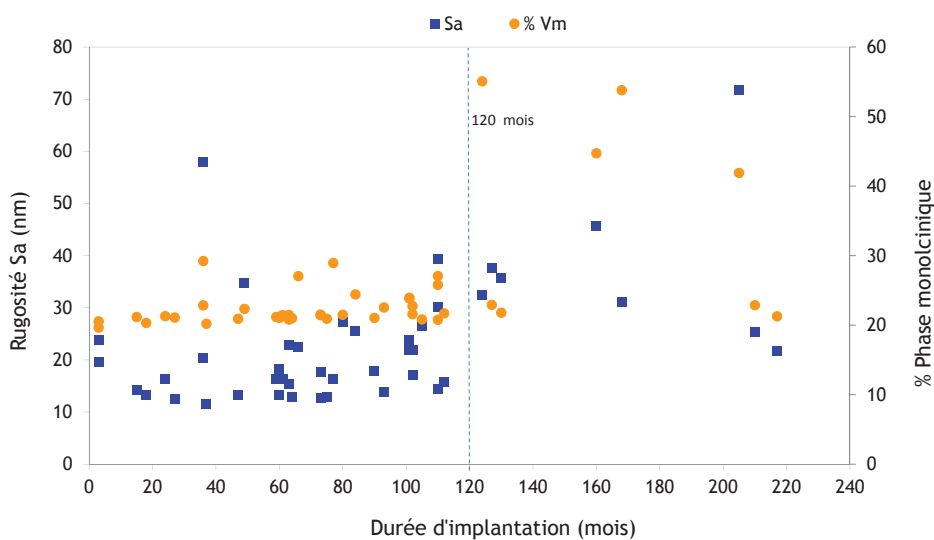
Figure 3.38 Taux de phase m, %Vm, sur les têtes explantées.

### 4.3 Influence de la durée d'implantation

On a comparé le taux de phase m moyen et la rugosité moyenne en fonction de la durée d'implantation (Figure 3.40). Pour une durée d'implantation inférieure à une dizaine d'années environ (120 mois), les valeurs de rugosité moyenne ( $S_a$ ) et de pourcentage moyen de phase m (% Vm) n'augmentent pas de manière importante avec le temps d'utilisation. A partir de cette durée, certaines têtes présentent des valeurs plus importantes de  $S_a$  et de % Vm.



**Figure 3.39** Relation entre la transformation de phase et la cause de reprise de l'implant.



**Figure 3.40** Rugosité moyenne, Sa, et pourcentage de phase m moyen en fonction de la durée d'implantation en mois.

A partir de la Figure 3.38, on peut considérer qu'il existe une transformation significative pour les têtes avec Vm > 22 % : explants numéro 1, 11, 14, 17, 18, 20, 26, 30, 31, 33 et 45. On peut souligner le fait que le taux de phase m semble plus élevé lorsque la durée d'implantation augmente (Figure 3.41), avec une durée d'utilisation moyenne de 113 mois pour les têtes les plus transformées contre 76 mois pour les explants avec pourcentages faibles de l'ordre de 22 %.



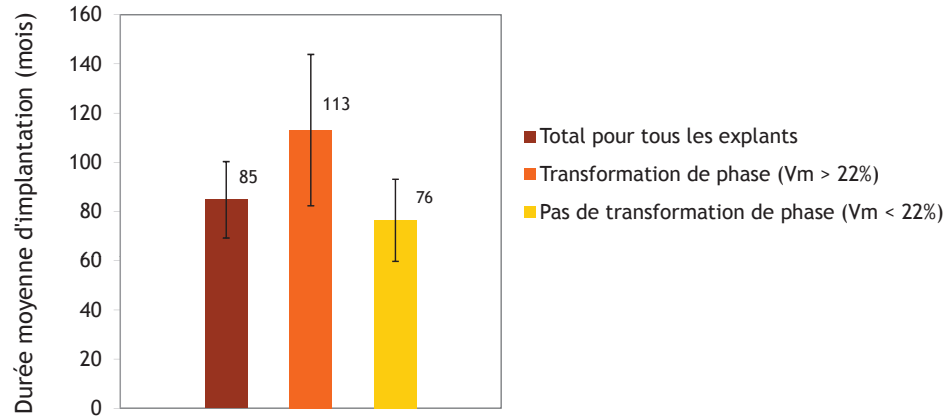


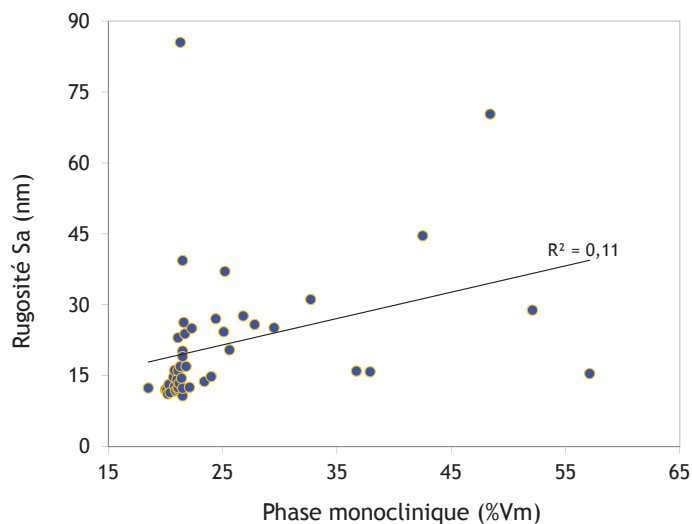
Figure 3.41 *Durée d'implantation en mois et relation avec la transformation de phase.*

#### 4.4 Relation entre la rugosité et le taux de phase m

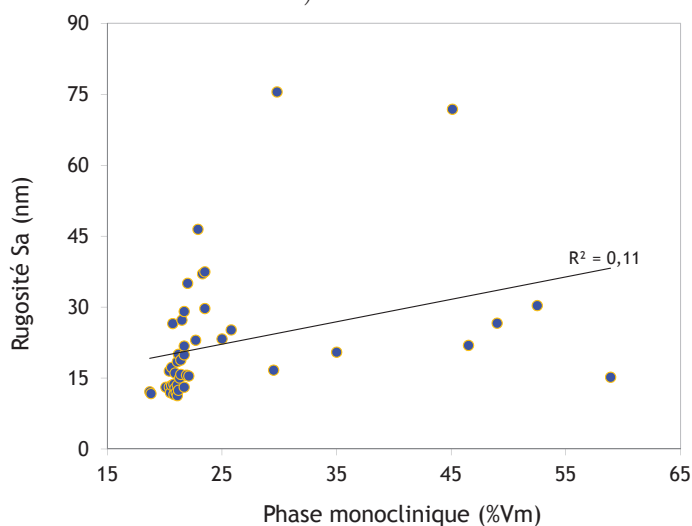
La transformation de phase étant un phénomène qui entraîne une expansion volumique, on a voulu étudier la relation entre la rugosité et le pourcentage de phase m, %  $V_m$ . La Figure 3.42 présente la relation entre la rugosité et le taux de phase m au pôle, à  $45^\circ$  et à  $90^\circ$ . Pour les trois positions, on observe un nuage de points important correspondant à des valeurs de taux de phase m associés à des rugosités faibles. Néanmoins, les taux de phase m élevés n'entraînent pas des valeurs de rugosité importantes. Ceci est confirmé par le coefficient de corrélation linéaire entre ces deux paramètres : 0,11 au pôle et à  $45^\circ$  et 0,43 à  $90^\circ$ . On peut conclure qu'il n'existe aucune corrélation entre l'augmentation de phase m et la rugosité pour la série d'explants analysés. Les résultats peuvent varier en fonction des lots et des fabricants.

Nous résultats sont cohérents avec l'analyse de 18 explants de Santos *et al.* (2004). La rugosité a été mesurée par profilométrie optique comme dans notre étude. Par contre, la phase m a été quantifiée par DRX et non pas par spectrométrie Raman. Malgré la technique de quantification de phase m différente de la nôtre, la tendance est la même. Ils ont trouvé un coefficient de corrélation quasi nul ( $R^2=0,04$ ) entre le taux de phase m et la rugosité.

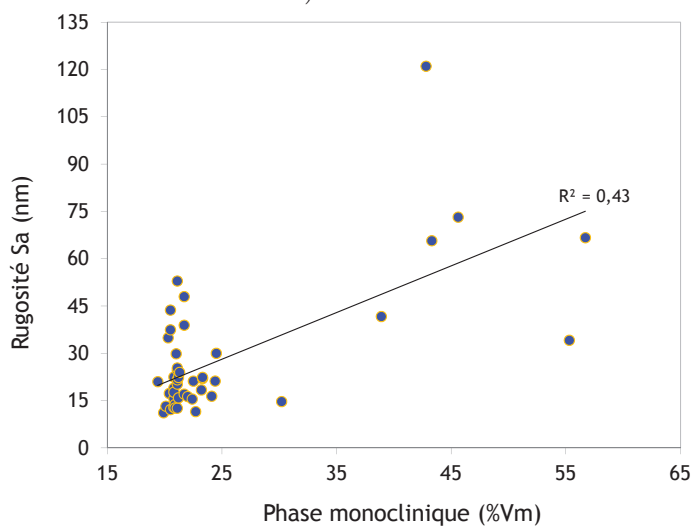
Comme écrit précédemment, la plupart des têtes présentent un taux de phase m proche de 22 %. A ce stade, il est impossible de conclure que ce taux préexistait avant implantation suite au processus de fabrication ou qu'il résulte d'une transformation *in vivo*. Au-dessus de cette valeur seuil on a considéré qu'il y a une transformation de phase importante durant l'utilisation de l'implant. Seuls les explants 14, 17, 26, 30, 31, 33 et 45 présentent un pourcentage de phase m moyen supérieur à 22 % accompagné d'une rugosité moyenne élevée (Figure 3.43). Par contre, une rugosité élevée n'entraîne pas directement une transformation de phase élevée, comme c'est le cas pour les explants 5, 9 et 25. Le Tableau 3.9 qui regroupe l'ensemble des résultats confirme l'absence de corrélation entre le taux de phase m et la rugosité Sa.



a)



b)



c)

**Figure 3.42** Relation entre la rugosité, Sa, et le pourcentage de phase monoclinique a) au pôle, b) à 45° et c) à 90°.

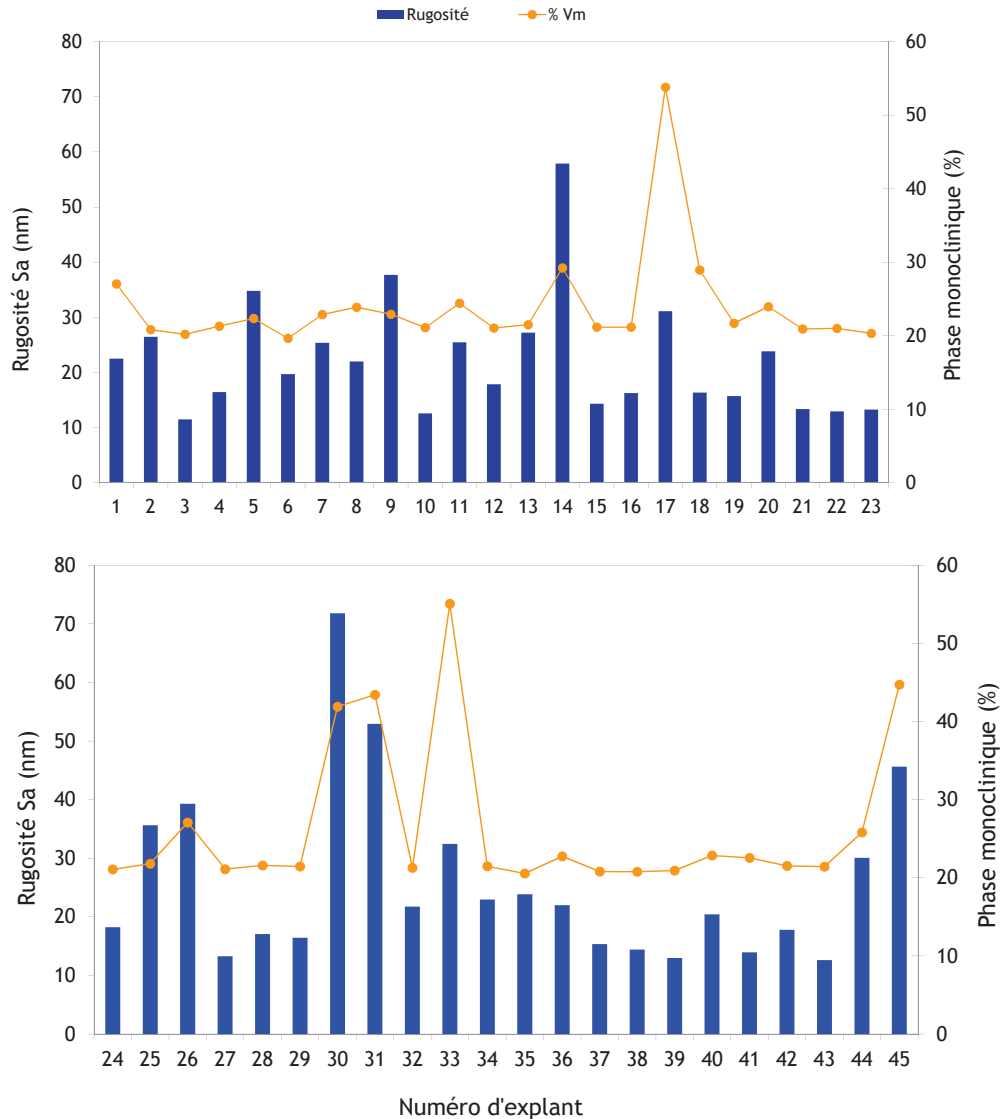


Figure 3.43 Rugosité, Sa, et taux de phase m, %Vm, sur les têtes explantées.

Ces analyses permettent de conclure une fois de plus, que le taux de phase m n'est accompagné par une rugosité élevée que dans certains cas. Ainsi, la transformation de phase en milieu physiologique peut être due au frottement mais aussi à d'autres facteurs comme les propriétés intrinsèques du matériau et pour cela il serait nécessaire de faire une étude plus détaillée avant l'implantation de la prothèse. Un autre facteur qui favoriserait la transformation de phase est la température de frottement (Hernigou, Bahrami, 2003; Gremillard, Chevalier, 2009). Des tests avec prothèses instrumentées ont montré qu'il est possible d'atteindre 45° sur la tête en alumine frottant contre une cupule en UHMWPE (Bergmann *et al.*, 1999). La zircone présente une conductivité thermique inférieure à celle de l'alumine. Ainsi, des valeurs de température plus élevées seraient atteintes sur des têtes en zircone frottant contre des cupules en UHMWPE.

	$V_m < 22 \%$	$V_m > 22 \%$
Rugosité $S_a$ (nm) faible	explants 2, 3, 4, 6, 7, 8, 10, 12, 13, 15, 16, 19, 21, 22, 23, 24, 25, 27, 28, 29, 32, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44	explants 1, 11, 18, 20
Rugosité $S_a$ (nm) élevée	explants 5, 9, 25	explants 14, 17, 26, 30, 31, 33, 45

**Tableau 3.9** Relation entre le taux de phase  $m$  et la rugosité.

## 4.5 Comparaison avec la littérature et conclusions

Cette étude nous a permis de connaître les paramètres clés de la durée de vie *in vivo* des têtes en zircone. Deux paramètres, la rugosité ( $S_a$ ) et le taux de phase  $m$  ( $\%V_m$ ), ont été quantifiés. La rugosité est un paramètre très important pour la caractérisation des PTH. Une tête très rugueuse produira des volumes d'usure importants et une production de débris indésirable car elle pourrait entraîner la perte de la prothèse. Le deuxième paramètre, le pourcentage de phase  $m$ , a été souvent associé à une augmentation de rugosité et donc une usure plus importante de la prothèse qui entraînerait par la suite son échec. Cependant, en accord avec les résultats de cette étude sur 45 explants, la transformation de phase ne semble pas avoir d'influence sur la rugosité.

En général les têtes présentent des valeurs de rugosité inférieures à 40 nm et de pourcentage de phase  $m$  inférieur à 22%. Ces deux paramètres augmenteraient légèrement avec le temps d'implantation au-delà d'environ 130 mois. Afin de connaître la vraisemblable augmentation de ces paramètres *in vivo*, il serait nécessaire de mesurer le taux de transformation de phase avant implantation. Nous avons remarqué une valeur seuil de phase  $m$  proche de 22 % pour la plupart des têtes. Il est probable que ce pourcentage corresponde à la quantité de phase  $m$  avant implantation sans que l'utilisation par le patient entraîne une transformation additionnelle. N'ayant pas les données des prothèses avant l'implantation, cette hypothèse ne peut pas être confirmée. Un pourcentage de phase  $m$  élevé avant implantation diminuerait le mécanisme de renforcement de phase en cas d'éventuelle fissuration du matériau.

Nous avons comparé nos résultats avec d'autres études sur des explants en zircone (Tableau 3.10). Il est important de noter que la technique utilisée pour calculer le taux de phase  $m$ , DRX ou spectroscopie Raman, ainsi que le type d'appareil et sa résolution, le nombre de mesures effectuées et donc la dispersion des données, peuvent avoir une influence sur les résultats. Par conséquent, il est important de rester prudent au moment de faire des comparaisons. Un autre point important est le faible nombre d'explants analysés dans les études disponibles dans la littérature, entre 1 et 18 explants. Dans ce travail nous avons analysé 45 explants ce qui constitue la plus grande série de toutes les études. Ce grand nombre d'explants nous permet d'avoir des données plus fiables du point de vue statistique et donc des conclusions

plus générales. Malgré cette différence en nombre d'explants, les valeurs reportées dans la littérature sont proches de celles obtenues dans notre étude.

Dans la littérature, les zones les plus usées et transformées ne sont pas toujours les mêmes. Pour certains explants c'est au pôle et pour d'autres c'est à l'équateur ou en-dessous. À l'exception de quelques têtes où la rugosité était élevée à 45° et 90°, nous n'avons pas remarqué de variation notable de la rugosité dans les différentes zones analysées.

Plusieurs auteurs ont constaté une transformation de phase de têtes en zirconne après explantation, avec des pourcentages de phase m pouvant aller jusqu'à 68 %. En général, les auteurs suggèrent une augmentation de transformation de phase due au frottement. Cependant dans notre étude, nous ne l'avons pas constaté, puisque les têtes à taux de phase m élevé n'avaient pas systématiquement une rugosité élevée. Nous avons remarqué qu'un taux de phase m élevé à 140° (zone sans frottement) s'accompagnait de taux de phase m élevés en d'autres endroits de la tête (zones avec frottement). Ceci confirme notre hypothèse que cette zone peut être prise comme référence d'une zone sans frottement. La transformation de phase significative observée sur quelques explants pourrait ainsi être expliquée par la dégradation de la zirconne en milieu physiologique dans le corps humain. D'autres facteurs pourraient jouer un rôle important sur le pourcentage de phase m : les différentes étapes du processus de fabrication et la qualité des matières premières. Enfin, la géométrie, la "clearance" (espace ou tolérance dimensionnelle entre la tête et la cupule quand elles sont en contact) des pièces ainsi que l'alésage du cône sont des facteurs clés d'une durée de vie prolongée des PTH.

Référence	Couple	Nombre d'explants	Durée moyenne (mois)	% Phase monoclinique (technique)	Rugosité (nm) (technique)	Dégradation importante
Cette étude	zircone/PE	45	84,7	11-72 Spectroscopie Raman	19-55 Profilométrie otique	—
Clarke <i>et al.</i> , 2009	ZTA/alumine	2	60	32-40 DRX	55-141 Profilométrie lumière blanche	entre 30° et 90°
Fukatsu <i>et al.</i> , 2009	zircone/PE	2	61	7-20 Spectroscopie Raman	—	90°
Corfield <i>et al.</i> , 2007	zircone/PE	1	144	40-60 DRX	36 Profilométrie sans contact	Pôle
Haraguchi <i>et al.</i> , 2001	zircone/PE	2	47	1-30 DRX	6-120 Profilométrie contact	en-dessous de l'équateur (>90°)
Caton <i>et al.</i> , 2005	zircone/PE	3	—	3-10	10	—
Hernigou, Bahrami, 2003	zircone/PE	3	116	25 DRX	20-50	45°
Masonis <i>et al.</i> 2004	zircone/PE	6	25	21-68 DRX	—	Fracture en fond de cône
Santos <i>et al.</i> 2004	zircone/PE	18	63,8	21 DRX	49-390 Profilométrie laser	entre 0° et 45°

Tableau 3.10 Valeurs de transformation de phase sur des explants.

*Les essais en chocs et l'analyse des explants ont relevé des points clés de la résistance des prothèses en chocs. Dans le chapitre suivant, on présentera les principales conclusions ainsi que les perspectives et les possibles améliorations à apporter aux dispositifs et techniques utilisés dans ce travail.*

## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

### Objectif du travail

Une revue de la bibliographie a été faite dans la première partie de ce travail. La force d'impact au niveau de la hanche peut atteindre jusqu'à 6 fois le poids du corps humain. Les travaux de Komistek *et al.* 2000 utilisant la fluoroscopie *in vivo* sur des patients avec prothèse, ont montré pour la première fois le phénomène de séparation entre la tête et la cupule appelée décoaptation. Ce phénomène constitue la base de ce travail et définit le cahier de charges de la machine utilisée. Enfin, la bibliographie sur les avantages et inconvénients des biocéramiques utilisées actuellement dans les prothèses de hanche a permis de fixer l'objectif fondamental de ce travail : la comparaison de l'alumine et des composites alumine-zircone testés en chocs et l'estimation de leur durée de vie.

### Machine de chocs

Cette étude s'est focalisée sur la résistance aux chocs de deux céramiques utilisées dans les PTH : l'alumine et les composites alumine-zircone. Les tests se sont déroulés sur une machine de chocs à sec et en solution.

Avant la réalisation des essais, nous avons caractérisé la machine de chocs et déterminé ses plages de fonctionnement. Nous avons aussi étudié les deux types d'asservissement possibles : en force et en déplacement. Le contrôle en force est très peu précis et des écarts importants existent entre la carte d'acquisition et le logiciel de la machine de chocs. L'asservissement en déplacement donne de meilleurs résultats avec de faibles écarts. Cependant pour des forces inférieures à 2 kN, la force affichée par l'oscilloscope n'est pas précise. On s'affranchit de ce problème puisque la force appliquée aux couples céramiques pendant les essais en chocs est de 9 kN.

La machine possède un vérin horizontal où est positionnée la cupule et un vérin vertical où est positionnée la tête et qui est piloté en déplacement pour appliquer la force sur l'ensemble tête-cupule. Le mouvement de la cupule, caractérisé à l'aide de deux capteurs de déplacement,



correspond à un oscillateur fortement amorti. Après le contact tête-cupule, et pendant la phase de descente de la tête, la cupule rebondit et se déplace dans l'axe horizontal perpendiculaire au sens de l'application de la force. Ces mouvements se traduisent par des rebonds et des contacts du bord de la cupule avec la tête qui entraînent des contraintes importantes aboutissant dans certains cas à la fracture. Cette caractérisation a apporté des outils nécessaires à la compréhension des mécanismes de dégradation des têtes et des cupules.

Pour les essais en solution, un dispositif complet a été implémenté en utilisant une enveloppe en silicone avec un système complet de remplissage. Ce dispositif permet d'assurer une quantité fixe de sérum bovin pendant tout l'essai.

*Les constituants du sérum bovin utilisé pour les tests en solution ne sont pas exactement les mêmes que ceux du liquide synovial, notamment l'absence d'acide hyaluronique. Le type de lubrification in vitro peut être sensiblement différent des conditions in vivo. Il serait idéal de réaliser les tests avec un liquide plus proche de la réalité. De plus, dans l'articulation saine, le liquide synovial est en circulation permanente. Cela constitue une différence importante avec les tests en chocs pour lesquels le sérum bovin n'est renouvelé que tous les 3 ou 4 jours. Un système de circulation du sérum bovin pourrait être mis en place afin de ne pas avoir à démonter les composants et avoir ainsi un régime de lubrification constant pendant toute la durée de l'essai.*

## **Dégradation des céramiques testées**

Les tests en chocs ont mis en évidence les principales différences entre les couples alumine/alumine et ZTA/alumine. Pour les têtes composites, nous avons étudié trois cas particuliers : 3 têtes sans vieillissement, 3 têtes vieilles 3 heures, 3 têtes vieilles 20 heures. Sur toutes les têtes, des bandes d'usure inférieure et supérieure se forment très rapidement après 50000 chocs pour les tests à sec et 150000 pour les tests en solution. Lors de l'impact tête-cupule certains grains sont arrachés par le double effet des chocs et du glissement de la tête contre la cupule. Ainsi, le rôle du sérum bovin comme lubrifiant a été confirmé par une dégradation plus importante des têtes testées à sec avec des bandes deux fois plus larges à sec qu'en solution. Les bandes d'usure sur les têtes sont localisées au point de contact avec le bord de la cupule. Ceci vient confirmer l'hypothèse des rebonds faite à partir de la caractérisation du mouvement de l'ensemble tête-cupule.

Les bandes d'usure des têtes en alumine sont trois fois plus larges que celles des têtes composites. Les valeurs de rugosité sont aussi clairement plus élevées pour les aluminés que pour les composites. Le vieillissement artificiel (en autoclave, à 134 °C et 2 bars) n'a pas eu d'influence sur la résistance des têtes composites. Néanmoins, à partir de 20 heures de vieillissement, un volume d'usure sensiblement supérieur peut être atteint.

Malgré le caractère «fragile» des céramiques, elles peuvent résister à des contraintes très

élevées. Les tests en solution permettent de conclure que l'alumine, utilisée depuis plusieurs décennies, est moins résistante à l'usure que les composites alumine-zircone.

*Il serait intéressant de tester des têtes composites vieilles entre 3 heures et moins de 20 heures afin de déterminer s'il existe un temps de vieillissement à partir duquel une dégradation significative serait déclenchée. Enfin, une comparaison des résultats in vitro avec des explants permettrait de confirmer les hypothèses faites sur la dégradation des composites et le vieillissement in vivo.*

## Débris d'usure

Les débris d'usure libérés dans l'articulation entraînent une réaction inflammatoire qui est à l'origine du descellement ou perte de fixation de la prothèse. Ainsi, l'étude des débris, du moins leur récupération pour des analyses avec des ostéoclastes ou ostéoblastes, est un point clé pour la compréhension du descellement aseptique. Dans ce travail, nous avons développé un protocole pour la récupération des débris d'usure en filtrant le sérum bovin des essais en solution sur une membrane. Mais nous n'avons pas pu mettre en évidence de débris, probablement parce qu'ils étaient en trop faible quantité. Cependant, les observations par MEB des débris des essais à sec montrent que les débris peuvent être produits en grains, en agglomérats de grains ou encore en débris de taille inférieure à celle du grain dans le cas de ruptures intragranulaires. La quantité de débris produits est difficile à estimer.

*Il serait important de caractériser les débris tant à sec qu'en solution et déterminer si leur taille et quantité varient en fonction du milieu (à sec ou en solution) et du matériau (alumine ou composites). Un protocole qui pourrait être mis en place est celui proposé par Gladkis et al. (2009), dans lequel une petite quantité de solution est déposée sur un substrat de silicium qui sèche ensuite durant 24 h sous une lampe. De cette façon, il est possible de récupérer les débris qui restent sur le substrat.*

*Suite à la récupération des débris, il serait possible d'étudier leur interaction avec des ostéoclastes ou ostéoblastes. Cette perspective pourrait être exploitée dans le cadre d'un projet futur en partenariat avec des laboratoires équipés pour faire ces essais et déterminer ainsi les effets de la taille et du type de débris sur l'activité de ce type de cellule.*

## Méthode de calcul du volume d'usure

Dans ce travail, nous avons développé une méthode originale, rapide et simple pour calculer le volume d'usure des têtes céramiques. Cette méthode utilise la profilométrie optique qui est une technique de non contact et pour laquelle aucune préparation des échantillons n'est nécessaire. Les résultats sont comparables à d'autres tests *in vitro* et à des analyses d'explants reportées dans la littérature.

*Il est possible d'améliorer la méthode développée en faisant un plus grand nombre d'images sur la longueur de la bande d'usure de façon à avoir des valeurs plus précises sur toute la bande. L'idéal serait de faire une seule image de toute la bande et de faire ensuite un traitement avec Matlab® tel qu'il a été fait. Il serait encore plus intéressant de faire une image avant et après au même endroit et avoir ainsi la vraie surface non usée.*

## **Analyse d'explants**

Nous avons étudié 45 explants de zircone ce qui constitue, à notre connaissance, la plus grande série jamais analysée. La principale cause de reprise a été le descellement aseptique, en accord avec la littérature. Nous avons constaté que la transformation de phase n'entraîne pas systématiquement une augmentation de rugosité. La transformation de phase augmente significativement au-delà de 10 ans d'implantation.

Cette étude constitue une base de données qui servira par la suite pour comparaison avec d'autres couples comme ZTA/ alumine ou ZTA/ZTA.

## **Simulation par éléments finis**

*La modélisation du mouvement de la cupule a permis d'obtenir deux coefficients qui décrivent son comportement visco-élastique. L'introduction de ces paramètres serait d'une très grande utilité afin de déterminer la localisation des contraintes maximales et de les comparer avec les résultats expérimentaux. Ceci est important dans la compréhension des rebonds et la formation des bandes d'usure. On pourrait arriver à expliquer aussi par modélisation la rupture des cupules à sec en changeant les paramètres et les lois de frottement.*

*En plus des conditions de vie du patient, les fractures de têtes céramiques peuvent aussi résulter directement de la qualité de la céramique, de défauts de fabrication, de défauts de conception ou d'une mauvaise fixation entre la tête et le cône métallique. Des analyses par éléments finis seraient utiles pour améliorer le design des prothèses (profondeur du cône, chanfrein,...), pour évaluer les contraintes, les zones critiques et prédire les origines potentielles de rupture. Il serait également intéressant de tester de nouveaux designs de têtes céramique afin d'éviter ou de réduire les champs de contraintes élevées.*

## **Différents couples et géométries**

*Les essais en chocs et la caractérisation des matériaux ont été faits uniquement pour les couples céramique/céramique. Néanmoins, la machine de chocs permettrait d'étudier d'autres couples comme métal/métal et métal/UHMWPE. Le protocole développé pour mesurer le volume d'usure pourrait être utilisé pour les prothèses en métal avec faibles taux d'usure. Une autre possibilité serait d'implémenter un équipement électrochimique pour suivre les dégradations des couples métalliques.*

Nous avons testé des couples de frottement pour lesquels la “clearance” n’est pas donnée pour des raisons de confidentialité. Il serait possible de tester d’autres géométries et différentes valeurs de “clearance” afin de déterminer la combinaison optimale de paramètres qui permettent de réduire les taux d’usure actuels.

Les principaux résultats de ce travail sont résumés dans le Tableau 3.11.

Point	Implication
Détermination des plages de fonctionnement de la machine	L’asservissement de la machine se fait par déplacement et la force appliquée est très précise.
Mouvement de la cupule après les chocs : réponse visco-élastique	Des rebonds de la cupule qui expliqueraient les bandes d’usure inférieure et supérieure sur la tête
Mise au point d’une méthode pour calculer le volume d’usure sur les céramiques	La méthode est rapide, simple, de non contact et plus sensible aux faibles dégradations que la gravimétrie
Volume d’usure comparables à ceux de la littérature	Des chocs existeraient <i>in vivo</i>
Volume d’usure et rugosité plus faibles pour les ZTA comparés à l’alumine	Résistance plus importante des composites ZTA
Analyse d’une grande série de 45 explants : pas de relation entre la transformation de phase et l’augmentation de la rugosité	Le taux de phase monoclinique ne serait pas dû uniquement à la dégradation en milieu physiologique mais aussi aux procédés de fabrication et à qualité des matières premières

**Tableau 3.11** Synthèse des résultats de ces travaux.



## Facteur d'intensité de contrainte

Le facteur d'intensité de contrainte  $K$  est un paramètre qui définit la résistance à la fracture d'un matériau. Le paramètre  $K_I$  en  $MPa \cdot m^{1/2}$  décrit l'amplitude des contraintes au voisinage d'une fissure (ou porosité) comme réponse à un chargement de type I (Figure 3.44).

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (\text{III.1})$$

où

$a$  est la profondeur de la fissure ou rayon de la porosité en m,

$Y$  est un facteur géométrique lié à la fissure, sans unité, et

$\sigma$  est la contrainte de tension en MPa.

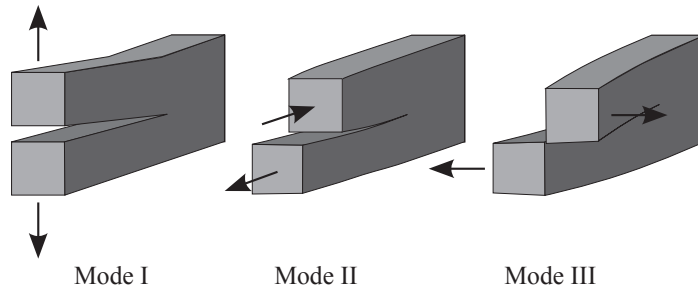
Le seuil  $K_{IC}$  représente le seuil critique pour la croissance rapide des fissures, mais les céramiques sont susceptibles de propagation de fissure même en-dessous de  $K_{IC}$ . Cela signifie que sous des conditions appropriées, la fissure peut arriver jusqu'à la fracture d'une manière imprévisible. La croissance rapide de la fissure (rupture) se produit lorsque  $K_I$  est supérieur à  $K_{IC}$  (résistance à la fracture).

La croissance lente des fissures est décrite par  $V$ , vitesse de croissance, et par  $K_I$ .

$$V = AK_I^n \quad (\text{III.2})$$

où  $A$  et  $n$  sont des constantes qui dépendent des propriétés du matériau.

Il existe un autre paramètre appelé seuil d'intensité de contrainte  $K_{I0}$ , au-dessous duquel il n'y a pas de croissance de fissures. Pour les céramiques, cette valeur détermine un intervalle fiable d'utilisation. Plus le seuil est grand, plus la durée de vie est longue (Aza *et al.*, 2002).



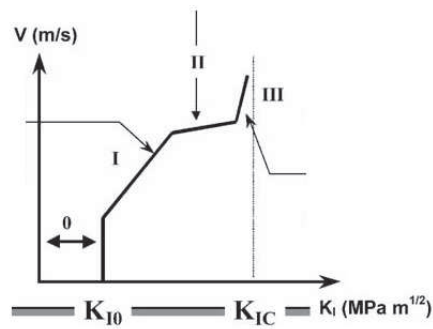
**Figure 3.44** Modes de chargement. Le facteur d'intensité de contrainte,  $K_I$ , est défini pour un chargement de type I.

La Figure 3.45 montre l'évolution de la vitesse de croissance d'une fissure en fonction du facteur d'intensité de contrainte  $K_I$ . La courbe peut être décomposée en trois régions comme suit :

Région I : amorçage de la fissure.

Région II : propagation lente de la fissure

Région III : propagation rapide de la fissure et fracture lorsque  $K_I = K_{IC}$



**Figure 3.45** Vitesse de propagation de fissure vs. facteur d'intensité de contrainte (Aza et al., 2002).

## Projet OPT-HIP

Cette thèse a été réalisée dans le cadre du Projet OPT-HIP financé par l'ANR. Ce projet avait pour objectif le développement et la caractérisation des nouveaux matériaux composites alumine-zircone. Le Tableau 3.12 précise les partenaires impliqués et les tâches qui leur étaient attribuées.

	Partenaire	Tâche
Académiques	INSA de Lyon, MATEIS Jérôme Chevalier, coordinateur et Laurent Gremillard	Conception des matériaux, étude du vieillissement des composites, tests mécaniques, tests de résistance à l'usure
	Ecole Centrale de Lyon LTDS Philippe Kapsa et Vincent Fridrici	Tests d'usure, détermination des propriétés de surface et des propriétés de modification de surfaces en fonction du frottement et du vieillissement
	Ecole Normale Supérieure de Lyon, IGFL Pierre Jurdic	Caractérisation biologique du rôle des débris d'usure sur l'activité des ostéoclastes
	ENSM-SE, LCG Bernard Forest, Jean Geringer	Etude du comportement tribologique des prothèses soumises à des fortes conditions de chargement. Essais sur la machine de chocs et le simulateur de marche
Industriels	SERF, PME Jean-Luc Aurelle	Commercialisation des prothèses
	Medical Group, PME Richard Vandeveldé et Aurélien Bignon	Sous traitant de la SERF pour les parties céramiques (têtes et cupules) des prothèses de hanche

**Tableau 3.12** *Partenaires du projet OPT-HIP.*

- 1- Conception de nouveaux matériaux : micro-micro and micro-nano composites alumine-zircone
- 2- Tests : tests mécaniques et étude de la durabilité : les prototypes sont testés en simulateur de marche et en chocs et combinaison des deux.
- 3- Modélisation : simulations de l'usure, chocs, vieillissement approche multi - échelle et multi physique (mécanique et chimique)
- 4- Réaction cellulaire avec ostéoclastes : reproduction et activité des ostéoclastes évaluées en présence d'une poudre céramique.
- 5- Industrialisation : les nouveaux matériaux devraient être commercialisés.





## Publications

### Articles publiés

J. Uribe, J. Hausselle, J. Geringer. Finite element modelling of shock - induced damages on ceramic hip prostheses. International Scholarly Research Network, ISRN Materials Science. Volume 2011, Article ID 121486, 14 pages, doi:10.5402/2011/121486.

J. Uribe, J. Geringer, B. Forest. Shock machine for the mechanical behaviour of hip prostheses: a description of performance capabilities. Lubrication Science 2011. Article ID 167, 16 pages. Publié en ligne sur wileyonlinelibrary.com. doi: 10.1002/lis.167.

### Article soumis

J. Uribe, J. Geringer, L. Gremillard, J. Chevalier, B. Forest. Degradation of alumina and zirconia-toughened alumina (ZTA) hip prostheses tested under microseparation conditions in a shock device. Soumis à Tribology International. Under review.

### Chapitre de livre

L. Gremillard, S. Meille, J. Chevalier, J. Zhao, V. Fridrici, Ph. Kapsa, J. Geringer, J. Uribe. Degradation of Bioceramics. Springer, Ed. Noam Eliaz, 2011, in press.

### Conférences Nationales

J. Uribe, J. Geringer, B. Forest, L. Gremillard, J. Chevalier. Durées de vie de prothèses de hanche en biocéramiques soumises à des dégradations par chocs. Journées annuelles du Groupe Français de la Céramique, GFC, 23-25 mars 2010, Saint Etienne, article publié avec un ISBN.

Organisation du 1<sup>er</sup> Séminaire "Matériaux et ses applications" décembre 2010, Medellin, Colombie.

Présentation orale : J. Uribe, J. Geringer, B. Forest. Comportamiento de las prótesis de cadera cerámicas

### Conférence Internationale

J. Uribe, J. Geringer, B. Forest. Degradation of alumina and zirconia-toughened alumina (ZTA) hip prostheses tested under microseparation conditions in a shock device. International Conference on Biotribology, ICoBT, Imperial College of London, 18-21 septembre 2011. Londres.

### Posters

J. Uribe, J. Geringer, B. Forest. Dégradation des prothèses de hanche en céramique soumises aux chocs. Journée des Implants, juin 2010. Saint Etienne.

J. Uribe, J. Geringer, B. Forest. Understanding the degradation mechanism of alumina hip prostheses subjected to shocks. Wear of Materials 2011 - 18th International Conference, avril 2011. Philadelphia USA.

J. Uribe, J. Geringer, B. Forest. Understanding the degradation mechanism of alumina hip prostheses subjected to shocks. II Rencontres Régionales Recherche – Industrie - Clinique Matériaux et Implants, Tissus et Substituts osseux : Techniques et Evolutions - 25, 26 mai 2011. Marseille.

J. Uribe, J. Geringer, B. Forest. Wear and shock resistance of alumina and zirconia toughened alumina in total hip arthroplasty. Journée des Implants, 4th International Conference on the Mechanics of Biomaterials and Tissues, décembre 2011. Hawaii.

## Glossaire

**PTH** : prothèse totale de hanche

**UHMWPE** : ultra high molecular weight polyethylene (polyéthylène à très haut poids moléculaire)

**ZTA** : zirconia toughened alumina (composite matrice d'alumine renforcé avec zircone)

**t** : tétragonal (phase)

**m** : monoclinique (phase)

**c** : cubique (phase)

**d** : décoaptation

**d<sub>e</sub>** : distance d'enfoncement de la tête dans la cupule

**AFM** : atomic force microscopy (microscopie à force atomique)

**MEB** : microscopie électronique à balayage

**DRX** : diffractométrie des rayons X

**MET** : microscopie électronique à transmission

**HIP** : hot isostatic pressing

**Quiri** : logiciel de la machine de chocs

**LVDT** : linear variable differential transformer (capteur de déplacement)

**k** : constante élastique

**c** : coefficient d'amortissement

**PSI** : phase shifting interferometry

**VSI** : vertical scanning interferometry

**F.o.V.** : field of view (ouverture de champ)

**Sa** : rugosité en 3D

**Vm** : taux de phase monoclinique



## BIBLIOGRAPHIE

- S. Affatato, M. Spinelli, M. Zavalloni, C. Mazzega-Fabbro, M. Viceconti : Tribology and total hip joint replacement: Current concepts in mechanical simulation. *Medical Engineering & Physics*, 2008.
- A. D. Aza, J. Chevalier, G. Fantozzi, M. Schehl, R. Torrecillas : Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. *Biomaterials*, 23:937–945, 2002.
- M. Baleani, L. Cristofolini, M. Viceconti : Endurance testing of hip prostheses: a comparison between the load fixed in iso 7206 standard and the physiological loads. *Clinical biomechanics*, 14:339–345, 1999.
- J. Barbillat, D. Bougeard, G. Buntinx, M. Delhayé, P. Dhamelin-court, F. Fillaux : Spectrométrie Raman. traité analyse et caractérisation. *Techniques de l'Ingénieur*, 2009.
- P. L. Beguec, M. Goldschild : Reprise d'une prothèse fémorale descellée. Le concept press-fit : Principes et application pratique. *Maîtrise Orthopédique*, 123, 2003.
- R. Benzaid, J. Chevalier : Fracture toughness, strength and slow crack growth in a ceria stabilized zirconia alumina nanocomposite for medical applications. *Biomaterials*, 29:3636–3641, 2008.
- G. Bergmann, G. Deuretzbacher, M. Heller, F. Graichen, A. Rohlmann, J. Strauss, G. Duda : Hip contact forces and gait patterns from routine activities. *Journal of Biomechanics*, 34:859–871, 2001.
- G. Bergmann, F. Graichen, A. Rohlman : *Friction-induced temperature increase of hip implants*, chap. Reliability and long term results of ceramics in orthopaedics. Sedel L, Thieme-Willmann G, eds., 1999.
- G. Bergmann, F. Graichen, A. Rohlmann : Hip joint loading during walking and running, measured in two patients. *Journal of Biomechanics*, 26:969–990, 1993.
- Biophy Research : Spectroscopie Raman, mai 2011. URL <http://www.biophyresearch.com/>.

- M. Blewis, G. Nugent-Derfus, T. Schmidt, B. Schumacher, R. Sah : A model of synovial fluid lubricant composition in normal and injured joints. *European Cells and Materials*, 13:26–39, 2007.
- L. Blunt, P. Bills, X. Jiang, C. Hardaker, G. Chakrabarty : The role of tribology and metrology in the latest development of biomaterials. *Wear*, 266:424–431, 2009.
- P. Boutin : Arthroplastie totale de hanche par prothèse en alumine frittée. *Revue de Chirurgie Orthopédique*, 58:229–246, 1972.
- B. Cales : Têtes prothétiques en zircone comportement à long terme. *Annales orthopédiques de l'Ouest*, 29:32–36, 1997.
- W. Capello, J. D'Antonio, J. Feinberg, M. Manley, M. Naughton : Ceramic-on-ceramic total hip arthroplasty: update. *The Journal of Arthroplasty*, 23:39–43, 2008.
- J. Caton, J. Bouraly, P. Reynaud, Z. Merabet : Phase transformation in zirconia heads after THA. myth or reality. *Journal of Bone and Joint Surgery*, 87-B:120, 2005.
- D. Cattan : Chirurgie orthopédique et traumatologique. Techniques arthroscopiques. Prothèses, 2008. URL <http://www.arthroscopie.fr/hanche/procedure-chirurgicale.html>.
- J. Chevalier : What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*, 27:535–543, 2006.
- J. Chevalier, B. Cales, J. Drouin : Low temperature aging of Y-TZP ceramics. *Journal of the American Ceramic Society*, 82:2150–2154, 1999.
- J. Chevalier, S. Deville, G. Fantozzi, J. Bartolomé, C. Pecharroman, J. Moya, L. Diaz, R. Torrecillas : Nanostructured ceramic oxides with a slow crack growth resistance close to covalent materials. *Nanoletters*, 5:1297–1301, 2005.
- J. Chevalier, S. Deville, E. Münch, R. Jullian, F. Lair : Critical effect of cubic phase on aging in 3mol yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. *Biomaterials*, 25:5539–5545, 2004.
- J. Chevalier, S. Grandjean, M. Kuntz, G. Pezzotti : On the kinetics and impact of tetragonal to monoclinic transformation in an alumina/zirconia composite for arthroplasty applications. *Biomaterials*, 30:5279–5282, 2009.
- J. Chevalier, L. Gremillard : Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years. *Journal of the European Ceramic Society*, 29:1245–1255, 2009.
- J. Chevalier, L. Gremillard, S. S. Deville : Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. *The Annual Review of Materials Research*, 37:1–32, 2007.
- J. Chevalier, P. Taddei, L. Gremillard, S. Deville, G. Fantozzi, J. Bartolomé, C. Pecharroman, J. Moya, L. Diaz, R. Torrecillas, S. Affatato : Reliability assessment in advanced

- nanocomposite materials for orthopaedic applications. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 4:303–314, 2011.
- C. Chevillotte, R. Trousdale, Q. Chen, O. Guyen, K. An : The 2009 Frank Stinchfield Award: "Hip squeaking": a biomechanical study of ceramic-on-ceramic bearing surfaces. *Clinical Orthopaedics and Related Research*, 468:345–350, 2010.
- P. Christel, A. Meunier, J. Dorlot, J. Crolet, J. Witvoet, L. Sedel, P. Boutin : Biomechanical compatibility and design of ceramic implants for orthopedic surgery. *Annals of the New York Academy of Sciences*, 523:234–256, 1998.
- D. Clarke, F. Adar : Measurement of the crystallographically transformed zone produced by fracture in ceramics containing tetragonal zirconia. *Journal of the American Ceramic Society*, 65:284–288, 1982.
- I. Clarke : Metastable nature of zirconia femoral heads from a 20-year perspective of clinical and simulator wear studies. *Seminars in Arthroplasty*, 17:165–178, 2006.
- I. Clarke, D. Green, P. Williams, K. Kubo, G. Pezzotti, A. Lombardi, A. Turnbull, T. Donaldson : Hip-simulator wear studies of an alumina-matrix composite (AMC) ceramic compared to retrieval studies of AMC balls with 1-7 years follow-up. *Wear*, 267:702–709, 2009.
- V. Corfield, I. Khan, R. Scott : *Bioceramics and Alternative Bearings in Joint Arthroplasty*, chap. Ceramics in Orthopaedics: Hydrothermal stability of ceramic femoral heads, p. 59–64. 12th BIOLOX® Symposium Proceedings, 2007.
- P. Costigan, K. Deluzio, U. Wyss : Knee and hip kinetics during normal stair. climbing. *Gait and Posture*, 16:31–37, 2002.
- R. Crowninshield, R. Johnston, J. Andrews, R. Brand : A biomechanical investigation of the human hip. *Journal of Biomechanics*, 11:75–85, 1978.
- A. Dambreville, M. Philippe, A. Ray : La céramique de zircone ou «la nuit tous les chats sont gris». *Maîtrise Orthopédique*, 78, 1998.
- P. Damm, F. Graichen, A. Rohlmann, A. Bender, G. Bergmann : Total hip joint prosthesis for in vivo measurement of forces and moments. *Medical engineering & physics*, 32:95–100, 2010.
- D. Dennis, R. Komistek, J. Ochoa, E. Northcut, C. Hammill : In vivo determination of hip joint separation in subjects having either a metal-on-metal or metal-on-polyethylene THA. *In 46th Annual Meeting, Orthopaedic Research Society*, 2000.
- D. A. Dennis, R. Komistek, E. Northcut, J. A. Ochoa, A. Ritchie : In vivo determination of hip joint separation and the forces generated due to impact loading conditions. *Journal of Biomechanics*, 34:623–629, 2001.



- P. Devane, J. Horne, K. Martin, G. Coldham, B. Krause : Three-dimensional polyethylene wear of a press-fit titanium prosthesis: Factors influencing generation of polyethylene debris. *The Journal of Arthroplasty*, 12(3):256–266, 1997.
- S. Deville, J. Chevalier, G. Fantozzi, J. Bartolomé, J. Requena, J. Moya, R. T. L. A. Diazc : Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants. *Journal of the European Ceramic Society*, 23:2975–2982, 2003.
- S. Deville, J. Chevalier, L. Gremillard : Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. *Biomaterials*, 27:2186–2192, 2006.
- G. Duda, E. Schneider, E. Chao : Internal forces and moments in the femur during walking. *Journal of Biomechanics*, 30:933–941, 1997.
- A. Essner, K. Sutton, A. Wang : Hip simulator wear comparison of metal-on-metal, ceramic-on-ceramic and crosslinked UHMWPE bearings. *Wear*, 259:992–995, 2005.
- P. Firkins, J. Tipper, E. Ingham, M. Stone, R. Farrar, J. Fisher : A novel low wearing differential hardness, ceramic-on-metal hip joint prosthesis. *Journal of Biomechanics*, 34: 1291–1298, 2001.
- K. Fukatsu, G. Pezzotti, Y. Hayaishi, N. Sugano : Evaluation of phase stability in zirconia femoral heads from different manufacturers after in vitro testing or in vivo retrieval. *The Journal of Arthroplasty*, 24:1225–1230, 2009.
- J. Geringer : *Fretting corrosion de matériaux utilisés comme implants orthopédiques*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint Étienne. N°391 SGM, 2005.
- L. Gladkis, R. Li, J. Scarvell, P. Smith, H. Timmers : Exploration of the size, shape and abundance of UHMWPE wear particles using atomic force microscopy. *Wear*, 267:632–638, 2009.
- U. Glitsch, W. Baumann : The three-dimensional determination of internal loads in the lower extremity. *Journal of Biomechanics*, 30:1123–1131, 1997.
- P. Gomez, J. Morcuende : Early attempts at hip arthroplasty 1700s to 1950s. *The Iowa Orthopaedic Journal*, 25:25–29, 2005.
- H. Gray, 1918 : URL <http://www.bartleby.com/107/>.
- L. Gremillard : *Relations microstructure-durabilité dans une zircone biomédicale*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon . INSA N° 2002-ISAL-0026, 2002.
- L. Gremillard : Zircone orthopédique, 2011. URL <http://lgremillard.free.fr/>.
- L. Gremillard, J. Chevalier : Transformation de phase quadratique - monoclinique dans la zircone : Caractéristiques et implications. In *MECAMAT 09*, 2009.

- D. Gutknecht : *Elaboration et caractérisation de micro- et nano-composites alumine-zircone pour application orthopédique*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. INSA. N° 2006-ISAL-0067, 2006.
- K. Haraguchi, N. Sugano, T. Nishii, H. Miki, K. Oka, H. Yoshikawa : Phase transformation of a zirconia ceramic head after total hip arthroplasty. *Journal of Bone and Joint Surgery*, 83:996–1000, 2001.
- A. Hatton, J. Nevelos, A. A. Nevelos, R. E. Banks, J. Fisher, E. Ingham : Alumina-alumina artificial hip joints. part i : A histological analysis and characterisation of wear debris by laser capture microdissection of tissues retrieved at revision. *Biomaterials*, 23:3429–3440, 2002.
- P. Haudrechy, J. Foussereau, B. Mantout, B. Baroux : Nickel release from nickel-plated metals and stainless steels. *Contact Dermatitis*, 31:249–255, 1994.
- J. Hausselle : *Etude de la dégradation par chocs de têtes et cupules de prothèses de hanche en biocéramique*. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint Étienne. N°458 SGM, 2007.
- J. Hausselle, S. Drapier, J. Geringer, M. Dursapt, J. Stolarz, B. Forest : Modélisation de la croissance de défauts dans des cupules de prothèses de hanche en zircone soumises au phénomène de décoaptation. *Mécanique & Industries*, 9:153–158, 2008.
- M. Heller, G. Bergmann, G. Deuretzbacher, L. Durselen, M. Pohl, L. Claes, N. Haas, G. Duda : Musculo-skeletal loading conditions at the hip during walking and stair climbing. *Journal of Biomechanics*, 34:883–893, 2001.
- M. Heller, G. Bergmann, J. Kassi, L. Claes, N. Haas, G. Duda : Determination of muscle loading at the hip joint for use in pre-clinical testing. *Journal of Biomechanics*, 38:1155–1163, 2005.
- P. Hernigou, T. Bahrami : Zirconia and alumina ceramics in comparison with stainless-steel heads. *The Journal of Bone and Joint Surgery*, 85:504–509, 2003.
- J. Jacobs, A. Shanbhag, T. Glant, J. Black, J. Galante : Wear debris in total joint replacements. *Journal of American Academy of Orthopaedic Surgeons*, 2:212–220, 1994.
- C. Jarrett, A. Ranawat, M. Bruzzone, J. Rodriguez, C. Ranawat : The squeaking hip: an underreported phenomenon of ceramic-on-ceramic total hip arthroplasty. *The Journal of Arthroplasty*, 22:302, 2007.
- J. Keurentjes, R. Kuipers, D. Wever, B. Schreurs : High incidence of squeaking in THAs with alumina ceramic-on-ceramic bearings. *Clinical orthopaedics and related research*, 466:1438–1443, 2008.
- R. Komistek, L. Sedel, C. Hammill, E. Northcut, S. Walker, P. Bizot : In vivo determination of hip joint separation in subjects having variable bearing surfaces. *In 48th Annual Meeting of the Orthopaedic Research Society*, 2000.

- C. Kowandy, H. Mazouz, C. Richard : Isolation and analysis of articular joints wear debris generated in vitro. *Wear*, 261:966–970, 2006.
- A. Kumar, K. Biswas : Dry sliding wear of zirconia-toughened alumina with different metal oxide additives. *Ceramics International*, 35:997–1002, 2008.
- Y.-S. Liao, H. McKellop, Z. Lu, P. Campbell, P. Benya : The effect of frictional heating and forced cooling on the serum lubricant and wear of UHMWpolyethylene cups against cobalt chromium and zirconia balls. *Biomaterials*, 24:3047–3059, 2003.
- A. Lombardi, T. Mallory, D. Dennis, R. Komistek, R. Fada, E. Northcut : An in vivo determination of total hip arthroplasty pistoning during activity. *The Journal of Arthroplasty*, 15:702–709, 2000.
- P. Lusty, C. Tai, R. Sew-Hoy, W. Walter, W. Walter, B. Zicat : Third-generation alumina-on-alumina ceramic bearings in cementless total hip arthroplasty. *The Journal of bone and joint surgery*, 89:2676–2683, 2007.
- E. A. Magnissalis, T. A. Xenakis, C. Zacharis : Wear of retrieved ceramic THA components - four matched pairs retrieved after 5-13 years in service. *Journal of Biomedical Materials Research*, 58:593–598, 2001.
- M. Manley, K. Sutton : Bearings of the future for total hip arthroplasty. *The Journal of Arthroplasty*, 23:47–50, 2008.
- J. L. Masonis, R. B. Bourne, M. D. Ries, R. W. McCalden, A. Salehi, D. C. Kelman : Zirconia femoral head fractures: A clinical and retrieval analysis. *The Journal of Arthroplasty*, 19:898–905, 2004.
- B. Mavcic, B. Pompe, V. Antolic, M. Daniel, A. Iglic, V. Kralj-Iglic : Mathematical estimation of stress distribution in normal and dysplastic human hips. *Journal of Orthopaedic Research*, 20:1025–1030, 2002.
- M. L. Mecartney, M. Rühle : In situ transmission electron microscopy observations of the monoclinic to tetragonal phase transformation in tetragonal  $ZrO_2$ . *Acta metal*, 37:1859–1863, 1989.
- Y. Ming-qing, F. Shi-gang, Z. Lian-meng, S. Shu-zhen : Mechanical properties of  $ZrO_2$  ceramic stabilized by  $Y_2O_3$  and  $CeO_2$ . *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 17:14–18, 2002.
- R. Murali, S. Bonar, G. Kirsh, W. Walter, W. Walter : Osteolysis in third generation alumina ceramic on ceramic hip bearings with severe impingement and titanium metallosis. *The Journal of Arthroplasty*, 23, 2008.
- V. Naglieri : *Alumina-Zirconia composites: elaboration and characterization, in view of the orthopaedic application*. Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Politecnico di Torino, 2010.

- I. Néel : Diffraction X. analyse de la matière par diffraction X, 2011. URL <http://neel.cnrs.fr/spip.php?rubrique316>.
- J. Nevelos, E. Ingham, C. Doyle, R. Streicher, A. Nevelos, W. Walter, J. Fisher : Microseparation of the centers of alumina-alumina artificial hip joints during simulator testing produces clinically relevant wear rates and patterns. *The Journal of Arthroplasty*, 15:793–795, 2000.
- J. Nevelos, E. Ingham, C. Doyle, A. Nevelos, J. Fisher : Wear of HIPed and non-HIPed alumina-alumina hip joints under standard and severe simulator testing conditions. *Biomaterials*, 22:2191–2197, 2001.
- H. Paqueton, J. Ruste : Microscopie électronique à balayage : Images, applications et développements. *Techniques de l'Ingénieur*, P866:1–15, 2009a.
- H. Paqueton, J. Ruste : Microscopie électronique à balayage : Principe et équipement. *Techniques de l'Ingénieur*, P 865v2:1–16, 2009b.
- J. Paul : Forces transmitted by joints in the human body. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers*, 181:8–15, 1967.
- J. Paul : Force actions transmitted by joints in the human body. *Proceedings of the Royal Society of London. Series B, Biological Sciences*, 192:163–172, 1976.
- L. Pidhorz : Mécanismes des descellements aseptiques au cours des prothèses totales cimentées de la hanche. *In Expansion Scientifique*, 1993.
- J. Puget, C. Mansat, 2004 : URL <http://www.observatoire-du-mouvement.com/>.
- C. V. Raman, K. S. Krishnan : A new type of secondary radiation. *Nature*, 122, 1928.
- J. Rivoal, C. Frétiigny : *Microscopie à force atomique (AFM)*, 2008.
- E. Rixrath, S. Wendling-Mansuy, X. Flecher, K. Kayvantash, P. Chabrand, J. Argenson : Etude de la formation de débris d'usure dans la prothèse totale de hanche par un modèle numérique particulière. *In 18ème Congrès Français de Mécanique*, 2007.
- W. Roos, G. Wuite : Nanoindentation studies reveal material properties of viruses. *Advanced Materials*, 21:1187–1192, 2009.
- J. Rösler, M. Bäker, H. Harders : *Technology & Engineering*, chap. Mechanical Behaviour of Engineering Materials. Metals, ceramics, polymers and composites. Springer, 2007.
- J. O. Saenz, M. H. Rodriguez, A. P. Unzueta, R. M. Solis : Development of a hip wear simulation rig including micro-separation. *Wear*, 263:1527–1532, 2007.
- E. Sanchez : Tratamiento de lesion del cartilago articular. Anatomia de cadera. 2011. URL <http://clinicaderodillayhombro.info/principal/hombro-brazo-y-codo/anatomia-de-cadera/>.

- E. Santos, S. Vohra, S. Catledge, M. McClenny, J. Lemons, K. Moore : Examination of surface and material properties of explanted zirconia femoral heads. *The Journal of Arthroplasty*, 19:30–34, 2004.
- R. Schmidt, L. Künzi : *Comportement des matériaux dans les milieux biologiques : applications en médecine et biotechnologie*. PPUR presses polytechniques, 1999.
- A. Seireg, R. Arvikar : The prediction of muscular load sharing and joint forces in the lower extremities during walking. *Journal of Biomechanics*, 8:89–102, 1975.
- B. Stansfield, A. Nicol, J. Paul, I. Kelly, F. Graichen, G. Bergmann : Direct comparison of calculated hip joint contact forces with those measured using instrumented implants. an evaluation of a three-dimensional mathematical model of the lower limb. *Journal of Biomechanics*, 36(7):929–936, 2003.
- T. Stewart, J. Nevelos, J. Tipper, G. Insley, R. Streicher, E. Ingham, J. Fisher : Microseparation simulator wear study of different ceramic total hip replacement, 2000. URL [http://www.stryker.co.uk/st\\_pdf\\_4-microseparation-simulator-wear.pdf](http://www.stryker.co.uk/st_pdf_4-microseparation-simulator-wear.pdf).
- T. Stewart, J. Tipper, G. Insley, R. Streicher, E. Ingham, J. Fisher : Long-term wear of ceramic matrix composite materials for hip prostheses under severe swing phase microseparation. *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials*, 66:567–573, 2003a.
- T. Stewart, J. Tipper, G. Insley, R. Streicher, E. Ingham, J. Fisher : Severe wear and fracture of zirconia heads against alumina inserts in hip simulator studies with microseparation. *The Journal of Arthroplasty*, 18:726–734, 2003b.
- Stryker, 2011 : URL <http://www.aboutstryker.com/hip/why-stryker/longevity.php>.
- M. Szutkowska, M. Boniecki : Subcritical crack growth in zirconia-toughened alumina (ZTA) ceramics. *Journal of Materials Processing Technology*, 175, 2006.
- K. Tahmasebi, M. Paydar : The effect of starch addition on solution combustion synthesis of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub> nanocomposite powder using urea as fuel. *Materials Chemistry and Physics*, 109:156–163, 2008.
- S. Taylor, M. Manley, K. Sutton : The role of stripe wear in causing acoustic emissions from alumina ceramic-on-ceramic bearings. *The Journal of Arthroplasty*, 22:47–51, 2007.
- J. Tipper, P. Firkins, A. Besong, P. Barbour, J. Nevelos, M. Stone, E. Ingham, J. Fisher : Characterisation of wear debris from UHMWPE on zirconia ceramic, metal-on-metal and alumina ceramic-on-ceramic hip prostheses generated in a physiological anatomical hip joint simulator. *Wear*, 250:120–128, 2001.
- J. Tipper, A. Hatton, J. Nevelos, E. Ingham, C. Doyle, R. Streicher, A. Nevelos, J. Fisher : Alumina-alumina artificial hip joints. part ii : Characterisation of the wear debris from in vitro hip joint simulations. *Biomaterials*, 23:3441–3448, 2002.

- 
- J. Uribe, J. Geringer, B. Forest : Understanding the degradation mechanism of alumina hip prostheses subjected to shocks. *In Wear of Materials, WOM, Philadelphia USA*, 2011.
- L. Uzdienski : FDA panel recommends DePuy's Ceramic-on-Metal Hip for approval, 08 2009. URL [http://www.healthpointcapital.com/research/2009/08/18/fda\\_panel\\_recommends\\_depuys\\_ceramiconmetal\\_hip\\_for\\_approval/](http://www.healthpointcapital.com/research/2009/08/18/fda_panel_recommends_depuys_ceramiconmetal_hip_for_approval/).
- W. Walter, G. Insley, W. Walter, M. Tuke : Edge loading in third generation alumina ceramic-on-ceramic bearings: stripe wear. *The Journal of Arthroplasty*, 19:402–413, 2004.
- W. Walter, P. Lusty, A. Watson, G. O'Toole, M. Tuke, B. Zicat, W. Walter : Stripe wear and squeaking in ceramic total hip bearings. *Seminars in Arthroplasty*, 17:190–195, 2006.
- W. Walter, G. O'toole, W. Walter, A. Ellis, B. Zicat : Squeaking in ceramic-on-ceramic hips: the importance of acetabular component orientation. *The Journal of Arthroplasty*, 22:496–503, 2007.
- D. Williams : The delicate balancing act of metallic biomaterials. *Medical Device Technology*, mars-avril:8–10, 2009a.
- D. Williams : On the mechanisms of biocompatibility. *Biomaterials*, 29:2941–2953, 2009b.
- C. Wulfman, M. Sadoun, M. L. de la Chapelle : Interest of Raman spectroscopy for the study of dental material: The zirconia material example. *Ingénierie et Recherche Biomédicale*, 31:257–262, 2010.



NNT : 2012 EMSE 0642

Juliana URIBE

MULTISCALE ANALYSIS OF BIOCERAMICS BEHAVIOR FOR HIP REPLACEMENT. IN VITRO AND EX VIVO CASES.

Speciality : Materials engineering

Keywords : shocks, alumina, zirconia, ageing, retrieval

Abstract :

Because of the excellent biocompatibility and great mechanical properties, bioceramics are the best choice for total hip replacement (THR). When hip is replaced, a microseparation could appear between the head and the cup leading to a shock limiting the lifetime of ceramics. Classic tests on hip simulator partly allow estimating the lifetime of ceramics. Ceramics materials are subjected to shocks. In this work we evaluated the reliability of bioceramics for hip replacement tested in a shock machine. Two bearing surfaces were studied (head/cup): alumina/alumina and composite alumina-zirconia/alumina. Tests were carried out in dry and in solution with an inclination of 45° to respect the standard anatomical position. Femoral heads exhibited two wear stripes of similar location and roughness to those found *ex vivo*. Shock device reproduces *in vivo* degradation. The influence of aging on the shocks degradation was also studied for composites alumina-zirconia. Artificial ageing did not affect the shock-induced wear resistance. Further analysis of retrieved composite would be interesting for comparison of experimental results.

Also, *ex vivo* analyses were made. A large number of retrieved zirconia femoral heads were analyzed in order to understand the phase transformation of zirconia *in vivo*. Any correlation between the phase transformation and the increase in roughness was found. We might suggest that phase transformation is activated during the fabrication process (sintering, polishing, machining) and is not accelerated *in vivo*.



NNT : 2012 EMSE 0642

Juliana URIBE

ANALYSE MULTI-ECHELLE DE LA DURABILITE DES  
BIOCERAMIQUES POUR PROTHESES DE HANCHE. ÉTUDES IN VITRO  
ET EX VIVO

Spécialité: Science et Génie des Matériaux

Mots clés : chocs, alumine, zircone, usure, transformation de phase, explants

Résumé :

L'excellente biocompatibilité et les remarquables propriétés mécaniques font des biocéramiques une des meilleures options pour les prothèses totales de hanche (PTH). Jusqu'à récemment, le seul dispositif qui permettait d'estimer la durée de vie des PTH était le simulateur de marche. Les PTH ne sont pas uniquement sollicitées en fatigue mais aussi en chocs. Dans ce travail nous avons évalué la durabilité des prothèses de hanche en biocéramique testées sur une machine de chocs. Deux couples tête/cupule ont été testés : alumine/alumine et composite alumine-zircone/alumine. Les essais se sont déroulés à sec et en solution avec une inclinaison de 45° qui correspond à la position anatomique standard de cette articulation. Des bandes d'usure apparaissent sur la tête. Leur localisation et leur rugosité sont similaires à celles retrouvées *ex vivo*. La machine de chocs reproduit les mécanismes de dégradation des PTH *in vivo*. L'influence du vieillissement sur la résistance aux chocs a été étudiée. Afin de mieux comprendre la transformation de phase *in vivo* de la zircone, une grande série d'explants a été analysée. Aucune corrélation entre la transformation de phase et l'augmentation de la rugosité n'a été observée. La transformation de phase de la zircone serait liée aux processus de fabrication (polissage, usinage..). Ce travail constitue une base de données pour les couples zircone/UHMWPE. De la même façon, l'analyse d'explants composites permettrait de valider nos résultats *in vitro* pour les composites.