



HAL
open science

Maîtrise structurale de matériaux par fabrication additive en vue d'applications bio-médicales

David Joguet

► **To cite this version:**

David Joguet. Maîtrise structurale de matériaux par fabrication additive en vue d'applications bio-médicales. Autre. Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2013. Français. NNT : 2013BELF0195 . tel-00879245

HAL Id: tel-00879245

<https://theses.hal.science/tel-00879245>

Submitted on 2 Nov 2013

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.

École Doctorale "Sciences pour l'Ingénieur et Microtechniques"

Université de Franche-Comté

Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE
DE BELFORT-MONTBELIARD EN SCIENCES POUR L'INGENIEUR**

Par

David JOGUET

Maitrise structurale de matériaux par fabrication additive en vue d'applications bio-médicales

Soutenue le 15-02-2013 devant la commission d'examen composée de :

Président

Mr **Dominique GREVEY**, Professeur des Universités, Université de Bourgogne

Rapporteurs

Mr **Alain BERNARD**, Professeur des Universités, Ecole Centrale de Nantes

Mr **Hervé PELLETIER**, Maître de Conférences HDR, INSA de Strasbourg

Examineurs

Mr **Francis TOURENNE**, Docteur, Medicoat France

Mr **Hanlin LIAO**, Professeur des Universités, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Mme **Sophie COSTIL**, Maître de conférences HDR, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Supprimer la distance, c'est augmenter la durée du temps. Désormais, on ne vivra pas plus longtemps ; seulement, on vivra plus vite.

Alexandre Dumas

A Théo et à sa maman,

Remerciements

Ce travail de thèse a été soutenu par une bourse du ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche et s'est déroulé au sein du Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard.

Je tiens à remercier mes directeurs de thèse Sophie COSTIL et Hanlin LIAO qui m'ont encadré durant ces 3 années de thèse.

Je remercie Monsieur Alain BERNARD, Professeur des Universités à l'Ecole Centrale de Nantes ainsi qu'à Monsieur Hervé PELLETIER, Maître de Conférences HDR à l'INSA de Strasbourg pour l'intérêt qu'ils ont porté à mes travaux en acceptant d'être les rapporteurs de cette thèse. Je remercie également Monsieur Francis TOURENNE, Ingénieur à Medicoat France, d'avoir accepté d'être membre du jury et Monsieur Dominique GREVEY, Professeur des Universités à l'université de Bourgogne, d'avoir accepté de le présider.

Je remercie plus particulièrement le personnel des plate-formes de Sévenans et de Montbéliard pour leur bonne humeur, leur disponibilité et leurs conseils toujours éclairés. Je remercie également Sophie LAMY et Odile RIBET pour leurs gentillesse. Je remercie Christian ADAM pour sa disponibilité. Je remercie également Joël CHAUVELOT pour sa bonne humeur et pour tous les services qu'il a pu me rendre. Je remercie Charles BERNAGE et Lucas DEMBINSKI pour leurs expertises sur la SLM et leurs sympathies.

Je tiens à remercier Jean-Louis SEICHEPINE, Rodolphe BOLOT, Christophe VERDY, Ghislaine et Pierre BERTRAND pour leurs sympathie et leurs qualités scientifiques, sans oublier Marie-Albéric et Yoann DANLOS, pour leurs amitiés.

Je tiens à remercier très vivement tous les stagiaires, thésards et post-doctorants du laboratoire, sans qui, l'aventure que constitue un projet aussi vaste qu'une thèse, pourrait ressembler à une traversée du désert. Merci dans le plus grand désordre à Béatrice, Delphine, Emilie, Amina, Yann, Stéphane, Sébastien. Et je vous souhaite bon courage et bonne chance à tous ceux et toutes celles qui sont encore sur le pont.

Je voudrais remercier encore beaucoup plus particulièrement ma famille qui a su m'entourer et me soutenir durant cette traversée difficile et qui continue à le faire. Merci à mon papa Robert, l'un des piliers de ma vie, ma grand sœur Sandrine qui tient une place fondamentale, ainsi que mon grand frère Frédéric tout aussi important.

Enfin je remercie ma compagne Delph et mon fils Théo pour le soleil qu'ils m'apportent chaque jour.

Table des matières

LEXIQUE.....	IX
INTRODUCTION.....	1
CHAPITRE I ETAT DE L'ART	5
I) NOTIONS BIOLOGIQUES.....	5
I 1. <i>Biologie et tissu osseux</i>	5
I 2. <i>La mécanique cellulaire</i>	7
I 3. <i>Adhésion ostéoblastique</i>	8
I 4. <i>Le remodelage osseux</i>	8
II) LES MATERIAUX POUR APPLICATIONS MEDICALES	9
II 1. <i>Les biomatériaux</i>	9
II 1 a. Les polymères.....	10
II 1 b. Les céramiques	11
II 1 c. Les matériaux d'origine naturelle.....	11
II 1 d. Les métaux et alliages métalliques	12
II 2. <i>Les prothèses</i>	13
III) MISE EN FORME DES BIOMATERIAUX	15
III 1. <i>La fonderie</i>	15
III 2. <i>Le façonnage</i>	15
III 3. <i>Le frittage</i>	16
III 4. <i>La fabrication additive</i>	16
III 1. <i>Les structures de type « scaffold »</i>	20
IV) CONCLUSION ET OBJECTIFS DE LA THESE.....	22
CHAPITRE II TECHNIQUES EXPERIMENTALES ET DE CARACTERISATION	25
I) LA TECHNIQUE DE TRANSFORMATION DES MATERIAUX PAR LA MICRO FUSION LASER SUR LIT DE POUDRE.....	25
I 1. <i>Interaction laser matière</i>	29
I 1 a. Energie transmise à la pièce.....	30
I 1 b. L'énergie théorique de transformation	31
I 1 c. Les pertes à considérer	31
II) PRECURSEURS ET PREPARATION	33
II 1. <i>Matériaux</i>	33
III) PLAN D'EXPERIENCES.....	36
III 1 a. La table L25 (5 ^e).....	36
III 1 b. La table L8 (2 ^e).....	38
IV) LES MOYENS DE CARACTERISATION	38

IV 1.	Mesure de la granulométrie	39
IV 2.	Microscopie électronique à balayage	39
IV 3.	Attaques chimiques	39
IV 4.	Caractérisation microstructurale	39
IV 5.	Diffraction des rayons X.....	42
IV 6.	Mesures thermiques.....	42
IV 7.	Essais mécaniques	42
CHAPITRE III	ETUDE PARAMETRIQUE APPLIQUEE AU CoCrMo ET AU T40.....	45
I)	INTERACTION LASER MATIERE.....	45
I 1.	Application de la table L25 aux matériaux CoCrMo et T40.....	46
I 2.	Principaux paramètres influents.....	54
I 3.	Impact des principaux paramètres.....	59
I 4.	Caractérisation des échantillons.....	63
CHAPITRE IV	MODELISATION ET COMPREHENSION DE L'INTERACTION LASER MATIERE	69
I)	MODELISATION NUMERIQUE	69
I 1.	Définition du modèle.....	69
I 1 a.	Modélisation de l'irradiation laser.....	69
I 1 b.	Modélisation de la pièce	70
I 2.	Application du modèle	73
I 3.	Résultats.....	74
II)	ANALYSE DE LA TEMPERATURE.....	77
CHAPITRE V	REALISATION D'UN IMPLANT HYBRIDE DE TYPE SCAFFOLD EN CoCrMo ET T40 .	81
I)	CONCEPTION	81
I 1.	Les structures denses et poreuses	81
II)	STRUCTURE MIXTE	88
III)	ARCHITECTURE 3D.....	90
CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES.....	93	
RÉFÉRENCES.....	95	
LISTE DES FIGURES.....	106	
LISTE DES TABLEAUX	110	
LISTE DES EQUATIONS	111	

Lexique

A

Alias : un alias est le fait que les résultats obtenus lors d'une expérimentation sont la somme de prédicateurs (facteurs ou interactions) différents

Anastomoser : être joint en formant un abouchement de deux vaisseaux

B

Beam expander : système optique permettant de régler la position du beam waist

Beam waist : lieu où le faisceau laser est le plus étriqué

Bioverres de Hench : en 1970 Hench utilise des verres basés sur des oxydes de silice qui développent en surface une couche d'HA carbonatée identique à la phase minérale de l'os

C

Canal de Havers : canal central de l'ostéon orienté selon le grand axe de l'os

Canal de Volkmann : canal transversaux situé dans l'ostéon pour permettre la communication des canaux de Havers

Cellule bordante : elles sont les précurseurs des ostéoblastes, elles sont aplaties et allongées

Collagène arciformes : se sont des fibres conjonctives enchâssées dans la matrice osseuse

D

Diaphyse : La diaphyse est cylindrique, creusée en son centre d'une cavité médullaire emplies de moelle osseuse

E

Epiphyses : extrémité d'un os long

F

Fibroblaste : cellule présente dans le tissu conjonctif, elle assure la cohérence et la souplesse

M

Métaphyse : région intermédiaire entre l'épiphyse et la diaphyse

Mitotique : cellule formée de plusieurs noyaux

O

Ostéoblaste : cellule osseux générant et transformant la matrice minérale osseuse

Ostéoclaste : cellule osseux responsable de la résorption osseuse

Ostéoconducteur : un biomatériau est ostéoconducteur lorsqu'il peut engendrer la formation du tissu osseux s'il est mis au contact avec un os

Ostéocyte : est une cellule de tissu osseux issue de l'ostéoblaste, les ostéocytes sont comme emmurés dans le tissu osseux, mais continuent une activité de synthèse osseuse plus modérée

Ostéons : c'est l'unité de structure de l'os compact. Cet ensemble de base, ou système de

P

Préostéoblaste : Les préostéoblastes sont issus de la division de cellules localisées dans la moëlle pour l'os trabéculaire. Ces préostéoblastes sont des cellules allongées situées au contact des ostéoblastes matures. Ils sont capables de se diviser et expriment une enzyme : la phosphatase alcaline.

Préostéoclaste : cellule de base pour la génération des ostéoclastes

Q

Quiescent : est une phase de repos correspondant au temps durant lequel la cellule arrête de se diviser et sort du cycle cellulaire

T

Trabéculaire : en anatomie c'est ce qui est formée de travées plus ou moins interconnectées dites en nid-d'abeilles

V

Vascularisation périostée : sont les « cordons ombilicaux » de la membrane continue fibro-élastique avec des cellules qui recouvre l'os auquel il est intimement lié

Introduction

De nos jours, l'utilisation des biomatériaux représente un enjeu important du 21^{ème} siècle. Cette tendance prend tout particulièrement son essor dans le domaine médical où de nombreuses recherches sont dédiées à la fourniture d'implants offrant des longévités de plus en plus élevées. Cela est particulièrement dû à l'accroissement de la durée de vie et au besoin induit du développement soutenu de la chirurgie réparatrice. Le développement cellulaire, qui est directement lié à l'interaction matériau /corps humain, est essentiel pour permettre aux implants de s'intégrer aux systèmes biologiques du receveur. Cette croissance (cellulaire) devient donc la clef de tous les implants, suivant les propriétés de surface des matériaux telle la rugosité moyenne, la porosité etc. De plus dans le cas particulier du remodelage osseux, les propriétés mécaniques du matériau constituant l'implant sont primordiales car l'implant a besoin d'être stimulé mécaniquement pour favoriser le développement cellulaire [1] afin de stresser l'organisme. De ce fait, il est nécessaire de trouver un compromis entre les propriétés chimiques, mécaniques et structurales des implants. Il est donc possible au travers des matériaux d'ajuster les infinités chimiques par le contrôle de la composition. La forme et l'architecture des implants quant à elles définissent les comportements mécaniques lorsqu'ils subissent une sollicitation.

Les matériaux répondant à ces exigences sont appelés biomatériaux et présentent des interactions particulières avec l'hôte. Ainsi, on distingue quatre grandes familles selon leurs applications et leurs natures. Les polymères [2] sont plus orientés vers la génération d'implants résorbables pour des applications par exemple de type musculaire ou bien pour améliorer les frottements des prothèses. Leurs affinités chimiques au travers des chaînes carbonées et leurs souplesses en font des matériaux intéressants mais restent difficile à utiliser pour des implants offrant une certaine résistance mécanique. La famille des céramiques, quant à elle représente une vaste famille, où les céramiques, en particulier de type hydroxyapatite ou zircone, sont les leaders dans le domaine des biomatériaux de par leurs bonnes affinités chimiques avec le corps humain. L'inertie chimique a été longtemps l'intérêt premier des céramiques, plus récemment est apparue la stimulation chimique où là encore, les céramiques grâce à leur complexité de composition offrent de grandes possibilités. Cependant, leur fragilité rend difficile leurs utilisations exclusives dans la plupart des applications, c'est pourquoi ils excellent plutôt dans le domaine des revêtements pour favoriser le remodelage tissulaire [3], [4]. Les matériaux dits naturels sont bien certainement les mieux adaptés aux milieux organiques compte tenu de leur grande compatibilité tissulaire [5]. Cependant, cette compatibilité est aussi directement liée au donneur et impose une pureté ou une propreté des tissus rigoureuse qu'il peut être parfois

difficile à obtenir. Enfin, la famille des matériaux métalliques est certainement la plus ancienne et la plus large dans le domaine des biomatériaux avec, dans les premiers temps, l'utilisation des matériaux purs (or, argent, platine). Puis sont apparus les aciers inoxydables offrant des résistances à la corrosion intéressantes et de bonnes propriétés mécaniques. Afin de palier certains problèmes, de poids en particulier ou d'affinité chimique, de nouveaux alliages sont recherchés comme les alliages de titane ou de cobalt. Dans ces circonstances, de nombreuses recherches sont réalisées sur des biomatériaux métalliques de titane pur (T40) et d'alliage de Cobalt (CoCrMo) qui ont une place particulière dans le domaine des implants grâce aux propriétés mécaniques et des propriétés intéressantes de biocompatibilité qu'ils présentent [6].

Les procédés de mise en forme de tous ces matériaux sont très divers et touchent tous les domaines. Dans un premier temps, les procédés traditionnels d'usinage, de déformation (forgeage, matriçage) ont été les acteurs principaux et ils sont adaptés surtout à la production de grande série et aux pièces de forme relativement simples. De nos jours, l'émergence de nouvelles technologies telles que les fabrications additives offrent des perspectives innovantes, en complexifiant les formes et répondant à de nouvelles exigences, par exemple les implants de type « custom-designed ». La micro fusion sur lit de poudre est apparue ces dernières années comme une réelle alternative aux procédés classiques d'élaboration de pièces [7]–[9]. Cette technologie, basée sur la réalisation de pièces couche par couche, utilise de manière générale une source énergétique, qui en réagissant avec le précurseur, fond localement la matière et ainsi forme une pièce de géométrie complexe. A l'origine, cette technologie était orientée plutôt vers la réalisation de prototypes compte tenu des temps de fabrication relativement longs et des coûts significatifs. Néanmoins, l'évolution des outils informatiques pour la définition des modèles 3D et le pilotage de l'outil de production permettent aujourd'hui d'élargir le champ d'applications [10]. De plus, l'amélioration des sources énergétiques (laser [11], faisceau d'électrons [12], [13]) a permis d'améliorer la vitesse de réalisation des pièces ainsi que leurs précisions. Ces outils de production s'orientent donc vers une fabrication fiable de petites et moyennes séries de pièces à part entière. Cependant, la connaissance des phénomènes thermiques mise en œuvre durant la réalisation reste encore à développer, tant du point de vue du refroidissement que des échanges thermiques. Différentes structures peuvent aussi être envisagées suivant les applications recherchées. Grâce à la souplesse du procédé, il est en effet possible, lors de l'élaboration d'une pièce massive, de changer les paramètres de la source énergétique, voire dans certains cas de modifier le précurseur, pour modifier les propriétés d'une ou plusieurs parties de la pièce finale.

C'est pourquoi la fabrication additive par micro fusion laser sur lit de poudre est un procédé intéressant car il offre de grandes perspectives, tant du point de vue de la

complexité des formes géométriques générées, que de la diversité des matériaux pouvant être traités. Les caractéristiques mécaniques des pièces, mises en forme grâce à cette technologie, peuvent être choisies et adaptées en fonction de l'application recherchée. Parmi les implants se distinguent différentes familles de matériaux selon les applications voulues et les sollicitations mécaniques (prothèse de hanche, prothèse de phalange ou bien calotte crânienne). Pour stimuler le remodelage osseux par exemple, il est nécessaire de générer des implants dont le module de Young est maîtrisé et proche de celui de l'os cortical. Mais la complexité de la géométrie des pièces fait qu'il est difficile et coûteux aussi de réaliser des implants scaffold par des voies traditionnelles de type usinage. Ainsi, les propriétés mécaniques intrinsèques comme le module de Young, peuvent être intégrées au sein de structures géométriques mixtes alliant différentes caractéristiques, pour élaborer des systèmes disposant de propriétés mécaniques de rigidité particulière. Il est en effet possible d'influencer la rigidité d'une pièce en contrôlant sa structure par exemple au travers du taux de porosité. Pour ce faire, les procédés de fabrication additive deviennent donc une alternative d'actualité car ils permettent la conception de pièces très complexes avec des coûts de fabrication qui tendent à diminuer [14], [15]. Deux voies peuvent alors être envisagées pour contrôler les structures, la première consiste à générer des porosités dans le fichier 3D ; la seconde nécessite de contrôler le taux de porosité grâce aux paramètres opératoires dans le but d'obtenir une rigidité souhaitée [16]–[19].

C'est précisément cette seconde option qui tend à être développée dans ce travail de thèse. Cette étude propose donc en effet d'étudier la mise en œuvre de matériaux métalliques biocompatibles tels que le CoCrMo et le titane pur T40 par le procédé de micro fusion laser en proposant une méthodologie permettant de balayer un large spectre de paramètres. Cette technique étant « ouverte », elle permet une grande flexibilité pour l'utilisation des matériaux et des paramètres opératoires. A ce titre, la méthode des plans d'expériences de type Taguchi est utilisée afin de déterminer et de quantifier l'effet des paramètres sur un objectif donné de mise en œuvre (tel que la porosité) et de développer la compréhension du procédé de micro fusion laser sur lit de poudre [20]–[23]. L'appréciation de l'influence des paramètres opératoires pour l'objectif donné en résultera et ainsi une estimation prédictive pourra être réalisée pour définir a posteriori l'objectif. Puis, une analyse des phénomènes thermiques approfondis est réalisée au travers d'observations et de modélisations numériques basées sur les éléments finis. Enfin, compte tenu des résultats, des structures mixtes ont été envisagées et testées pour évaluer leurs pertinences dans le domaine biomédical.

Chapitre I

Etat de l'art

Ce chapitre s'articule en trois parties. Un bref état des lieux afin de présenter les notions biologiques est d'abord exposé avec la description des différents mécanismes d'ostéogénèse. La famille des matériaux biocompatibles est ensuite décrite dans ce manuscrit. Les procédés d'élaboration de revêtements ou de structures « scaffold » sont également présentés. Enfin une synthèse des travaux réalisés par d'autres équipes sur l'élaboration de matériaux bio compatibles pour la réalisation d'implants sera réalisée.

I) Notions biologiques

I 1. Biologie et tissu osseux

Le corps peut être apparenté à une « machine » majestueusement optimisée : l'os qui constitue la structure de notre corps en est la preuve. En effet, il est nécessaire pour l'os d'être soumis à des contraintes pour se développer. Une certaine analogie peut être faite dans le domaine mécanique ; lors de la conception d'une poutre résistante, rigide et légère, la géométrie de celle-ci doit être prise en compte afin que les fonctionnalités du produit considéré soient respectées. L'exemple pouvant être mis en avant est le cas d'un tube et d'une barre sollicités en flexion. Grâce au calcul du moment quadratique de la section, il est mis en évidence que la rigidité d'un tube est supérieure à celle d'une barre. C'est précisément ce type de principe qui est développé pour l'os du corps humain. Celui-ci est constitué de plusieurs parties présentant chacune des propriétés propres répondant à des objectifs précis : une partie extérieure résistante, « l'os cortical », enrobant une partie intérieure plus déformable, « l'os spongieux où sont intégrés les canaux médullaires ». La Figure 1 illustre cette organisation osseuse.

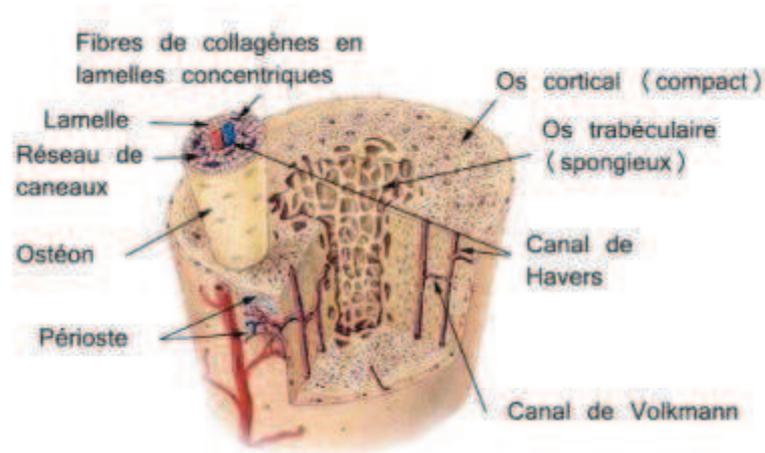


Figure 1 Représentation schématique d'une partie compacte et spongieuse d'un os [24]

La porosité de la partie compacte est essentielle pour irriguer toutes les cellules. On distingue une macro porosité (quelques centaines de micromètres) qui favorise le passage des nerfs, vaisseaux sanguins, globules... et une micro porosité pour permettre une irrigation complète. La connexion entre les porosités doit être garantie afin que les cellules soient alimentées au fil du temps.

L'os compact ou os cortical (80-85% de l'os)

Il constitue une enveloppe résistante composée de la juxtaposition d'ostéons* cylindriques (de 200 à 300 μm de diamètre composé de lamelles concentriques) alignés parallèlement à la diaphyse* (Figure 1). Les fibres de collagène sont orientées de façon à conférer au tissu cortical une résistance mécanique optimale. Chaque ostéon est centré sur un canal dit « de Havers* » d'environ 50 μm de diamètre. Les canaux de Havers sont reliés entre eux par des canaux transversaux dits « de Volkmann* ». Chaque canal est centré sur un vaisseau innervé qui communique à la fois avec la vascularisation périostée* et les vaisseaux de la moëlle. La Figure 2 met en évidence la morphologie de l'os cortical [25].

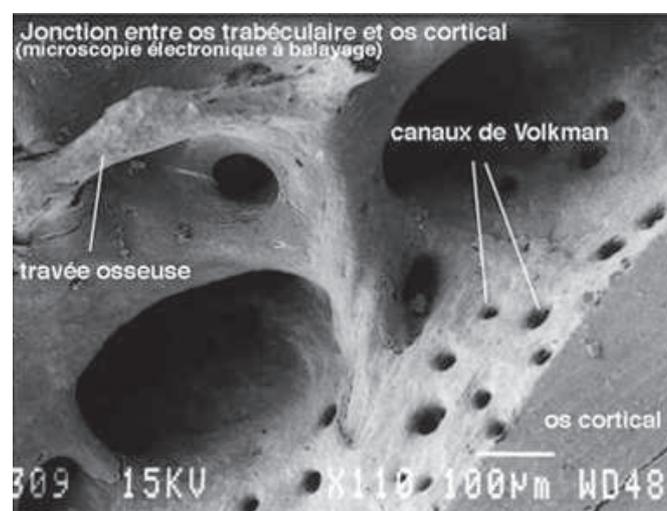


Figure 2 Image MEB d'une partie d'un os compact [26]

L'os spongieux ou os trabéculaire

Il constitue les épiphyses* et les métaphyses* des os longs ainsi que l'intérieur des os plats et des os courts. Il est constitué d'un réseau de plaques parallélépipédiques et de cylindres anastomosés*. L'organisation, en trois dimensions de ces plaques osseuses entre elle, constitue l'architecture trabéculaire* qui joue un rôle important dans la résistance mécanique de l'os. La Figure 3 est une représentation de l'os trabéculaire mettant en évidence l'évolution des travées selon l'âge. Leur orientation dépend des lignes de forces mécaniques auxquelles est soumis l'os dès lors que les cellules qui les fabriquent (les ostéoblastes) ont la capacité de percevoir ces contraintes.

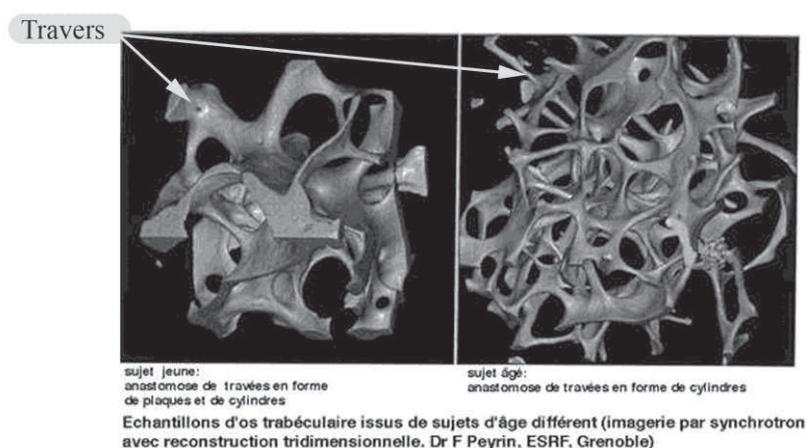


Figure 3 Reconstitution d'os trabéculaire selon l'âge des sujets [26]

Enfin on distingue le périoste qui constitue la membrane entourant l'os. Il a un rôle fondamental dans la croissance en longueur et surtout circonférentielle des os. La totalité du périoste est richement vascularisée afin d'alimenter les différentes cellules. Il est constitué de fibres de collagène arciformes* pénétrant profondément dans le tissu osseux (fibres de Sharpey), d'ostéoblastes*, quelques ostéoclastes* et des fibroblastes* jouant le rôle de cellules souches qui sous les influences de différents stimuli (stress mécanique, fracture) se différencient.

I 2. La mécanique cellulaire

Dans le corps, de nombreuses cellules existent, plus particulièrement pour les cellules osseuses où deux lignées peuvent être définies. La première est la lignée ostéoblastique qui comprend les préostéoblastes*, les ostéoblastes*, les ostéocytes* et les cellules bordantes*. La deuxième lignée, appelée lignée ostéoclastique, comprend les préostéoclastes* et les ostéoclastes*.

a) **La lignée ostéoclastique**

Cette lignée ostéoclastique a pour objectif de détruire le tissu osseux ancien. Ce sont de grandes cellules post mitotiques* (100 µm) plurinucléées (composées de 10 à 20 noyaux en moyenne) issues de la fusion de cellules mononucléées (composées d'un seul noyau).

b) **La lignée ostéoblastique**

La lignée ostéoblastique est constituée de cellules bordantes, d'ostéoblastes et d'ostéocytes. Cette lignée a pour but de contrôler le remodelage osseux. Les cellules bordantes forment une mono couche peu active à la surface du tissu osseux. Des ostéoblastes quiescents* prennent naissance dans cette mono couche. Lors de leur évolution, les ostéoblastes se localisent en surface pour jouer un rôle dans la résorption et former la matrice osseuse. Lorsque les ostéoblastes arrivent à maturation, ils se transforment en ostéocytes plus profondément et maintiennent l'équilibre phosphocalcique.

I 3. Adhésion ostéoblastique

La compréhension du mécanisme d'adhésion des ostéoblastes est importante pour la réalisation d'implants susceptibles d'être insérés dans le corps. Cette adhésion est caractérisée par deux vecteurs principaux : l'affinité chimique et l'état de surface (rugosité).

L'affinité chimique est essentielle à une bonne interaction entre l'implant et les fluides corporels. De plus, le pH au voisinage de l'implant est directement lié à la composition chimique de ce dernier et va plus ou moins favoriser la stimulation cellulaire [27], [28]. Pour ce qui concerne la rugosité, elle permet d'augmenter la surface d'échange entre les deux éléments et de favoriser ainsi l'accroche mécanique des cellules osseuses [29].

Enfin, l'aspect bio-mécanique est aussi important pour stimuler les cellules au voisinage de l'implant en stressant l'organisme afin qu'il réponde, au mieux, aux sollicitations [30], [31]. Ce phénomène de stimulation cellulaire est en effet fondamental dans le processus de remodelage osseux et est favorisé par des propriétés mécaniques de l'implant proches de celles caractéristiques de l'os. Le module d'Young est donc un des critères principaux à prendre en compte afin de contrôler le remodelage osseux. Celui de l'os cortical s'élève à environ 20 GPa [32].

I 4. Le remodelage osseux

Dans le tissu osseux, de nombreuses cellules permettent la formation et la résorption de la matrice osseuse. Ce remodelage a pour but de renouveler le tissu osseux et d'assurer, ainsi, le maintien de la masse osseuse durant la vie d'un individu normal. Deux phases principales ordonnent le remodelage osseux : la résorption, consistant à dissoudre la matrice

minérale (ostéoclaste) et la formation, consistant à assurer la croissance de la matrice minérale (ostéoblaste). La Figure 4 schématise les deux phases de remodelage.

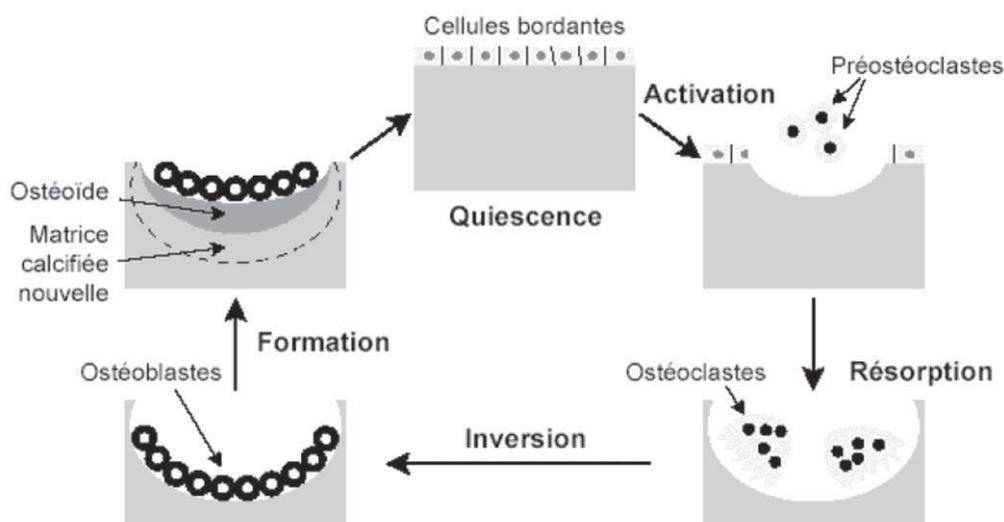


Figure 4 Schéma des différentes phases du remodelage osseux [33]

L'activation des cellules bordantes constitue également une phase importante du processus. Elle s'effectue lorsque des échanges de protéines au voisinage de la surface ont lieu. Selon les affinités chimiques entre les cellules bordantes et le milieu, ces échanges vont favoriser ou avoir un effet néfaste sur le remodelage osseux [25]. Le rôle des enzymes sur la différenciation des cellules reste à l'heure actuelle encore mal connu mais leur contribution est efficace [34]–[37].

Une méthode pouvant positivement influencer le maintien et l'augmentation de la masse osseuse est l'activité physique. C'est pourquoi, après une implantation, une sollicitation mécanique est imposée au travers d'une activité physique de rééducation.

Afin de réaliser des études pertinentes, il est nécessaire de prendre en compte l'environnement dans lequel l'implant devra remplir ses fonctionnalités, tout en garantissant une bonne intégration. Un premier facteur peut concerner la nature même des matériaux constituant les implants.

II) Les matériaux pour applications médicales

Divers matériaux peuvent en effet être sélectionnés pour des applications biomédicales en fonction de leur nature et leurs propriétés. Quatre familles se distinguent plus particulièrement et justifient alors diverses applications telles que des implants par exemple.

II 1. Les biomatériaux

Le secteur des biomatériaux est un marché qui ne cesse de croître en développant encore aujourd'hui de nouvelles applications (outils chirurgicaux, implants). De nombreuses

prothèses visant à « réparer » les parties du corps altérées sont de plus en plus utilisées. Elles sont dues, d'une part à la population vieillissante et l'augmentation de la durée de vie, et d'autre part au recours de plus en plus soutenu à la chirurgie des traumatismes vers un public de plus en plus jeune nécessitant alors des prothèses plus résistantes sur le long terme. On dénombre à travers le monde environ 100 000 000 prothèses en service et près de 10 000 000 nouvelles prothèses posées par an, toutes constituées de biomatériaux [38], [39]. Mais le terme correspondant aux biomatériaux est vaste ; il intègre quasiment la totalité des familles de matériaux, des polymères aux céramiques en passant par les métaux.

La Conférence de Chester de la Société Européenne de Biomateriaux a retenu en 1986 la définition suivante : « matériaux non vivants utilisés dans un dispositif médical destiné à interagir avec les systèmes biologiques » [40]. Au-delà de la définition formelle, cette notion de biomatériaux s'étend donc sur la prise en compte du contact de ces matériaux avec des tissus ou fluides vivants. Le terme de biocompatibilité « négative » est habituellement employé dès lors que l'interaction entre le matériau et son environnement ne doit pas générer de réaction inflammatoire, de toxicité... Les implants sont dits alors inertes. Cependant, une évolution récente du langage a introduit le terme de biocompatibilité « élargie » qui implique l'utilisation d'une nouvelle notion, celle de « bioactivité ». La bioactivité vise à utiliser des matériaux n'étant plus nécessairement inertes mais au contraire faisant réagir les tissus vivants avec une réponse appropriée de l'hôte [41]. Les sutures résorbables sont un exemple pour lesquels la réaction inflammatoire participe justement à la résorption au même titre que les ostéoconducteurs qui facilitent la croissance osseuse [42].

Quatre grandes familles de matériaux peuvent alors être envisagées :

- Les matériaux polymères,
- Les céramiques,
- Les matériaux d'origine naturelle,
- Les métaux et alliages métalliques.

II 1 a. Les polymères

Les applications des polymères dans le domaine des biomatériaux sont très nombreuses. Deux catégories sont principalement employées selon leurs usages [43]–[45].

Les polymères fonctionnels, ont pour vocation de générer des fonctions chimiques particulières à l'interface matériau / tissu vivant afin d'améliorer l'interaction avec les ostéoblastes ou fibroblastes. De plus, il est possible d'enrichir le polymère avec des

groupements ionisés tels que les orthophosphates, carbonates, carboxylates..., notamment par implantation ionique ou par greffage modifiant ainsi leur état de surface [46].

Les polymères résorbables, tels que les copolymères d'acide lactique et d'acide glycolique sont utilisés particulièrement en chirurgie orthopédique traumatologique tandis que les polyanhydrides et/ou polyaminoacides sont utilisés quant à eux pour des fonctions de dissipation retardées de médicaments. Ils ont pour objectif d'être assimilés entièrement par l'hôte lors du temps en interagissant avec celui-ci [47].

II 1 b. Les céramiques

Les céramiques sont des matériaux plus récents dans le domaine des biomatériaux car ils sont relativement difficiles à mettre en œuvre compte tenu de leur haut point de fusion et de leur comportement fragile.

Trois principales céramiques apparaissent néanmoins de façon récurrente dans le domaine : l'alumine, la zircone et les céramiques à base de phosphate de calcium [48]. Cette dernière catégorie est constituée d'hydroxyapatite (HAP) et de phosphate tricalcique β (TCP), matériaux très intéressants pour leurs propriétés se rapprochant au plus près de la matrice minérale de l'os humain et présentant l'avantage d'être ostéoconducteurs. Cependant le tissu osseux, représentant 65% de la masse globale d'un individu, reste mal connu puisque si la formule chimique s'apparente à celle de l'hydroxyapatite, l'agencement spatial est différent. Les cristaux d'HAP sont accolés aux fibres de collagène. La difficulté principale quant à la réalisation d'un implant sera donc de synthétiser une HAP tout en maîtrisant la taille de ses pores afin de favoriser la colonisation cellulaire. De plus, la structure cristalline et la stabilité de la composition restent difficiles à maîtriser selon les procédés de mise en œuvre. Pour ce faire, des bioverres de Hench* et des verres au phosphate peuvent être ajoutés à cette catégorie pour constituer une accroche quasi chimique avec le tissu osseux [49]–[51].

II 1 c. Les matériaux d'origine naturelle

Ils sont logiquement biocompatibles puisqu'ils constituent l'organisme [52], [53]. Il est possible de dénombrer des tissus recyclés comme les valves porcines, carotide de bœuf, veine ombilical... mais aussi les extraits d'origine naturelle comme la **chitine** (polysaccharide extrait des coquilles de crabe utilisée pour les fils de suture, la chirurgie reconstructive et la peau artificielle); les **fucanes** extrait des algues marines (anticoagulant); **cellulose** pour les membranes de dialyse; le **collagène** animal (extrait de la peau) ou humain (extrait du placenta) pour de nombreuses applications telles que les implants oculaires, la cosmétologie, la peau artificielle...

Ainsi suivant les matériaux mis en œuvre et l'application, des implants ou prothèses de différentes caractéristiques peuvent être envisagés (résistance mécanique, affinités chimiques, géométries complexes).

II 1 d. Les métaux et alliages métalliques

Différents matériaux métalliques ont été utilisés pour réaliser les premiers implants. Il est possible de différencier deux familles : les métaux purs et les alliages métalliques. L'enrichissement de métaux purs a pour objectif d'améliorer les propriétés mécaniques et chimiques du matériau initial. En effet, selon l'environnement dans lequel évolue l'implant, différentes propriétés sont souhaitées. A titre d'exemple, parmi les matériaux offrant la meilleure résistance à la corrosion se remarquent le titane suivi des alliages de cobalt-chrome et finalement les aciers inoxydables [54]–[56]. Le Tableau 1 présente une liste non exhaustive des matériaux métalliques avec leurs applications biomédicales.

Tableau 1 Présentation non exhaustive des matériaux métalliques avec leurs applications

Matériaux	Applications biomédicales	Éléments
Titane et alliages de titane	Prothèses de la hanche, vis, implants dentaires	Titane, aluminium, vanadium
Nitinol	Stents, filtres à veine cave, odontologie	Nikel, titane
Alliages de cobalt-chrome	odontologie, prothèse de hanche, valves cardiaques	Cobalt, chrome, molybdène, fer, nickel
Alliages de cobalt-chrome	Stents, vis et plaques de fixation, pompes, valves	Fer, chrome, nickel, manganèse, molybdène

On distingue les aciers inoxydables qui représentent sans doute la plus large utilisation du fait de leurs propriétés mécaniques intéressantes en particulier leur bonne ductilité. De plus, la structure austénitique des aciers inoxydables facilite ainsi les examens médicaux (IRM) contrairement aux matériaux ferromagnétiques.

Les alliages de cobalt quant à eux sont particulièrement utilisés lors de sollicitations susceptibles de générer des problèmes d'usure tels que rencontrés avec des prothèses de hanche ou encore de valves cardiaques.

Enfin, se distinguent aussi les alliages de titane [57], [58], compte tenu de leurs bonnes propriétés de biocompatibilité en offrant une adhésion spontanée de l'os [59]. De plus, leur faible densité ($4,3 \text{ g/cm}^3$) est sans doute l'un des points forts de ces alliages. Des compositions particulières d'alliages de titane telles que le nitinol (titane + 55% de nickel) utilisent aussi des propriétés de mémoire de forme. Cela est intéressant pour la mise en place de dispositifs nécessitant une déformation pour leur introduction avant une reprise de forme après réchauffage.

Cependant, malgré de nombreux avantages et applications de ces matériaux métalliques, des problématiques liées à la dissolution d'ions métalliques indésirables dans le sang perdurent [54], [55]. C'est pourquoi, la recherche de nouveaux alliages se développe aujourd'hui afin de garantir tout de même les propriétés mécaniques des systèmes tout en accroissant leur durée de vie [60].

A ce titre, le titane pur et l'alliage de CoCrMo présentent une excellente stabilité chimique en formant une couche de passivation protectrice et isolante.

II 2. Les prothèses

De nos jours, les implants ou prothèses sont présents partout dans le corps humain (Figure 5). Souvent ils permettent de remplacer une défaillance mécanique du corps (hanche, genou...) et sont ainsi directement en contact avec les fluides corporels.

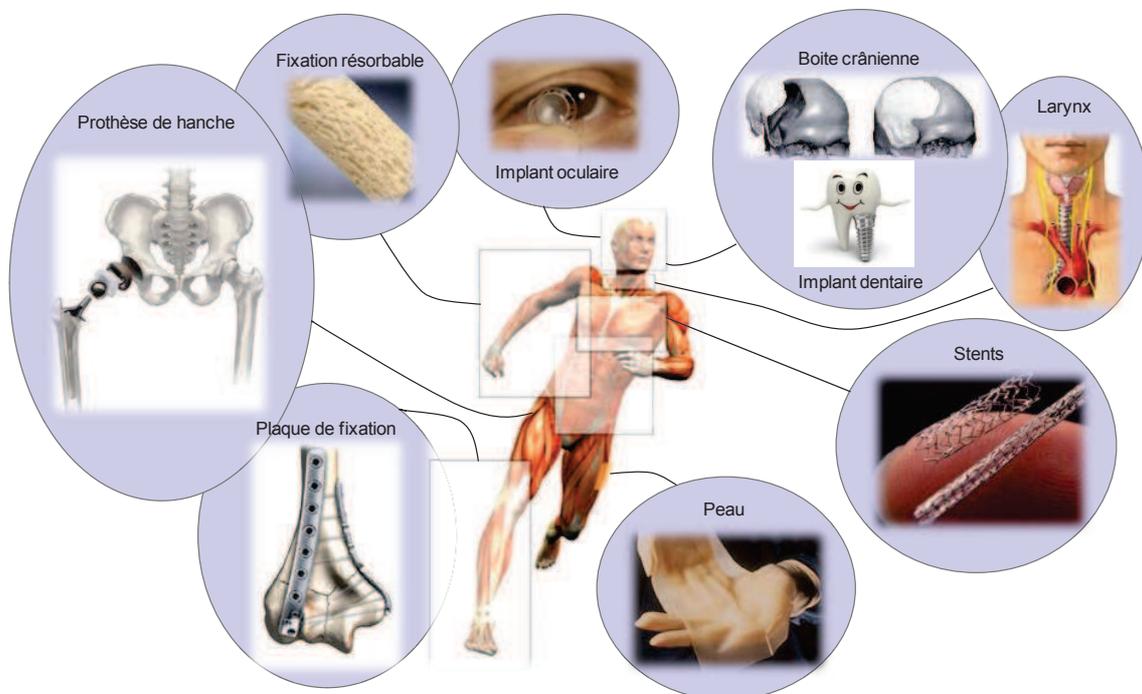


Figure 5 Les différentes prothèses du corps humain

Il est possible de distinguer trois types de chirurgie : la chirurgie des traumatismes qui survient à la suite d'un traumatisme tel qu'un accident ; la chirurgie fonctionnelle qui est orientée vers le remplacement des parties défectueuses utiles au mouvement et la dernière correspondant à la chirurgie reconstructrice pour améliorer la vie des personnes ayant des malformations. De fait, de nombreux implants de fonctionnalités et structures très diverses peuvent voir aujourd'hui. Suivant ces différentes fonctions, plusieurs mécanismes d'accroche du tissu osseux peuvent alors être attendus. Le Tableau 2 expose quatre types d'implant, leurs types d'attachement et des exemples de matériaux utilisés pour leurs mises en œuvre.

Tableau 2 Types d'attachement entre l'implant et les tissus biologiques [48]

Type d'implant	Type d'attachement	Exemples
Inerte	Accroche mécanique (fixation morphologique)	Métaux, Alumine, Zircon, Polyéthylène (PE)
Poreux	Croissance des tissus dans les pores (fixation biologique)	Hydroxyapatite (HA), métal poreux revêtu d'HA
Bioactif	Croissance de l'os à l'interface	Verre bioactif, HA
Résorbable	Remplacé par les tissus	phosphate tricalcique β (TCP), Acide polylactique (PLA)

D'une façon générale, lorsque le corps est en contact avec un corps étranger, une réponse est automatiquement générée. Différents processus réactionnels s'enchainent, des premiers contacts avec les cellules sanguines à la régénération osseuses (Figure 6).

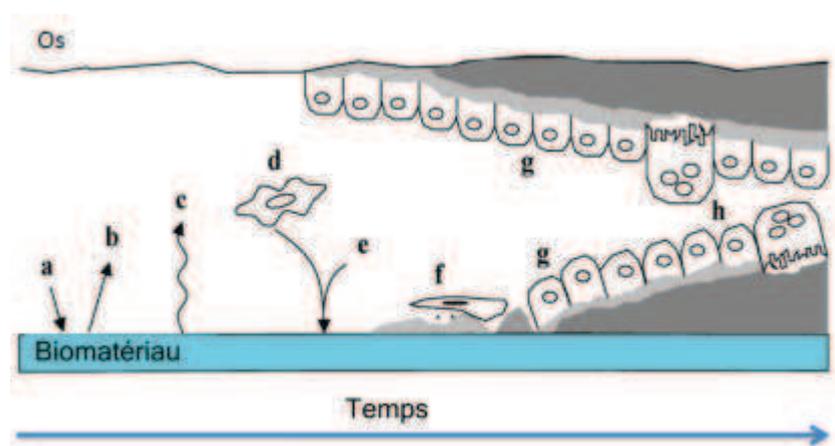


Figure 6 Processus réactionnels à l'interface os-implant (a) l'absorption des protéines à partir du sang et des fluides corporelle, (b) désorption des protéines, (c) changement de la surface, (d) réaction inflammatoire, (e) réalisation d'une matrice de protéine et adsorption de certaines protéines BSP1 et OPN2, (f) formation d'une membrane et adhésion ostéoblastique, (g) croissance de l'os du côté de l'implant et de l'os, (h) remodelage osseux [61]

L'interface entre le biomatériau et le corps humain est une zone qui va définir la cinétique du développement tissulaire. Les propriétés de surface d'un tel corps telles que sa rugosité, ses propriétés chimiques et ses propriétés mécaniques sont donc des caractéristiques essentielles pour une bonne intégration dans le corps humain [62], [63]. Plusieurs moyens de mise œuvre peuvent alors être envisagés afin de répondre au mieux à ces différents objectifs. Ainsi, dès la conception, les implants peuvent être vus comme une structure mixte offrant pour chaque partie des propriétés différentes.

¹ Sialoprotéine osseuse

² Ostéopontine protéine d'adhérence du tissu osseux reliant l'HAP aux cellules osseuses.

III) Mise en forme des biomatériaux

Parmi l'ensemble des procédés de mise en forme susceptibles d'être sélectionnés pour l'élaboration de matériaux biocompatibles, différents objectifs peuvent être envisagés. Généralement avec un objectif tourné vers un contact optimum entre l'implant et le corps, un traitement de surface avec revêtement semble privilégié. A l'inverse, lorsque l'objectif est plutôt orienté vers une structure particulière, la génération de scaffold est alors plutôt recherchée pour offrir un guide à la repousse tissulaire [64], [65].

III 1. La fonderie

La fonderie est un procédé mettant en forme un alliage liquide par une empreinte [66]. Deux types de moulage sont alors utilisés, le moulage par moule permanent (utilisant des moules généralement en acier) et le moulage par moule non permanent (en sable détruit à chaque démoulage). C'est le principe du moulage non permanent qui permet de réaliser des implants de géométries complexes. Cependant, les étapes de réalisation sont assez nombreuses. Elles consistent tout d'abord en la réalisation d'un modèle qui représente l'étape clef du procédé de mise en forme. Afin de réaliser le modèle en résine calcinable ou en cire, une empreinte est élaborée sur le patient et le modèle est directement mis en forme. Par la suite, les systèmes d'alimentation sont définis et fixés puis une couche de matériau réfractaire vient enrober les formes. Enfin, la dernière étape consiste à détruire le modèle afin d'obtenir une forme creuse qui recevra la matière liquide.

La coulée consiste ensuite à injecter l'alliage liquide dans le moule préalablement généré. Cette injection peut être réalisée de différentes façons : soit par gravité, par pression dépression ou centrifugation.

Enfin, la dernière étape est le démoulage. Il consiste à détruire le moule dans lequel sont les pièces et ainsi récupérer l'ensemble. Un traitement thermique d'homogénéisation est enfin souvent nécessaire.

III 2. Le façonnage

Le façonnage consiste à former une pièce en assemblant ou en déformant la matière par différentes méthodes [67]. Le façonnage peut être divisé en trois sous groupes. Se distingue tout d'abord, l'assemblage (brasage, soudage) généralement utilisé avec des matériaux métalliques. Il est utilisé pour réaliser des formes complexes mais nécessite des reprises afin de garantir les formes fonctionnelles. Puis le formage (estampage, matricage) sans enlèvement de matière, consiste à déformer la matière dans des matrices (ce type de procédé est tourné vers la série et la difficulté reste les formes géométriques qui doivent posséder un plan de démoulage). Pour finir l'usinage, par enlèvement de matière, est un

procédé largement utilisé car il offre à l'heure actuelle, des résultats étonnants avec des coûts relativement bas. Cependant, un des inconvénients du façonnage reste la difficulté de maîtriser les structures intrinsèques.

III 3. Le frittage

Le frittage est un procédé basé sur la diffusion atomique à l'état solide [68]. A partir de matière sous forme de poudre, la cinétique de la migration des espèces est principalement ordonnée par la différence de concentration de celles-ci. L'alliance d'une pression élevée, d'une durée de maintien et d'une température de pièce renforce alors le processus avec le temps. Les difficultés liées au frittage sont néanmoins axées sur la maîtrise des matrices, et les transitions structurelles. Cependant, la matière première sous forme de poudre peut permettre de mettre en forme des implants de composition complexe avec la possibilité de doper ou d'enrichir certaines compositions.

III 4. La fabrication additive

La fabrication additive consiste enfin à générer une pièce couche par couche et offre la possibilité de construire une pièce possédant des formes irréalisables traditionnellement. Les matières utilisées peuvent être souvent très diverses. Dans les années 90, la technique était essentiellement orientée vers les résines organiques mais ces dernières années les matériaux métalliques prennent une place à part entière en garantissant des propriétés mécaniques proches de la matière brute pour de nombreux alliages [69]–[74].

Les techniques peuvent être décomposées selon la transformation de la matière première qui peut se faire avec fusion ou sans fusion. Le principe reste alors la transformation couche par couche du précurseur en matériau semi fini ou fini par divers procédés : radiation laser, faisceau d'électron, rayonnement UV, polymérisation du liant... (Figure 7) [75].

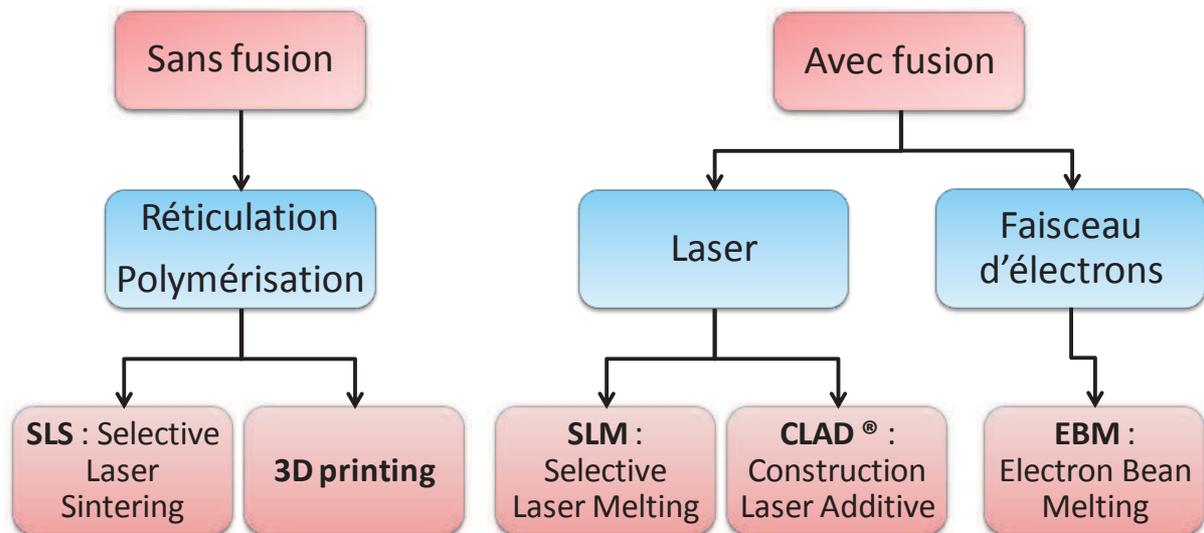


Figure 7 Classification des différents procédés selon leurs phénomènes physiques

Ainsi, il est possible de comparer de manière objective ces différents procédés afin de mettre en évidence leurs caractéristiques globales lors de la transformation des précurseurs (Tableau 3).

Tableau 3 Matrice de comparaison des procédés de fabrication additive

Critères	3D Printing	SLM	EBM	CLAD®
Dimensions maximales des pièces (mm)	1500*700*700	250*250*300	250*250*300	500*500*500
Taille minimale caractéristique	0,3 mm	0,2 mm	0,15 mm	0,4 mm
Type d'application	Validation de forme	Pièce bonne matière	Pièce bonne matière	Rechargement Pièce bonne matière
Matériaux traités	Polymères, Métalliques, Céramiques	Métalliques, polymères	Métalliques	Métalliques, polymères
État de surface (Rugosité)	Très rugueux	Peu rugueux	Moyennement rugueux	Très rugueux
Vitesse de construction	Très rapide	Rapide	Rapide	Très rapide
Précision	+/- 0,2 mm	+/- 0,08 mm	+/- 0,15 mm	+/- 0,2 mm

Ces différents procédés présentent des caractéristiques particulières pouvant répondre à des objectifs spécifiques tant en termes de matériaux mise en forme qu'aux types d'applications envisagées.

D'une façon générale, la Figure 8 présente les différentes étapes propres à la fabrication additive. La première étape correspond à la définition du modèle numérique. Il peut être

réalisé en CAO ou par traitement de données numériques préalablement acquises. Le post traitement est une étape primordiale ensuite consistant à définir les supports de fabrication pour la plupart des procédés puis à découper le modèle 3D couche par couche afin de définir la trajectoire du traitement. La dernière étape enfin consiste à produire la pièce, le traitement de la matière première différant d'un procédé à l'autre.

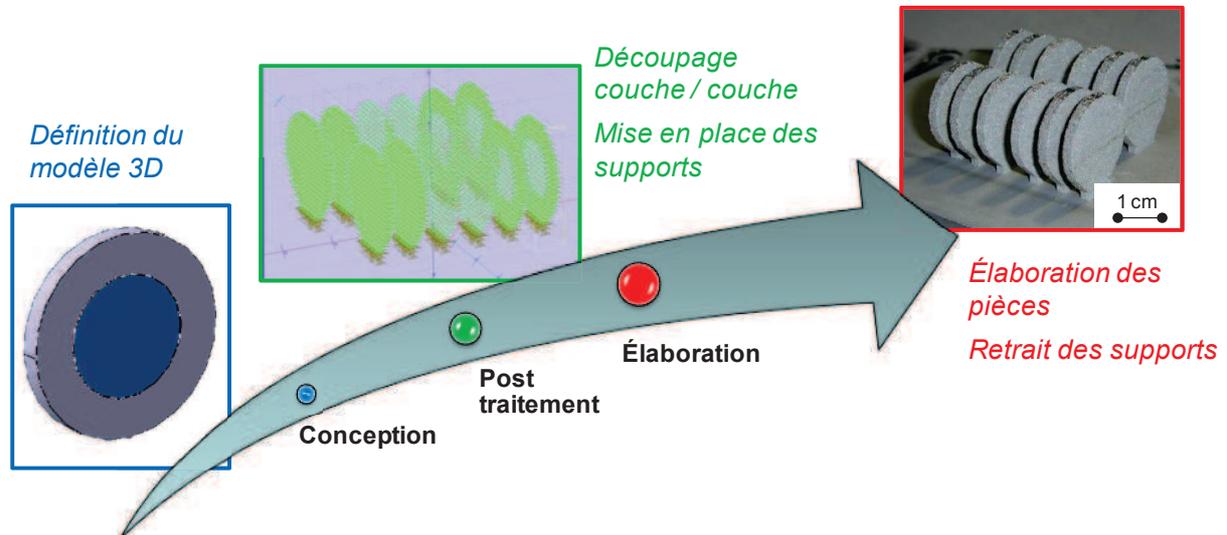


Figure 8 Etapes de fabrication d'une pièce de la conception à la pièce finie

Cas des transformations de matière sans fusion

Les résines acrylates chargées sont souvent utilisées comme précurseurs pour de tels procédés. Un faisceau émettant dans l'UV permet ensuite une polymérisation suivant la forme géométrique souhaitée. Suivant le matériau considéré ou encore la géométrie définie la pièce peut être directement utilisable ou nécessiter un traitement thermique de cuisson afin de conférer de meilleures propriétés mécaniques à la structure générée. La Figure 9 synthétise le principe de fonctionnement d'une telle technologie.

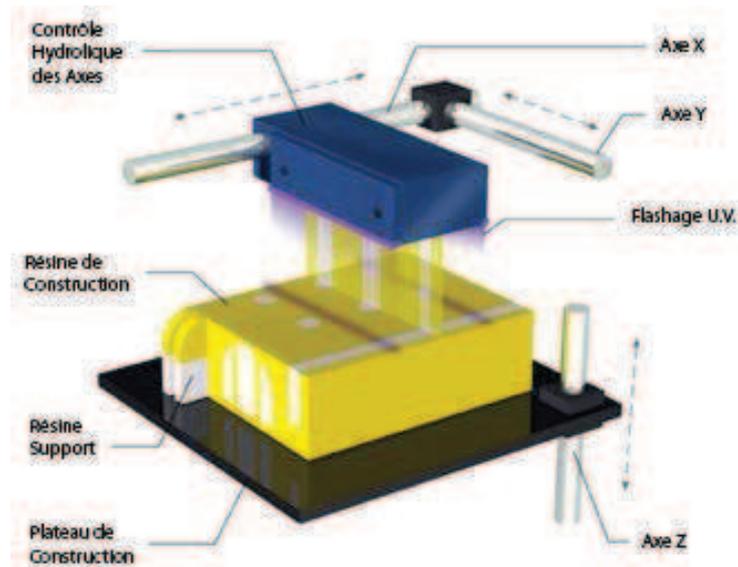


Figure 9 Schéma de principe de la microstéréolithographie (StereoLithography ou SLA) [76]

Quelques applications ont d'ores et déjà vu le jour dans le domaine médical en particulier pour la fabrication de structures type « scaffold » (Figure 10) et laisse envisager de nombreux développements matériaux [72], [73], [77]–[79]. Les dernières innovations pour ces procédés consistent en l'utilisation de différentes matrices lors de la construction. La couleur, les propriétés mécaniques sont autant de paramètres pouvant être mixés dans une même pièce afin qu'elle réponde au mieux aux exigences.

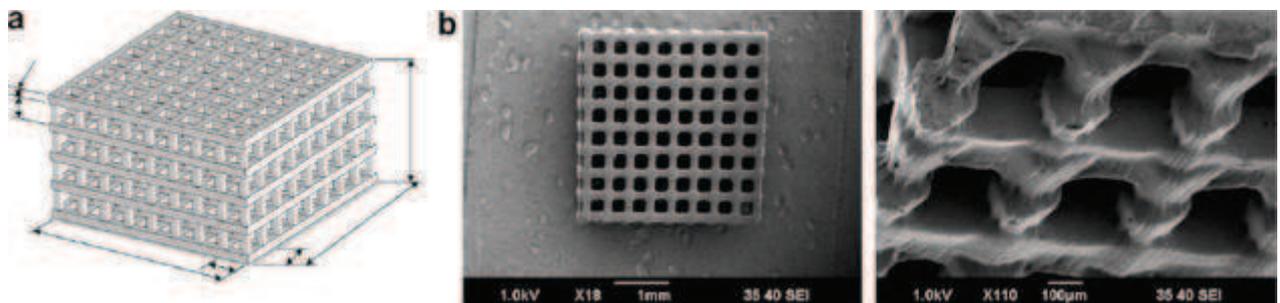


Figure 10 Exemple de réalisation d'une pièce scaffold réalisée par SLS (PPF/DEF) [72]

Cas de la transformation de la matière par fusion

Afin de générer des pièces complexes, plusieurs procédés sont basés sur la transformation de la matière première sous forme de poudre par fusion en une pièce homogène. Le traitement de la poudre est généralement réalisé par une irradiation laser (CLAD, SLM), ou encore par bombardement d'un faisceau d'électron (EBM) (Figure 11).

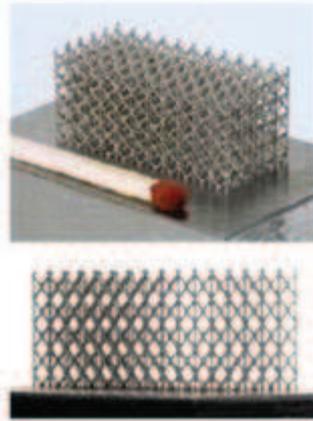


Figure 11 Structure complexe réalisée en SLM [80]

Ce procédé par fusion de poudre consiste donc à injecter un filet de poudre dans le « beam waist » du faisceau laser (zone la plus concentrée du rayonnement laser) pour faire fondre au fur et à mesure la matière et générer ainsi la pièce. Grâce à ce procédé, l'utilisation de support n'est pas nécessaire et présente donc un avantage non négligeable dans certains cas.

Les procédés par fusion sur lit de poudre sont intéressants quant à eux en vue des larges possibilités de génération de formes complexes pour divers matériaux (Figure 12). Les procédés consistent à irradier une surface de poudre par un faisceau laser et de fondre ainsi couche par couche la partie utile de la pièce. Le contrôle de la trajectoire est réalisé par une unité informatique dans laquelle est définie la stratégie de construction et le laser est piloté par des miroirs (l'épaisseur de la couche peut varier de 10 à 100 μm). Deux types de laser sont majoritairement utilisés dans ce domaine pour le traitement des matériaux métalliques qu'il s'agisse d'un laser à solide (Nd : YAG avec $\lambda=1,06 \mu\text{m}$) ou à gaz (CO_2 avec $\lambda=10,6 \mu\text{m}$) [80].

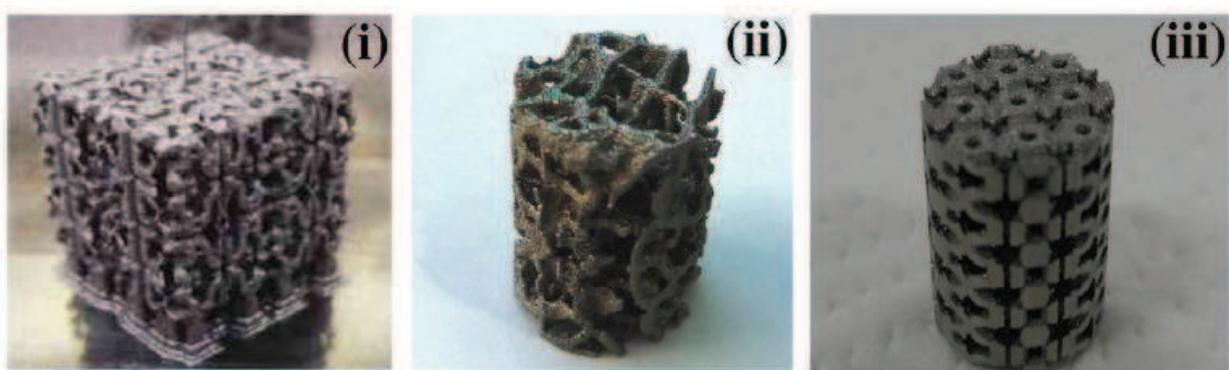


Figure 12 Structure réalisée par SLM en Titane [81]

III 1. Les structures de type « scaffold »

Les structures « scaffold » jouent le rôle d'un tuteur pour la repousse des tissus vivants [32], [82]–[84]. Ce type d'implant est largement utilisé dans le domaine médical pour la repousse de cartilage, de muscle, et d'os. Des pores interconnectés d'environ 150 μm sont

nécessaires afin d'alimenter les cellules est ainsi former des sites primaires d'ossification. Une rugosité minimale est néanmoins requise pour favoriser l'accroche mécanique des cellules. En augmentant la surface d'échange entre l'implant et le corps un compromis doit donc être défini (Figure 13).

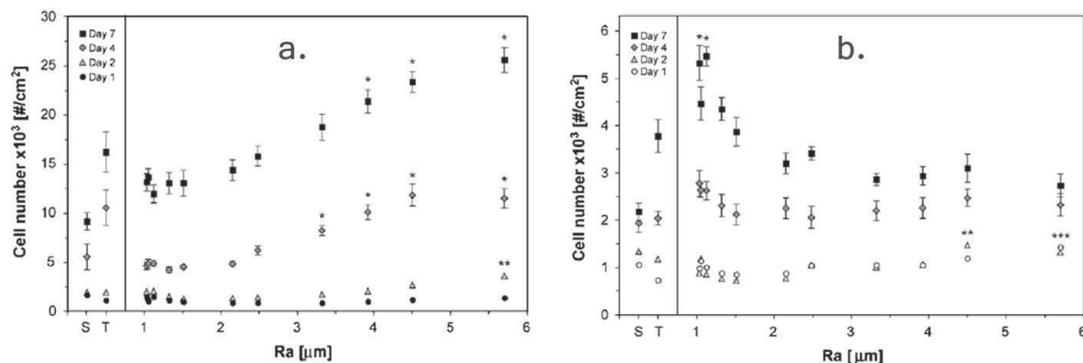


Figure 13 Impact de la rugosité sur le développement cellulaire a. nombre d'ostéoblastes (rat) pour différentes rugosités b. nombre de fibroblastes (humain) pour différentes rugosités [85]

Afin de bien comprendre les enjeux liés au scaffold et son milieu environnant, le schéma de l'os met en évidence les géométries souhaitées (Figure 14). On distingue une partie dense qui imite la partie corticale avec des canaux d'irrigation mais qui offre des caractéristiques mécaniques insuffisantes (légèrement inférieures aux propriétés de l'os) pour favoriser l'ostéogénèse. Une seconde partie, poreuse, a pour objectif d'alléger la structure en augmentant sa rigidité par le moment quadratique tout en offrant la possibilité au fluide corporel d'alimenter les cellules [41], [61], [86]–[88].

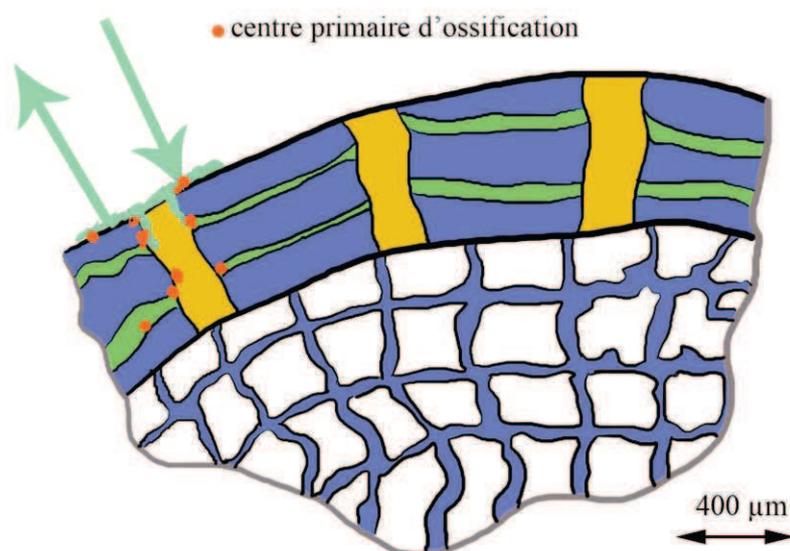


Figure 14 Schéma représentant un implant scaffold avec les différents canaux et sites primaires d'ossification

La réalisation de tels implants est très difficile compte tenu de la complexité des formes géométriques. Plusieurs procédés peuvent être envisagés pour élaborer de tels implants parmi lesquels il est possible de distinguer : la mise en forme par fonderie (à partir de matière à l'état liquide), le façonnage (matière à l'état solide), le frittage (à partir de matière à l'état pulvérulente) et plus récemment la fabrication additive (réalisation couche par couche à partir de matière pulvérulente).

Le choix du procédé de mise en forme s'effectue suivant les propriétés souhaitées pour l'implant à réaliser. Le nombre de pièces, la complexité, le coût, les matériaux, les propriétés de surface sont autant de paramètres à prendre en compte pour le choix du procédé. Certains implants alliant différentes caractéristiques nécessitent une gamme de fabrication alliant plusieurs techniques afin d'induire des propriétés spécifiques à la surface et d'autres intrinsèques au travers des propriétés structurales particulières.

IV) Conclusion et objectifs de la thèse

Ainsi quels que soient les objectifs, de nombreux matériaux et procédés peuvent être envisagés pour la réalisation d'implants et autres structures biointégratives. Un intérêt majeur porte sur la fabrication additive pour les opportunités qu'elle présente pour réaliser des implants de formes complexes avec des propriétés intrinsèques spécifiques. De nos jours, les exigences en termes de durabilité et de qualité entraînent une amélioration continue des procédés qui ouvre la voie à de nouvelles stratégies de conception [15], [89], [90]. La réalisation d'implants de type scaffold permet une intégration optimale dans le corps humain. Cependant, les phénomènes régissant l'ostéointégration restent encore mal connus et nécessitent encore des études approfondies.

La rigidité, par exemple, est une des caractéristiques mécaniques importantes jouant un rôle primordial dans la cinétique du remodelage osseux. Réaliser des implants ayant un module de Young supérieur à l'os cortical peut limiter en effet le stress cellulaire et ainsi limiter l'ostéointégration. A l'inverse, une structure de module de Young inférieur ou proche de celui de l'os cortical peut permettre de stimuler les tissus osseux et ainsi favoriser l'intégration de l'implant [91]–[94]. Un des objectifs de cette étude est donc de maîtriser la rigidité d'une structure et pour cela contrôler son taux de porosité.

Ainsi, la fusion laser sur lit de poudre (SLM) se voit être un axe de recherche intéressant pour ce travail de thèse. Mais les connaissances du procédé sont essentielles pour maîtriser la fiabilité et comprendre les différents comportements lors de la mise en forme.

Dans le domaine médical plusieurs matériaux peuvent être envisagés pour la réalisation d'implants. Le titane T40 et les alliages de Cobalt CoCrMo sont des matériaux reconnus pour leurs vertus de biocompatibilité car ils offrent principalement une bonne résistance à

l'oxydation. En effet, les implants évoluent dans un milieu agressif avec une grande quantité d'ions de chlore en solution et un pH agressif ($5,5 < \text{pH} < 8$) [95] et doivent donc présenter de bonnes propriétés chimiques pour favoriser les échanges et le développement cellulaire. Les propriétés mécaniques sont aussi des critères importants, non seulement pour supporter les contraintes mécaniques, mais aussi pour stimuler le remodelage osseux.

C'est pourquoi, vue l'ensemble de ces contraintes, la réalisation d'implants en Titane ou en CoCrMo peut apparaître comme une voie intéressante. L'os cortical présente un module de Young d'environ 20 GPa tandis que les alliages métalliques sont nettement supérieurs. Par le procédé de mise en forme il devient alors possible de contrôler cette structure est ainsi de se rapprocher au mieux des valeurs de l'os cortical. La Figure 15 positionne les différentes familles de biomatériaux selon leurs modules de Young et leurs ténacités.

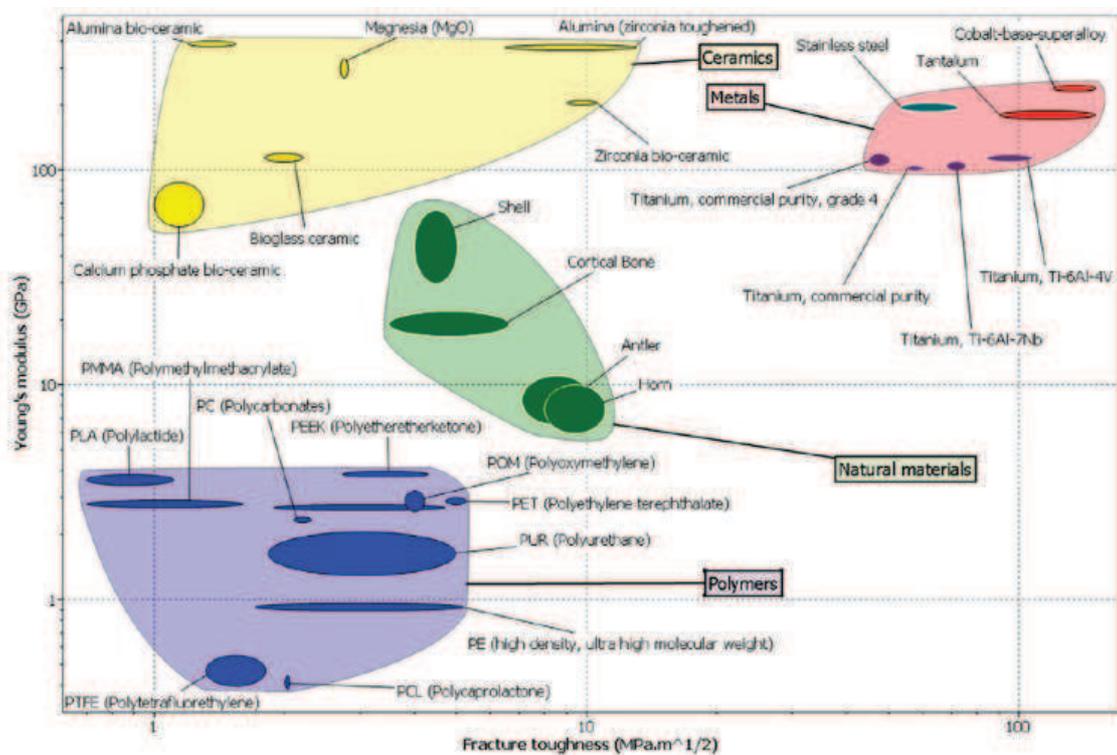


Figure 15 Propriétés mécaniques des différentes familles de matériaux pour les applications médicales [32]

Ainsi, dans cette étude, il sera étudié des matériaux de la famille métallique en particulier le titane pur et l'alliage CoCrMo avec pour but de rapprocher les propriétés mécaniques des nouvelles structures élaborées par fusion laser sur lit de poudre aux propriétés du corps humain.

Chapitre II

Techniques expérimentales et de caractérisation

Ce chapitre présente les différentes techniques d'élaboration utilisées dans ce travail de thèse. Le procédé utilisé pour la réalisation des différents implants scaffold est la micro fusion laser sur lit de poudre SLM. Les matériaux considérés, leur morphologie ainsi que leur granulométrie seront alors présentés ainsi que les outils de caractérisation des structures. Enfin la compréhension des phénomènes impliqués grâce à l'étude paramétrique au travers des plans d'expériences de type Taguchi ainsi que les différentes équations liant les paramètres du procédé seront abordées.

I) La technique de transformation des matériaux par la micro fusion laser sur lit de poudre

Pour permettre la transformation de matériaux en vue de la réalisation de structures biointégratives (scaffold), une machine de fusion laser sur lit de poudre commercialisée par REALIZER (Allemagne) a été sélectionnée. L'outil de mise en forme est équipé d'un laser fibre Ytterbium continu (IPG) présentant une longueur d'onde $\lambda=1070$ nm et une puissance de 120 W maximum. La trajectoire du laser sur la surface de la pièce est commandée par un groupe de miroirs associés à un groupe optique « beam expander* » afin de faire varier le diamètre du faisceau (« beam waist* ») par rapport à une référence. Indépendamment, la position du plateau de fabrication est réglable par rapport à la référence sur l'axe z et permet de régler l'épaisseur des couches souhaitées. L'unité de dépôt dans lequel est stockée la poudre dépose une certaine quantité de poudre en bout de course puis sur le retour, un racleur homogénéise la surface sur son passage. La Figure 16 représente, de manière schématique, le principe de fonctionnement de l'outil de fabrication additive utilisé.

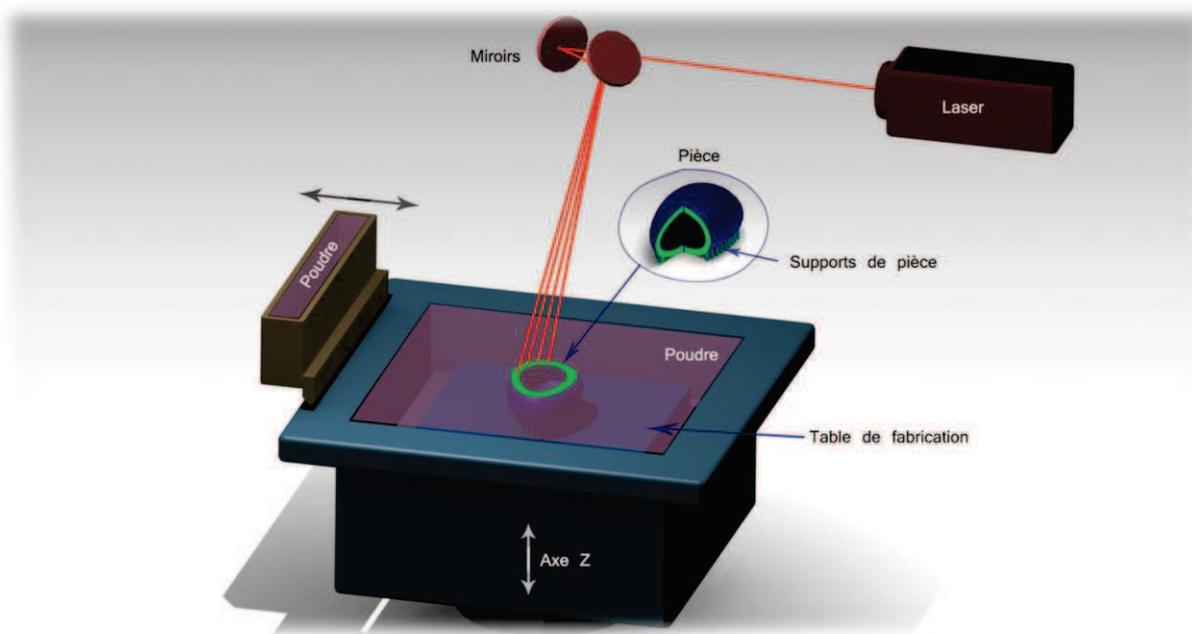


Figure 16 Représentation schématique de la SLM 250 (REALIZER)

Pour faciliter la tenue de la pièce durant sa fabrication différents supports sont à envisager. Plusieurs critères doivent alors être remplis pour fiabiliser l'outil de fabrication (diagramme d'Ishikawa [96]) (Figure 17).

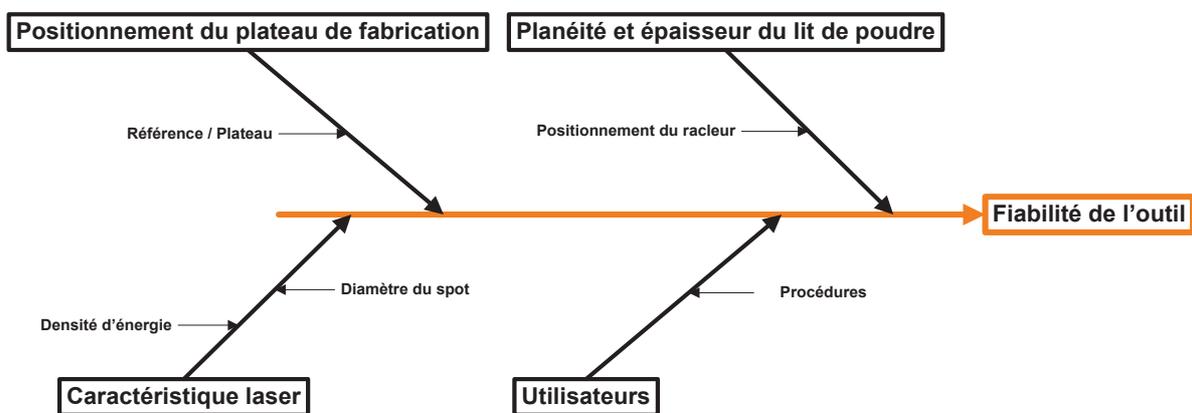


Figure 17 Diagramme d'Ishikawa mettant en évidence les points clef d'un procédé fiable

On distingue la position du plateau de fabrication par rapport à la référence, l'épaisseur du lit de poudre (défini par la position du racleur), les caractéristiques du laser d'un point de vue diamètre du faisceau ou encore densité d'énergie et les utilisateurs qui définissent la cinétique du laser, les stratégies de construction et les orientations de pièces. La position du « beam waist » par rapport au positionnement possible du plateau de fabrication est un critère primordial afin de sélectionner le diamètre de spot laser et de fait la densité de puissance déposée en surface de la pièce. La Figure 18 illustre les différentes positions possibles par rapport aux éléments mobiles du système.

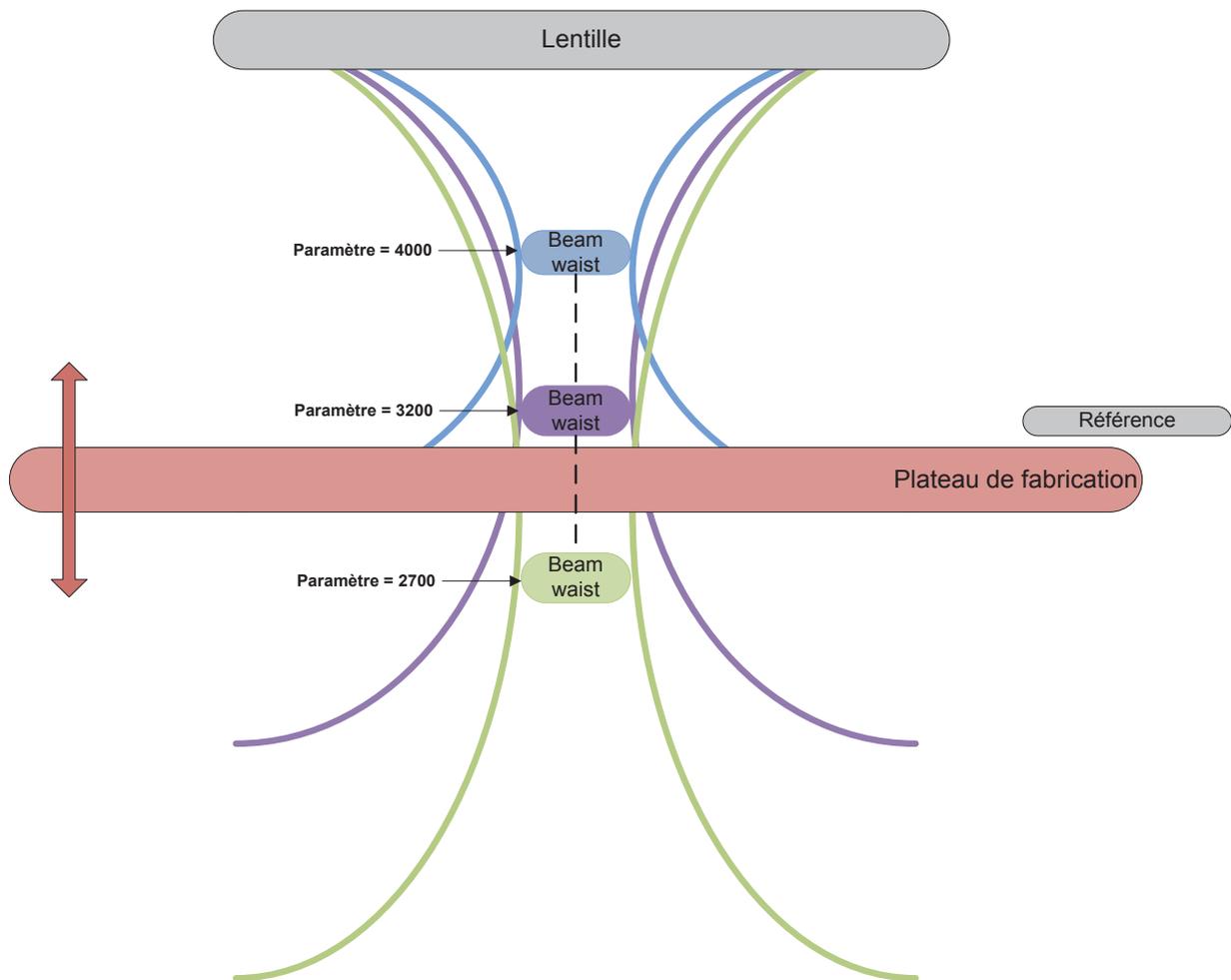


Figure 18 Schéma des réglages possible avec la machine de référence (plateau de fabrication, beam waist, référence)

Sur cette illustration, les paramètres machine jouant sur la position du point focale et donc sur la taille de spot sont présentés. Ainsi, la répartition d'énergie par unité de surface irradiée peut être adaptée selon l'objectif souhaité. La référence est toujours considérée comme fixe tandis que le plateau de fabrication ainsi que la position du « beam waist » peuvent être réglés indépendamment. La taille de spot est donc directement liée aux différentes positions. Ainsi quelque soit la puissance du laser, différents diamètres de tache laser peuvent être attendus (de $34\ \mu\text{m}$ à $80\ \mu\text{m}$) suivant la hauteur du plateau ou encore les paramètres machine (2700 à 4000) qui sont recenser au travers d'essai (Figure 19).

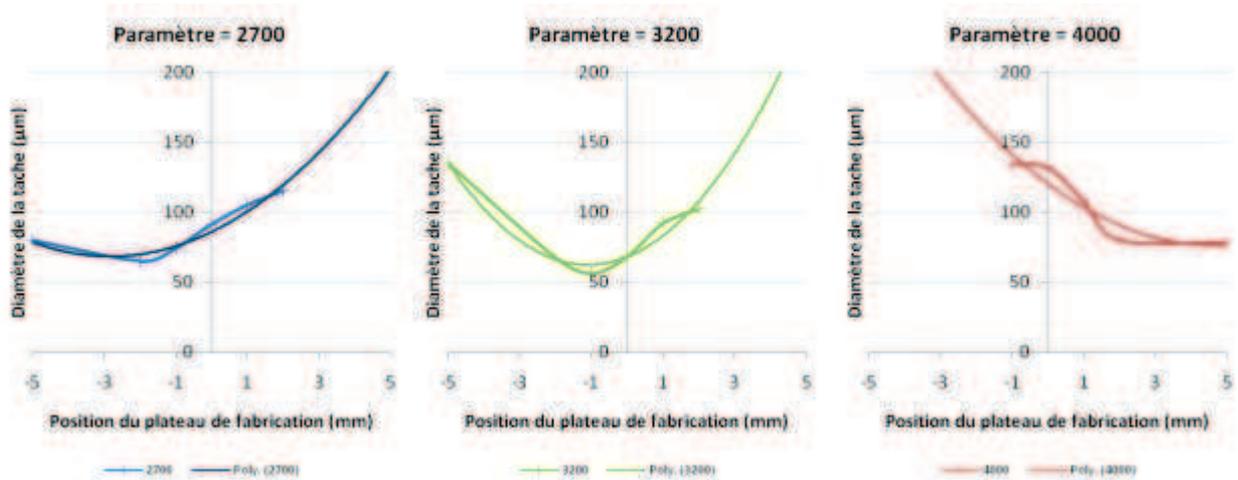


Figure 19 Position du beam waist selon la hauteur du plateau de fabrication

La répartition énergétique du faisceau laser sous forme de gaussienne est observable en réalisant des essais sur une plaque d'acier (Figure 20, Figure 21) ou sigma correspond à la largeur à mi-hauteur de la courbe de Gauss.

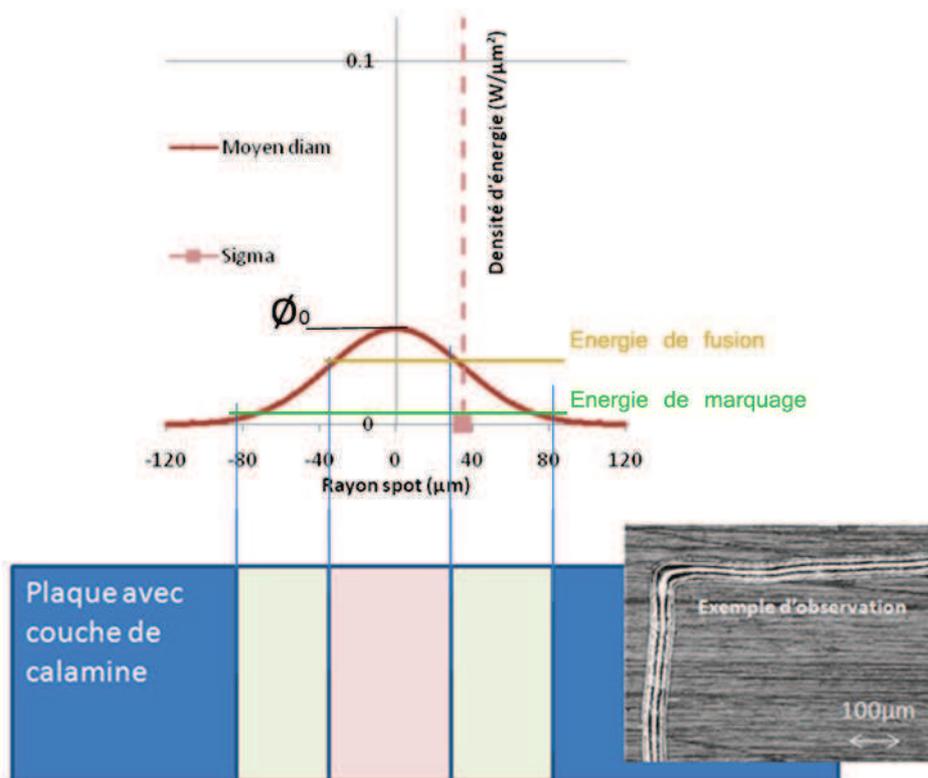


Figure 20 Définition du profil laser et de la taille du spot pour un diamètre de spot $\varnothing=80\mu\text{m}$

Des essais sont réalisés à différentes positions puis une mesure des traces est effectuée. Alors différentes transformations sont observable allant de la fusion au simple changement de couleur produisant un traitement thermique. De fait, il est possible ainsi de déterminer une énergie minimale de fusion.

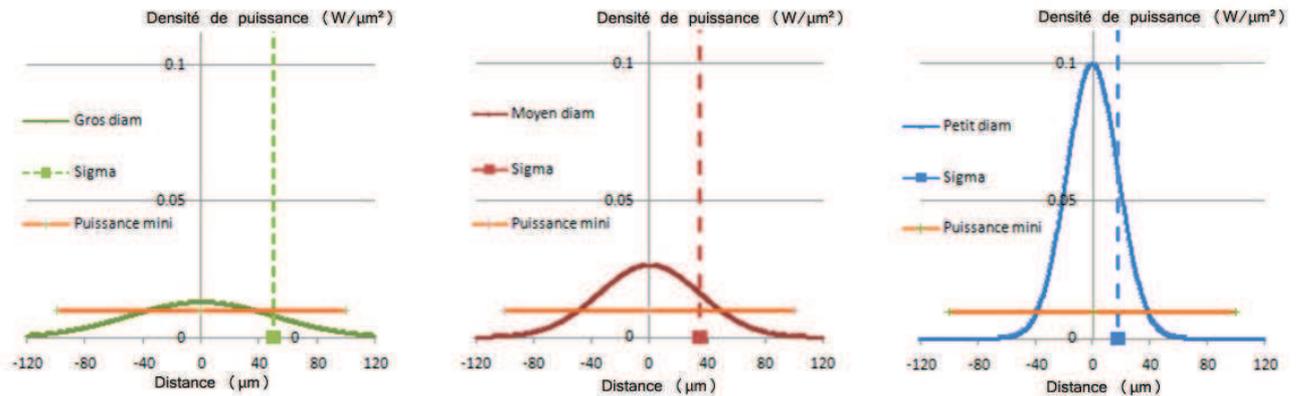


Figure 21 Représentation de la densité de puissance par rapport au rayon Sigma théorique du faisceau laser

La puissance du laser peut ensuite être estimée en intégrant le volume sous la courbe définie par l'équation générale d'une gaussienne (Équation 1).

Équation 1 Définition de la puissance selon le profil de distribution (gaussienne)

$$\bar{P} = \int_0^{2\pi} \int_0^r \phi_0 \cdot e^{\left(-\frac{r^2}{2\sigma^2}\right)} \cdot r \cdot dr \cdot d\theta \quad (W)$$

avec P, la puissance (W), σ le rayon du spot (μm), ϕ_0 la hauteur de crête et r la variable de la fonction.

Considérant ensuite la hauteur de crête, il peut être estimée la valeur maximale de densité de puissance ($\text{W}/\mu\text{m}^2$) selon Équation 2.

Équation 2 Valeur maximale de densité de puissance atteinte

$$\phi_0 = \frac{\bar{P}}{2\pi \cdot \sigma^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{\sqrt{e}}\right)} = \frac{\bar{P}}{2,47 \cdot \sigma^2} \quad (\text{W}/\mu\text{m}^2)$$

I 1. Interaction laser matière

Les lasers (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) ont pour origine l'émission stimulée d'un corps par une source [97]. La matière, sous l'effet d'une onde électromagnétique, se trouvera alors plus ou moins stimulée et l'interaction laser-matière sera fonction des propriétés de surface (rugosité, etc.), des propriétés intrinsèques du matériau considéré (coefficient d'absorption, etc.) et du laser utilisé (longueur d'onde, etc.) [98]. Pour envisager la transformation d'un matériau par un laser plusieurs grandeurs doivent être considérées. On distingue, l'énergie théorique transmise, l'énergie nécessaire à la transformation d'une certaine quantité de matière, les pertes liées aux caractéristiques intrinsèques du matériau considéré et à l'interaction du laser avec le matériau.

I 1 a. Energie transmise à la pièce

Considérant un laser continu, il est possible d'évaluer l'énergie initiale délivrée à la surface de la pièce suivant la puissance du laser et son temps d'interaction. Cette énergie \bar{E}_t (Équation 3) se définit par la relation où \bar{E}_t est l'énergie moyenne transmise (J), P la puissance moyenne du laser (W) et t le temps de traitement (s).

Équation 3 Formule générale de l'énergie transmise

$$\bar{E}_t = \bar{P} \times t \quad (J)$$

Le temps t est le paramètre de l'équation clef permettant d'intégrer la cinétique de déplacement du laser sur la surface. La Figure 22 schématise et présente les différents paramètres influant lors du traitement laser considéré dans le cadre de ce travail. On distingue, r le rayon de spot, p_{dist} la distance entre chaque point, t_{expo} le temps d'arrêt sur chaque point, s le pas de balayage entre chaque ligne et V_x la vitesse de liaison entre les spots laser.

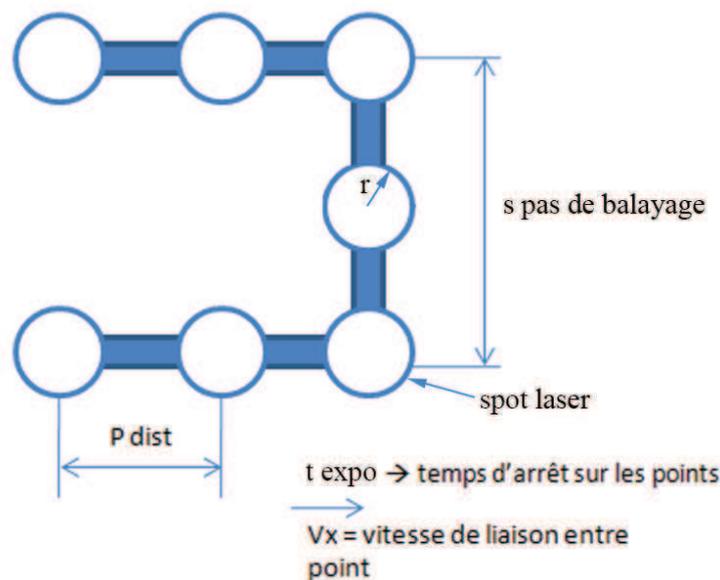


Figure 22 Schéma du déplacement laser avec les paramètres associé

Ainsi, il est possible de déterminer le nombre de points associés à une surface afin de déterminer le temps de traitement (Équation 4).

Équation 4 Temps estimé du traitement

$$t_{estimation} = nb_{points} \times t_{expo} + (nb_{points} - 1) \times \frac{p_{dist}}{V_x} \quad (s)$$

avec nb_{point} le nombre de points, t_{expo} (s) le temps d'arrêt sur les points, p_{dist} la distance entre les points et V_x la vitesse de liaison entre chaque point lié au moteur pas à pas estimé à 1,5 m/s.

Considérant ensuite les dimensions de l'échantillon (L : longueur, l : largeur), l'équation peut alors se simplifier telle que mentionnée ci-dessous.

$$nb_{points} = \left(\left| \frac{L}{p_{dist}} \right| \times \left| \frac{l}{s} \right| \right)$$

Ainsi, il est possible d'estimer de façon générale la densité d'énergie théorique transmise à la surface d'un matériau suivant la relation suivante Équation 5.

Équation 5 Densité d'énergie

$$\bar{E}_t = \bar{P} \times \left[\left(\left| \frac{L}{p_{dist}} \right| \times \left| \frac{l}{s} \right| \right) \times t_{expo} + \left(\left(\left| \frac{L}{p_{dist}} \right| \times \left| \frac{l}{s} \right| \right) - 1 \right) \times \frac{p_{dist}}{v_x} \right] \quad (J)$$

Et après simplification

$$\bar{E}_t = \bar{P} \times \left[\left(\left| \frac{L}{p_{dist}} \right| \times \left| \frac{l}{s} \right| \right) \times \left(t_{expo} + \frac{p_{dist}}{v_x} \right) \right] \quad (J)$$

I 1 b. L'énergie théorique de transformation

Considérant l'énergie théorique transmise à la surface du matériau, l'énergie de transformation du matériau peut aussi être estimée d'un point de vue théorique. Cette énergie correspond à l'énergie nécessaire pour transformer entièrement (fondre) une certaine quantité de matière (Équation 6).

Équation 6 Energie massique théorique de fusion

$$Q_c = C_p \times m \times (T_f - T_0) + C_f \times m \quad (J)$$

avec Q_c énergie (J), C_p la chaleur spécifique (J/kg.K), T_f la température de fusion du matériau (°C), T_0 à la température initiale (°C), C_f la chaleur latente de fusion (kJ/kg) et m la masse considéré (kg).

Afin d'intégrer l'évolution de la chaleur spécifique de fusion en fonction de la température, l'équation peut s'écrire ensuite de façon plus précise (Équation 7) :

Équation 7 Energie massique de fusion théorique avec $C_p(T)$

$$Q_c = m \times \int_{T_0}^{T_f} C_p(T) dt + C_f \times m \quad (J)$$

Mais si ces valeurs annoncent théoriquement les énergies nécessaires pour transformer une certaine quantité de matière, ce n'est pas sans intégrer quelques pertes qu'il importe de considérer. Elle permet cependant de donner un ordre de grandeur des valeurs énergétiques nécessaires pour faire fondre une quantité de matière défini.

I 1 c. Les pertes à considérer

L'interaction d'un laser sur une matière dépend principalement du rayonnement laser et du matériau considéré. D'un point de vue général, les pertes peuvent être abordées sous quatre

angles. Le premier aspect est l'absorption du rayonnement par le matériau suivant la longueur d'onde du faisceau laser irradiant (ex : à $\lambda=1070$ nm pour le laser Ytterbium considéré ici l'absorption est $A \approx 30\%$ pour le CoCrMo et $A \approx 25\%$ pour le titane T40) [99]. Cette énergie absorbée alors par le matériau sera ensuite conduite par conduction thermique sur l'épaisseur de la matière de façon différente suivant la nature même du matériau (compte tenu des caractéristiques thermiques du matériau) et selon sa structure (lit de poudre ou d'une pièce massive). En effet, la conduction thermique en étant inférieure dans le lit de poudre n'est pas équivalente à la conduction thermique du matériau massif [100]. De plus, selon la morphologie de la surface (plane, rugueuse, lisse, irrégulière avec un lit poudre, etc...) et selon l'angle d'impact du rayonnement, la réflexion directe et la transmission du faisceau peuvent différer [101]. Enfin au contact de la matière, le laser forme de plus un plasma plus ou moins intense qui absorbe $\approx 30\%$ de l'énergie du laser [102]–[104]. La Figure 23 représente les différentes pertes envisagées, durant l'irradiation d'un laser sur un lit poudre.

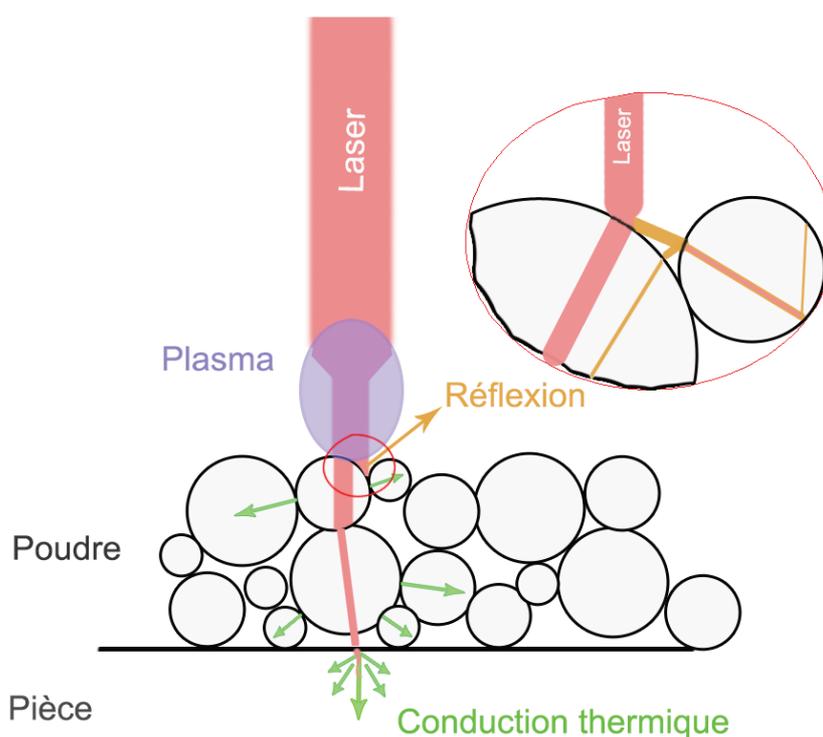


Figure 23 Schéma des pertes énergétiques lors de l'irradiation laser sur un lit de poudre

De manière générale, les pertes sont assez considérables et une faible quantité d'énergie reste réellement efficace pour la fusion du matériau. Cela est bien entendu fonction des matériaux utilisés, de sa structure si il s'agit d'un matériau massif ou encore de la morphologie des poudres et de la densité du lit de poudre (plus ou moins comprimé) [105]–[108].

II) Précurseurs et préparation

II 1. Matériaux

Les matériaux utilisés dans le cadre de cette étude se présentent tous sous forme pulvérulente. Le titane pure T40 (VACTEX POWDER, réf : 22-00 Ti lot 8018W de grade 2) présente plutôt une forme irrégulière (Figure 24) avec une granulométrie variant de 35 μm à 100 μm avec un $d_{0,5}=60 \mu\text{m}$ (Figure 25).

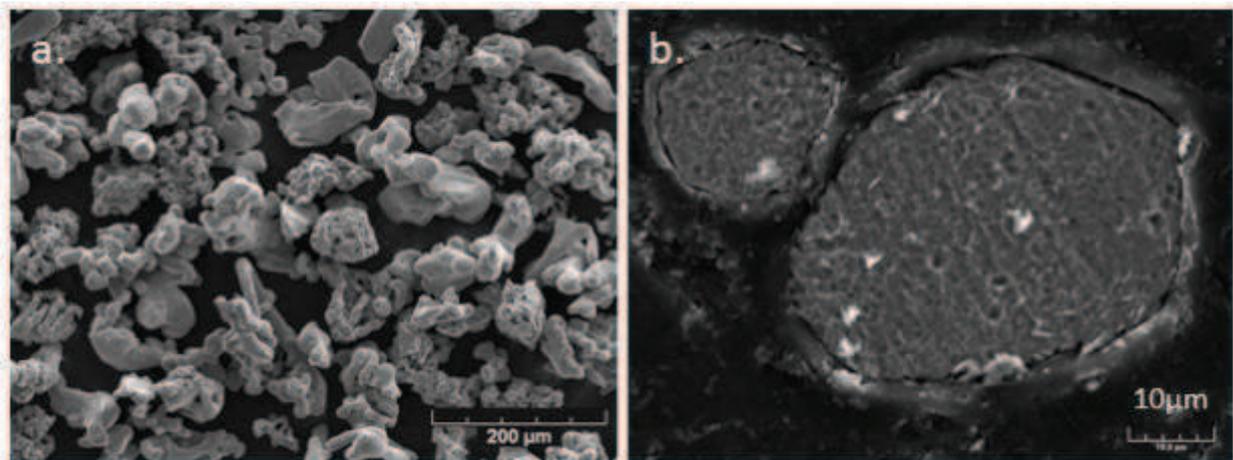


Figure 24 Cliché MEB de la poudre du T40 a. vue générale b. vue en coupe après attaque chimique

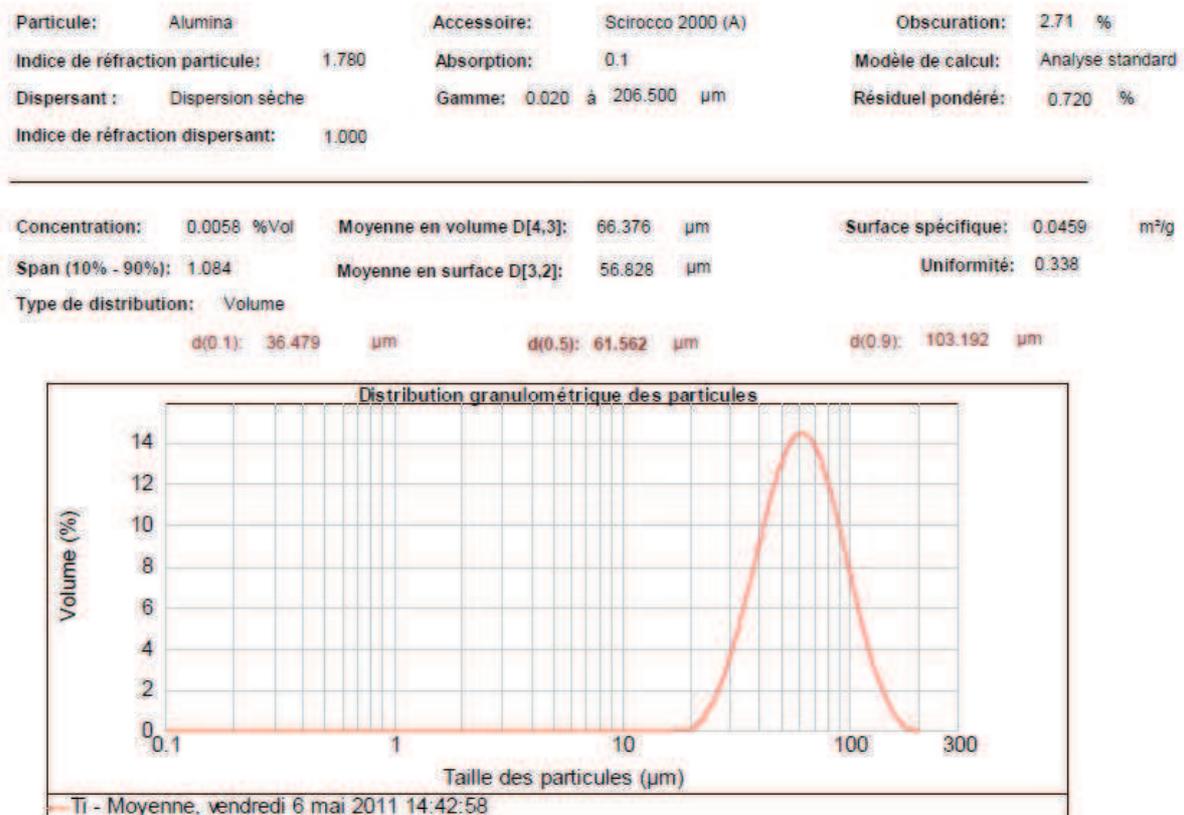


Figure 25 Répartition granulométrique de la poudre de titane T40

Le CoCrMo présente plutôt une forme sphérique due au procédé de mise en forme par atomisation. Cette poudre est réalisée au laboratoire LERMPS sous la réf: 091118-23-300102PCoCr.

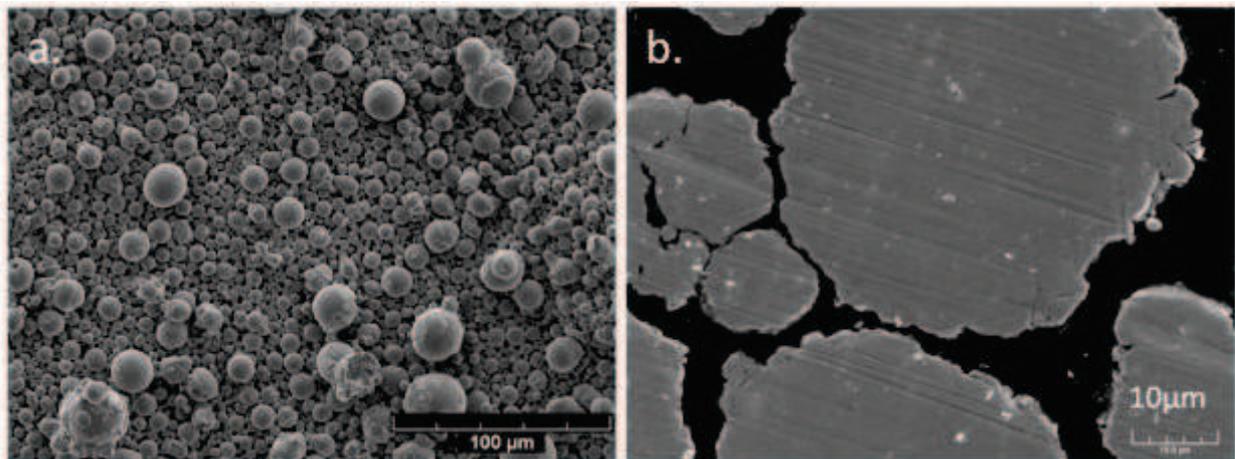


Figure 26 Cliché MEB de la poudre du CoCrMo a. vue générale b. vue en coupe

La granulométrie de la poudre s'étend de 5 µm à 45 µm avec un $d_{(0,5)}=15$ µm. La Figure 27 représente la distribution granulométrique des particules.

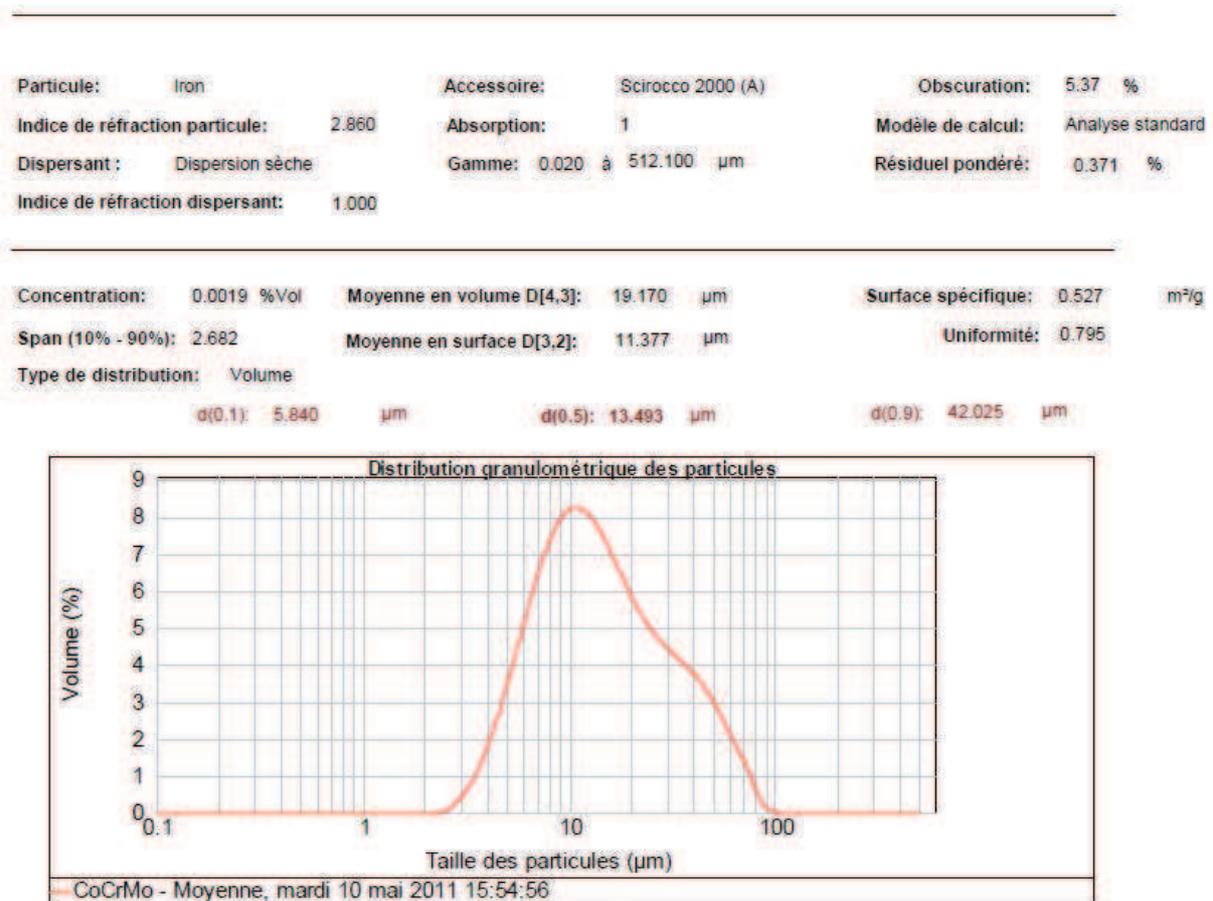


Figure 27 Répartition granulométrique de la poudre de CoCrMo

Dans cette étude, les poudres présentent des différences importantes de granulométrie et de morphologie. La poudre de CoCrMo présente cependant des caractéristiques intéressantes pour la fusion laser sur lit de poudre, car elle dispose d'une forme et d'une granulométrie qui lui confèrent une bonne coulabilité. Concernant la poudre de titane, il est difficile de trouver des caractéristiques identiques. En effet, obtenir une poudre de titane de morphologie sphérique implique des procédés complexes de mise en forme peu disponibles dans le secteur industriel. Du fait de la morphologie irrégulière de la poudre de titane T40, une granulométrie plus importante a donc été sélectionnée pour assurer une coulabilité satisfaisante pour le procédé.

La morphologie des poudres est un paramètre important dans les phénomènes optiques. Mais les propriétés physiques intrinsèques des matériaux sont primordiales et sont à prendre en compte pour la compréhension des phénomènes thermiques mis en jeu par l'irradiation laser.

Afin de présenter l'ensemble des propriétés physiques utiles au procédé, il est possible d'estimer l'énergie nécessaire à la fusion des deux matériaux précurseurs. En appliquant l'Équation 7 pour un volume correspondant à un pavé de 10 mm² de surface par 0,05 mm d'épaisseur, les valeurs obtenues sont répertoriées en Tableau 4 .

Tableau 4 Caractéristiques physiques et application numérique [100]

	J/kg.K chaleur spécifique	°C température de fusion	°C température ambiante	kJ/kg chaleur latente	m ³ Volume	kg/m ³ Masse volumique	kg masse	J Energie
T40	541	1670	20	370	5E-09	4520	0.0000226	29
CoCrMo	409	1470	20	409	5E-09	8300	0.0000415	42

Certains aprioris sont mis à mal avec le calcul de l'énergie pour transformer les matériaux de l'état solide à l'état liquide. En effet, comme le présentent les données ci-dessus, il apparait que le titane T40 a un point de fusion plus élevé que le CoCrMo, une chaleur spécifique plus élevée, une chaleur latente presque similaire mais une masse volumique pratiquement deux fois plus faible. Ces valeurs peuvent faire penser alors que l'énergie nécessaire à la transformation complète du titane T40 soit plus élevée, mais le constat en est opposé. L'énergie de fusion pour le titane est de 29 J contre 42 J environ pour le CoCrMo. Ainsi, il semblerait que la masse volumique joue un rôle primordial et explique l'écart important entre les deux matériaux.

Le traitement de ces matériaux par une irradiation laser met en jeu plusieurs paramètres opératoires qui traduisent une difficulté de maîtrise et d'interprétation, c'est pourquoi la méthode des plans d'expérience est utilisée.

III) Plan d'expériences

Dans cette partie, il est présenté les plans d'expériences utilisés afin de structurer la recherche avec un nombre d'essai limité et un nombre élevé de paramètres. D'un point de vue général, les plans d'expériences sont basés sur une analyse statistique des résultats selon les paramètres considérés. Cette méthode est très intéressante pour identifier et quantifier l'impact des paramètres sur l'obtention d'un objectif. Dans cette étude, les plans de type TAGUCHI [109]–[111] ont été utilisés. Une étude mettant en évidence l'influence des paramètres sur un objectif a été réalisée au travers des graphes des effets. La quantification de la contribution a été conduite quant à elle après l'analyse de la variance. Plusieurs plans sont définis par la méthode TAGUCHI selon l'objectif visé et le nombre de paramètres que l'on souhaite étudier. Trois types de plan peuvent être mis en évidence comme les plans permettant une approche globale avec beaucoup de paramètres et de nombreux niveaux, des plans plus précis en prenant compte les interaction et sans alias* et pour finir des plans pour l'optimisation en prenant en compte des paramètres « bruit ». Le niveau de chaque paramètre représente des valeurs différentes qu'ils peuvent prendre, le choix du nombre de niveaux est lié à la linéarité de l'effet du paramètre. Lorsque l'effet est linéaire, seul deux niveaux suffisent tandis que si l'effet suit une autre loi, alors le nombre de niveaux est supérieur. L'organisation des essais est déterminée au travers des tables permettant de limiter les alias et interactions indésirables.

III 1 a. La table L25 (5⁶)

Cette table permet d'avoir un aspect global de l'effet des paramètres « plan de débroussaillage » sur un objectif. Elle permet au maximum d'analyser 6 paramètres avec 5 niveaux en effectuant 25 essais au lieu de 15625 si le plan complet devait être réalisé. Ce plan d'expériences permet d'analyser l'effet de chaque paramètre sélectionné sur l'objectif sans alias, c'est à dire que l'effet d'un paramètre n'est pas ambiguë avec d'autre. Dans cette étude, 4 paramètres avec 5 niveaux ont été sélectionnés tels que : la taille de spot (B), le pas de balayage (C), la distance entre chaque point (D) et le temps d'exposition (E). 5 niveaux sont nécessaires afin de vérifier la linéarité de l'effet de chaque paramètre sur la réponse.

Les caractéristiques des matériaux ne sont pas considérées dans cette étude, mais si cela s'avère nécessaire une adaptation du plan sera réalisée, soit en intégrant les caractéristiques de la poudre directement dans le plan, soit en considèrent qu'ils sont des paramètres « bruit » c'est-à-dire qu'il est possible, afin de garantir la robustesse, le résultat selon les propriétés des poudres.

Le Tableau 5 présente les valeurs des niveaux de chaque paramètre pour balayer un large éventail d'énergie tout en excluant les valeurs aberrantes.

Tableau 5 Table des paramètres et niveaux de chaque paramètre associé L25 5⁶

Paramètres process		Niveau				
		1	2	3	4	5
Spot (mm)	B	0.035	0.040	0.045	0.050	0.055
Pas de balayage (mm)	C	0.020	0.040	0.060	0.080	0.100
P dist (mm)	D	0.005	0.020	0.035	0.050	0.065
T expo (s)	E	0.000020	0.000090	0.000160	0.000230	0.000300

Le choix des essais est déterminé par la table fractionnelle, qui permet d'organiser le déroulement de la campagne d'essais. La sélection des combinaisons est réalisée pour limiter le nombre d'essais tout en garantissant statistiquement le résultat.

Tableau 6 Table L25 5⁶ de la méthode TAGUCHI

Expériences	Paramètres process					
	A (1)	B (3) Spot	C (4) Pas de balayage	D (5) P dist	E (6) T expo	F (2)
1	4	1	4	2	5	3
2	3	4	1	3	5	2
3	3	1	3	5	2	4
4	1	4	4	4	4	4
5	4	2	5	3	1	4
6	1	3	3	3	3	3
7	3	5	2	4	1	3
8	5	2	1	5	4	3
9	2	5	1	2	3	4
10	5	3	2	1	5	4
11	1	2	2	2	2	2
12	5	1	5	4	3	2
13	1	1	1	1	1	1
14	4	3	1	4	2	5
15	2	4	5	1	2	3
16	2	3	4	5	1	2
17	5	4	3	2	1	5
18	3	3	5	2	4	1
19	2	2	3	4	5	1
20	3	2	4	1	3	5
21	4	4	2	5	3	1
22	2	1	2	3	4	5
23	5	5	4	3	2	1
24	4	5	3	1	4	2
25	1	5	5	5	5	5

Afin de prendre en compte les interactions et de diminuer le nombre d'essais la table L8 a ensuite été sélectionnée. Si la linéarité des effets est vérifiée, alors 2 niveaux pour chaque paramètre peuvent être pris en compte.

III 1 b. La table L8 (2⁷)

Le plan L8 permet d'étudier les interactions et d'affiner l'étude de l'effet des paramètres sur un objectif. Ce plan étudie 7 paramètres au maximum, le nombre de niveau est de 2 et l'étude des interactions est possible. Afin de conserver une résolution satisfaisante de la table, 4 paramètres sont sélectionnés avec les niveaux correspondant aux colonnes 2 et 4 de la table L25.

Tableau 7 Table des paramètres et niveau de chaque paramètre associé L8 2⁷

Paramètres process		Niveau	
		2	4
Spot (mm)	B	0.040	0.050
Pas de balayage (mm)	C	0.040	0.080
P dist (mm)	D	0.020	0.050
T expo (s)	E	0.000090	0.000230

Ainsi de la même manière que pour la table L25, la table L8 permet d'organiser la campagne d'essais pour garantir une étude pertinente.

Tableau 8 Table L8 2⁷ de la méthode TAGUCHI

Expériences	Paramètres process			
	B(1) Spot	C(3) Pas de balayage	D(5) Pdist	E(7) Texpo
1	1	1	1	1
2	1	1	2	2
3	1	2	1	2
4	1	2	2	1
5	2	2	2	2
6	2	2	1	1
7	2	1	2	1
8	2	1	1	2

Les réponses sont les résultats des essais réels que les plans d'expérience utilisent pour effectuer les différents calculs. Pour cela la caractérisation des matériaux est un point clef afin de garantir la pertinence des analyses.

IV) Les moyens de caractérisation

Afin d'évaluer la qualité des structures générées lors de la fabrication par fusion laser sur lit de poudre plusieurs techniques de caractérisation sont utilisées. Tout d'abord, la caractérisation de la matière initiale et particulièrement sa granulométrie est étudiée. Ensuite, les structures métallographiques sont observées pour quantifier les phénomènes

thermiques et pour finir des caractérisations mécaniques ont été effectuées pour évaluer le comportement des structures à une sollicitation mécanique.

IV 1. Mesure de la granulométrie

Les distributions granulométriques ont été mesurées avec un granulomètre à diffraction laser (Mastersizer 2000) équipé du module voie liquide (Hydro 2000) de la société Malvern Instruments.

Le principe de cette technique repose sur la déviation de la lumière par les particules. Lorsque les particules passent devant le faisceau laser, elles dévient la lumière d'un angle inversement proportionnel à leur taille avec une intensité proportionnelle à leur taille. L'interprétation de ces mesures est réalisée à l'aide de la théorie de Mie (implantée dans le logiciel d'exploitation) et permet d'obtenir des distributions de tailles en volume et en nombre. Cette caractérisation a permis de mesurer les différentes poudres utilisées.

IV 2. Microscopie électronique à balayage

La caractérisation microstructurale des échantillons est réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type JEOL JSM 5800LV. Pour ce faire, les échantillons sont découpés puis enrobés à froid sous vide dans une résine époxy. Le polissage est réalisé manuellement suivant les étapes : papier SiC de granulométrie 600 puis 1200, draps tissés et suspensions de diamant de 9 μm , 3 μm , 1 μm et enfin 0,5 μm , afin d'atteindre un état de surface miroir et révéler la microstructure après une attaque chimique. Enfin un film conducteur de carbone est déposé à la surface de l'échantillon.

IV 3. Attaques chimiques

Les attaques chimiques utilisées ont permis de mettre en évidence les différentes microstructures des matériaux. Après un polissage miroir des échantillons. Une attaque au réactif de Kroll's a été réalisée pour le titane tandis qu'une attaque électrochimique à l'acide de Chromique (6 V, 6 second) a été nécessaire pour l'alliage de CoCrMo.

IV 4. Caractérisation microstructurale

Après la préparation des échantillons, des images capturées au microscope optique sont analysées afin de définir le taux de porosité par analyse d'image. Une série de huit images est exécutée afin d'obtenir une bonne variabilité (Figure 28).

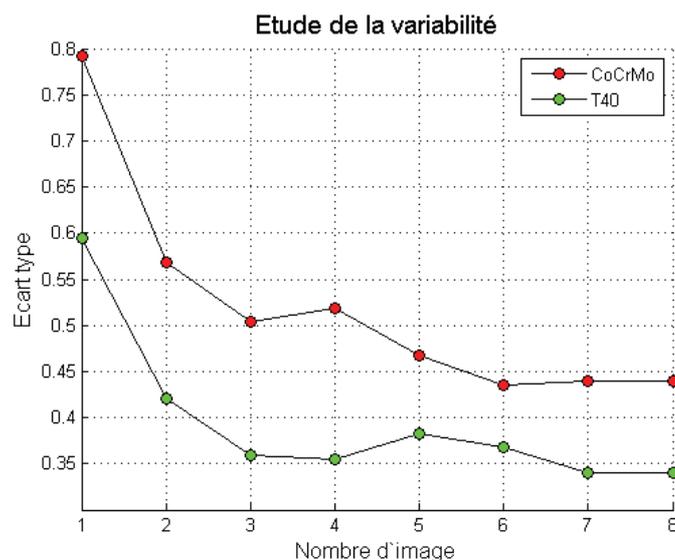


Figure 28 Etude de variabilité pour la détermination du nombre d'image minimum

Avec le logiciel Matlab®, les images sont binarisées après détermination du seuillage par la méthode Otsu [112] car les images traitées ne présentent pas de caractéristiques particulières avec un contraste et des frontières bien définis. La porosité est alors déterminée pour chaque image comme le rapport entre l'aire des surfaces noires (pores) et l'aire totale de l'image. Cela permet enfin de calculer une moyenne et un écart type pour chaque essai. La Figure 29a. illustre l'ensemble des étapes nécessaires pour l'analyse globale de l'échantillon. Le taux de porosité est indiqué au-dessus de chaque image générée par le logiciel à partir de l'image d'origine (Figure 29b. et Figure 29d.).

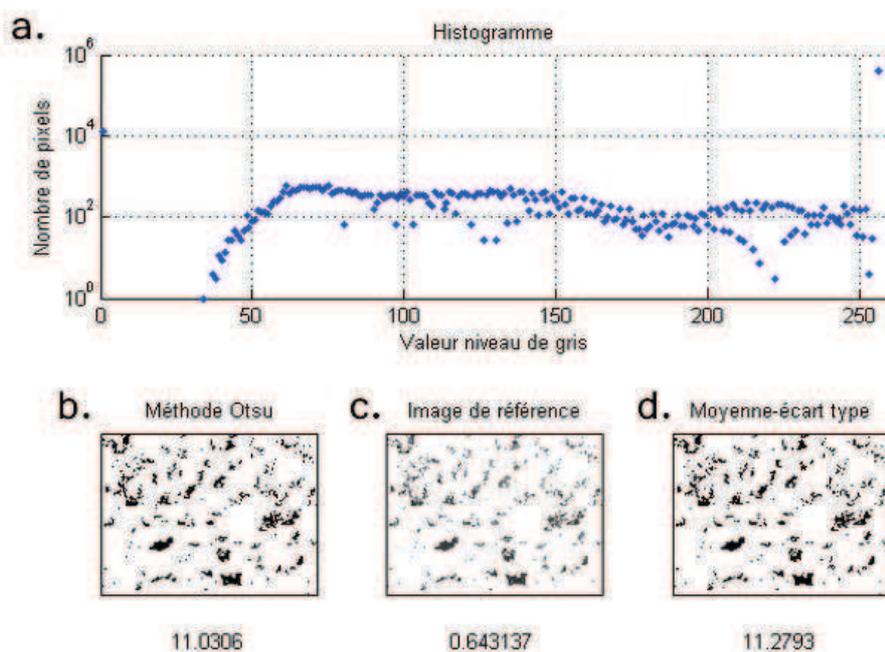


Figure 29 Exemple de détermination du taux de porosité a) histogramme de l'image b) binarisation par la méthode Otsu c) image de référence d) binarisation avec (moyenne-écart type)

Une étude sur la répartition des pores est alors réalisée en observant la position du barycentre des pores sur l'image et permettre ainsi d'apprécier l'homogénéité de la répartition (Figure 31).

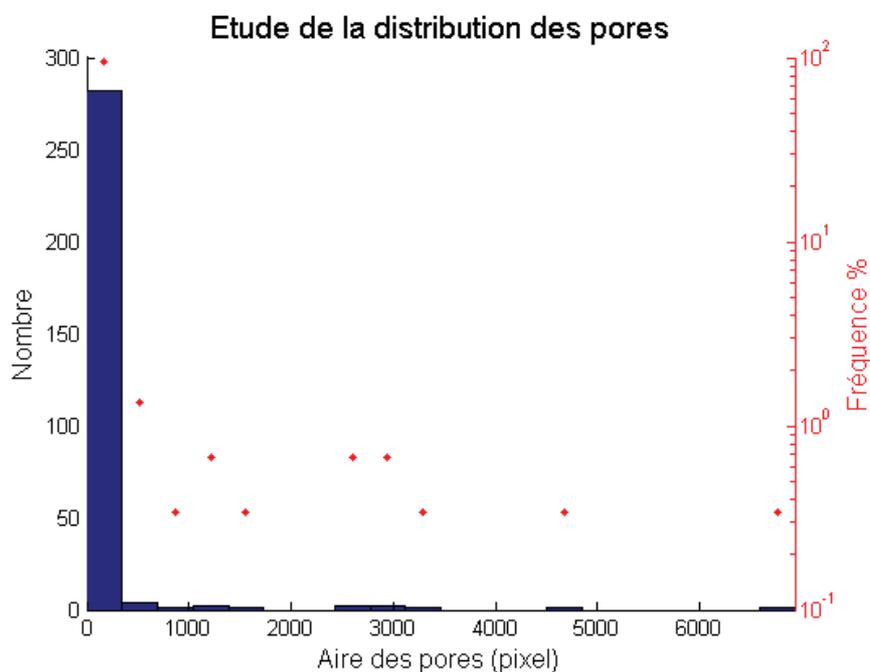


Figure 30 Distribution de la taille des pores d'une image

Ainsi, à la vue de cette distribution, il apparaît que les pores sont majoritairement (95%) de petite taille. Leur répartition apparaît relativement homogène suivant la position du barycentre des pores situé au centre de l'image ci-dessous (Figure 31).

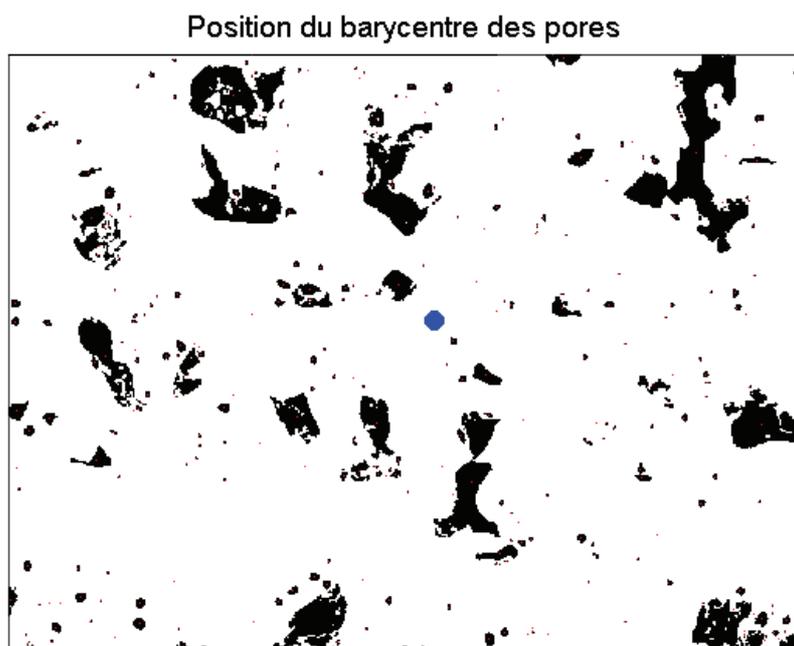


Figure 31 Position du barycentre des pores indiquant leurs répartition spatiale

IV 5. Diffraction des rayons X

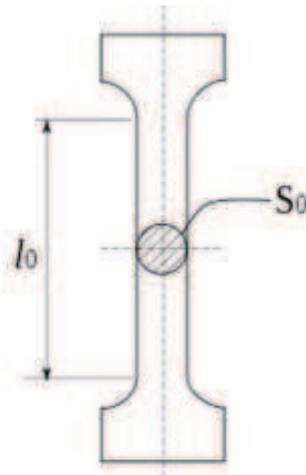
La diffraction des rayons X est une méthode d'identification des phases cristallines. Elle donne des informations sur la pureté, la cristallinité et la valeur des paramètres cristallographiques. Le dispositif employé (BRUKER AXS D8 FOCUS), est équipé d'un compteur courbe et permet de faire des mesures sous une incidence fixe de 4° . Le dispositif est équipé d'une anticathode en cobalt ($\lambda = 0,17889 \text{ nm}$).

IV 6. Mesures thermiques

La mesure dynamique de la température de surface des échantillons est effectuée à l'aide d'une caméra thermique (Flir system – Thermovision 320M). Le rayonnement émis par la surface est capté et mesuré puis la température est déduite de ces informations. L'émissivité des matériaux est une donnée importante du dispositif qui permet de déterminer la température réelle de la surface. Ainsi un étalonnage avec un thermocouple a été nécessaire afin d'ajuster au mieux l'émissivité. Cependant l'émissivité est fonction de la température mais aussi de la topologie de surface qui doivent se rapprocher des valeurs expérimentales pour limiter les erreurs. Pour cette étude une émissivité de 0,8 a été retenue pour chaque matériau. Afin de garantir le positionnement de la caméra et de diminuer les risques liés à l'émission laser, une porte dans laquelle vient se loger la caméra a été réalisée. Ainsi une comparaison des essais entre eux en garantissant les mêmes caractéristiques d'acquisition (distance, angle) a pu être assurée.

IV 7. Essais mécaniques

Les essais mécaniques permettent de définir les caractéristiques mécaniques des matériaux nouvellement élaborés. Dans le cadre de cette étude, principalement deux paramètres ont été mesurés qu'il s'agisse de la limite d'élasticité (R_e) et le module de Young (E). La limite d'élasticité a été déterminée par un essai de traction avec des éprouvettes normalisées cylindriques (Figure 32) sur une machine ZWICK/ROELL (Norme DIN EN 10002-1). Les conditions d'essai utilisées sont une vitesse d'essai de 0,48 mm/min et avec une précharge de 2 MPa.



**l_0 : longueur normalisée ($\approx 5 \times$ diamètre pour l'acier)
avec diamètre=3mm**

Figure 32 Eprouvette cylindrique utilisée pour les essais de traction

Afin d'estimer la limite à la rupture, 5 éprouvettes ont été utilisées pour chaque paramétrage afin d'extraire une moyenne et un écart type.

Pour compléter ensuite les caractérisations mécaniques, des essais ont été réalisés pour déterminer le module de Young des matériaux [113]. Pour ce faire, des essais non destructifs ont été réalisés basés sur la linéarité des déformations (Figure 33) d'une éprouvette rectangulaire de 140 mm de longueur avec une section de 15 mm de largeur et 2 mm d'épaisseur. Cinq éprouvettes sont utilisées pour chaque condition afin d'estimer d'une façon plus précise le module de Young des nouveau matériaux élaborés.

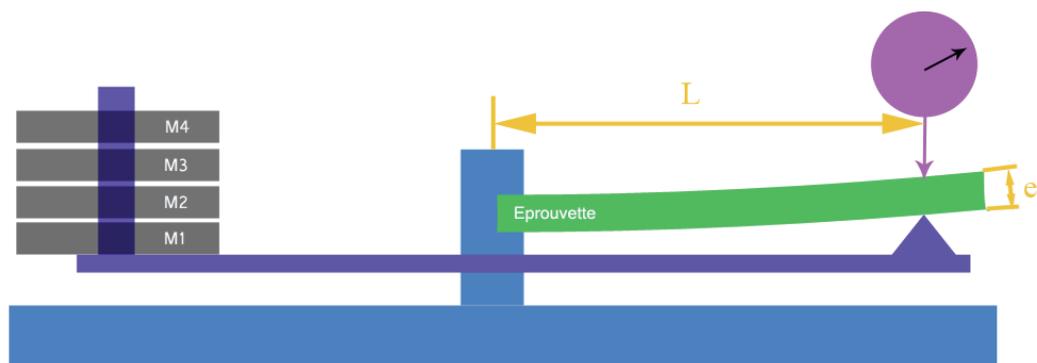


Figure 33 Dispositif de mesure de la déformation

Le déplacement est mesuré à l'aide d'un comparateur qui selon différentes charges appliquées (M_1 , M_1+M_2 , $M_1+M_2+M_3$, $M_1+M_2+M_3+M_4$) engendrera plus ou moins de déplacement. Une relation mathématique permet alors de déterminer le module de Young selon les déplacements enregistrés. Le module de Young apparent estimé E_s (MPa) est calculé en fonction de la longueur déformée (L) entre l'encastrement et l'application de

l'effort (F) ainsi que la largeur (l) et l'épaisseur (e) de l'éprouvette à partir de la relation suivante Équation 8 [114], [115].

Équation 8 Estimation du module de Young selon l'effort et le déplacement

$$E_s = \frac{4.F.L^3}{l.y.e^3} = k \cdot \frac{4.L^3}{le^3} \text{ ou } k = \frac{F}{y} \quad (MPa)$$

Le déplacement dû à l'effort tranchant V_t n'impactant ce déplacement que de 0,1%, il sera considéré majoritairement le moment fléchissant V, comme responsable du déplacement (Équation 9).

Équation 9 Estimation du déplacement dû à l'effort tranchant V_t [114], [115]

$$V_t = \frac{F.x}{G.S_1} \text{ avec } \begin{cases} G = \frac{E}{2(1+\nu)} \\ S_1 = \frac{5}{6}S \end{cases} \quad (mm)$$

Grâce à ces deux essais mécaniques il sera donc possible d'avoir un ensemble de données sur les propriétés mécaniques des éprouvettes.

Conclusion

Afin de contrôler complètement le processus de fabrication, il est important de comprendre la cinématique du laser à la surface. Pour cela, l'estimation de l'énergie, en tenant compte des paramètres opératoires, est essentielle pour exploiter un maximum d'information. Pour quantifier et évaluer l'impact des paramètres sur un objectif donné, la méthode des plans d'expériences a été utilisée. L'objectif ultime devient alors le contrôle du taux de porosité des pièces tout en maîtrisant les propriétés mécaniques apparentes.

Chapitre III

Etude paramétrique appliquée au CoCrMo et au T40

Dans ce chapitre, l'application de la méthode TAGUCHI aux matériaux CoCrMo et T40 sera présentée afin de déterminer l'impact des paramètres machines sur le taux de porosité des pièces élaborées. Pour chaque combinaison l'énergie transmise par le laser est déterminée afin d'évaluer son impact sur l'état de fusion de la matière. L'effet de chaque paramètre sera exposé au travers des graphes des effets et leurs contributions grâce à l'analyse de la variance.

I) Interaction laser matière

L'interaction du laser avec la matière régit la qualité de fusion des pièces produites. L'énergie théorique transmise à la pièce, par exemple, est fonction de nombreux paramètres et pour une même énergie, plusieurs combinaisons sont possibles. C'est pourquoi l'application d'une méthode par plans d'expériences est intéressante pour déterminer les paramètres qu'il est judicieux de contrôler pour atteindre l'objectif fixé.

La Figure 34 tente de bien positionner la partie théorique côté laser (densité d'énergie sous forme de gaussienne), les effets thermodynamiques dans la matière et le cordon réalisé. Généralement, la taille de la source laser (taille de spot) est plus petite que le cordon réalisé compte tenu des phénomènes de diffusion thermique au sein de la matière. Ce phénomène est particulièrement lié à la notion de temps mis en œuvre et donc à la quantité d'énergie délivrée. Ainsi, l'ensemble des paramètres opératoires jouent un rôle essentiel dans les phénomènes liés au procédé de fusion laser sur lit de poudre.

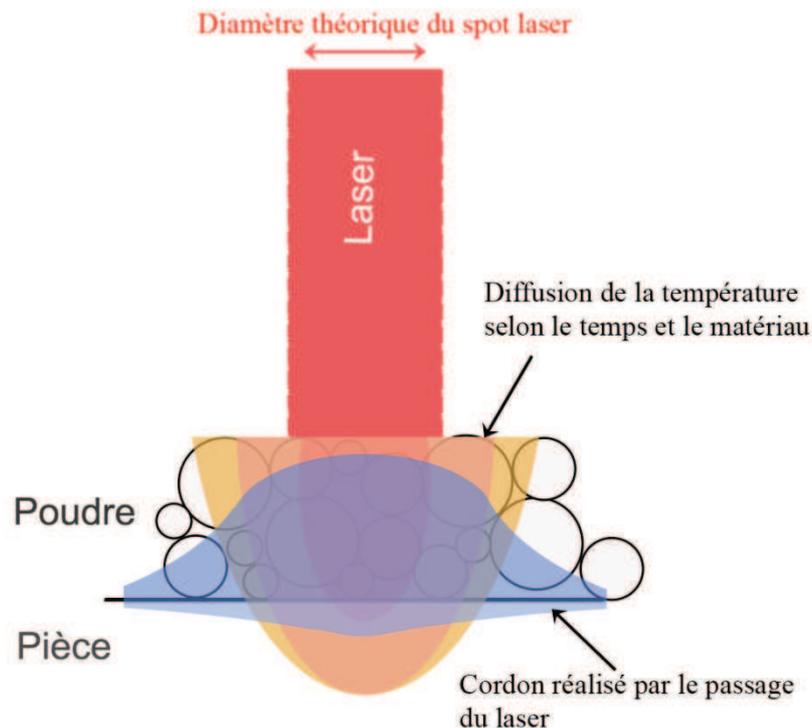


Figure 34 Représentation du cordon réalisé avec un rayonnement laser définit

Lorsque le laser irradie le lit de poudre en surface, un flux d'énergie pénètre la couche de poudre et se traduit par une élévation de température localement. Les phénomènes thermiques restant valides, la diffusion de la chaleur dans le lit de poudre et la convection dans le bain fondu forment alors selon les paramètres des cordons plus ou moins larges [103], [116]–[118]. Il sera observable de la même façon une diffusion du flux de chaleur dans la partie massive préalablement réalisée qui permettra l'accroche des cordons plus ou moins efficace selon l'amplitude des phénomènes.

A partir de cette étape, les notions thermodynamiques nécessaires à la compréhension des phénomènes mis en jeu sont présentées, ainsi la réalisation d'essais peut donc être réalisée.

I 1. Application de la table L25 aux matériaux CoCrMo et T40

Afin d'appliquer correctement la méthode des plans d'expériences, il est nécessaire de respecter le déroulement suivant [109] :

- application de la table des essais pour l'élaboration des pièces,
- compilation des résultats et illustrations des effets sous formes de graphiques
- analyse de la variance et détermination de la contribution de chaque paramètre sur l'objectif.

Pour chaque matériau la même table est appliquée afin de pouvoir comparer les résultats. La puissance laser est fixée à son maximum (120 W) afin de limiter le temps pour une

fluence donnée. Quatre paramètres influents ont été sélectionnés : B la taille du spot, C le pas de balayage, D la distance entre point et E le temps d'exposition. Associée à chaque combinaison, l'énergie théorique délivrée par le laser a été calculée suivant la relation mentionnée en Équation 5.

Tableau 9 Table des paramètres avec les énergies correspondantes appliquées au CoCrMo et T40

Essais	Paramètres				Energie E (J)
	B (3)	C (4)	D (5)	E (6)	
C1	0.035	0.080	0.020	0.000300	2310
C2	0.050	0.020	0.035	0.000300	5383
C3	0.035	0.060	0.065	0.000090	357
C4	0.050	0.080	0.050	0.000230	750
C5	0.040	0.100	0.035	0.000020	117
C6	0.045	0.060	0.035	0.000160	994
C7	0.055	0.040	0.050	0.000020	240
C8	0.040	0.020	0.065	0.000230	2363
C9	0.055	0.020	0.020	0.000160	5040
C10	0.045	0.040	0.005	0.000300	18120
C11	0.040	0.040	0.020	0.000090	1470
C12	0.035	0.100	0.050	0.000160	432
C13	0.035	0.020	0.005	0.000020	2640
C14	0.045	0.020	0.050	0.000090	1320
C15	0.050	0.100	0.005	0.000090	2208
C16	0.045	0.080	0.065	0.000020	106
C17	0.050	0.060	0.020	0.000020	280
C18	0.045	0.100	0.020	0.000230	1428
C19	0.040	0.060	0.050	0.000300	1280
C20	0.040	0.080	0.005	0.000160	4860
C21	0.050	0.040	0.065	0.000160	858
C22	0.035	0.040	0.035	0.000230	2091
C23	0.055	0.080	0.035	0.000090	446
C24	0.055	0.060	0.005	0.000230	9280
C25	0.055	0.100	0.065	0.000300	602

Au travers de cette table il apparaît qu'une large plage d'énergie est réalisée variant de 117 J pour le minimum à 18120 J pour l'énergie la plus élevée.

Suite à l'application de cette table, plusieurs objectifs peuvent être visés afin de déterminer a posteriori leur influence. Dans cette étude deux objectifs quantitatifs seront traités au travers de la rugosité (Ra) et de la porosité de chaque échantillon pour chaque matériau. Les essais réalisés respectent la même méthodologie afin de pouvoir effectuer des comparaisons et comprendre les phénomènes mis en jeu. La Figure 35 présente une vue d'ensemble des essais réalisés de la table L25 pour le CoCrMo et le T40.

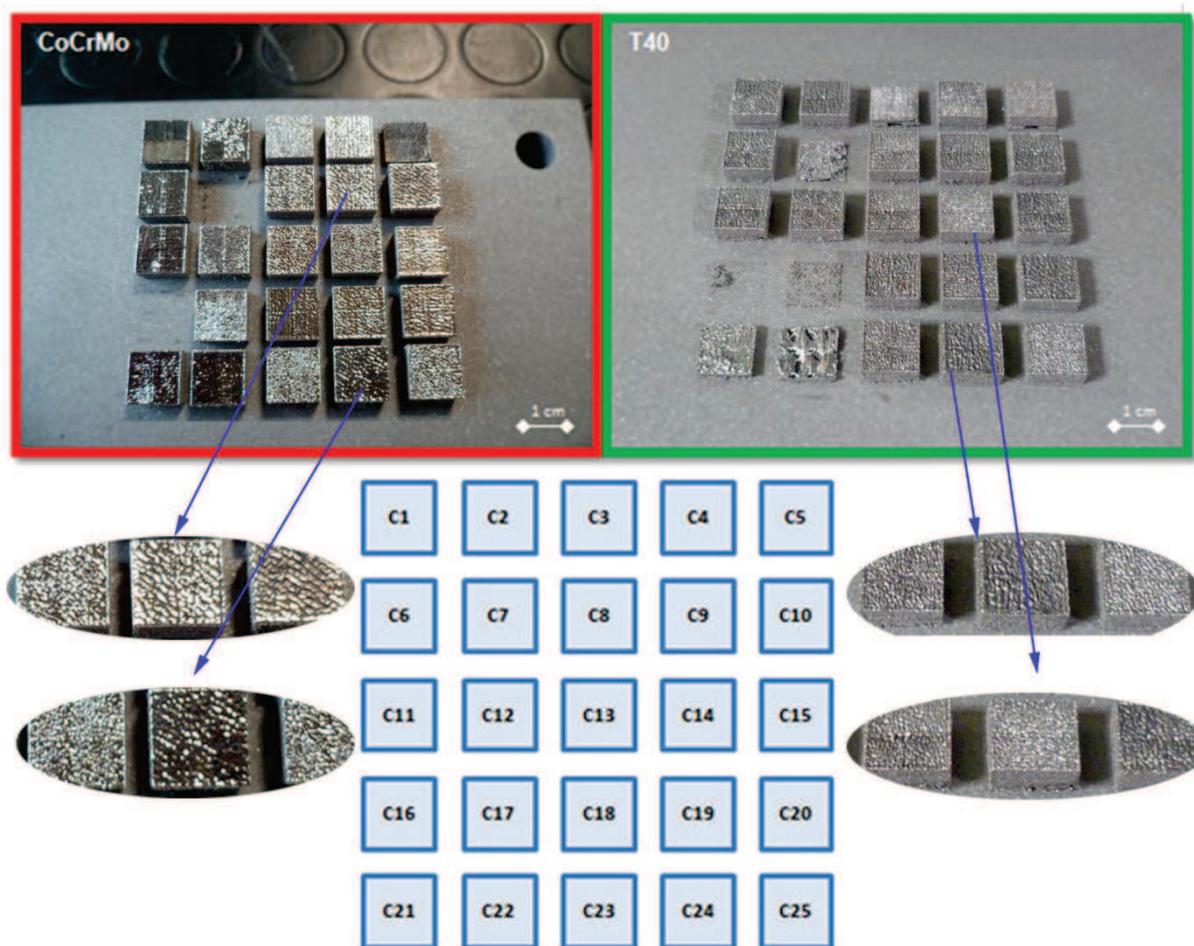


Figure 35 Vue d'ensemble des essais réalisés sur le CoCrMo et T40

Certains essais ne peuvent pas être traités pour des raisons de mauvaise fusion et de trop forte déformation ce qui a conduit à l'arrêt de l'essai. Ces constats sont communs aux deux matériaux même si un plus grand nombre de cubes a pu être élaboré pour le CoCrMo. Il est observable que la topologie des surfaces supérieures (perpendiculaire à la direction de construction) ont un aspect nettement différent d'un matériau à l'autre d'un point de vue brillance et rugosité certainement dû au contact du bain liquide avec l'atmosphère environnant. Il est possible d'observer de la même façon les différents passages du laser, plus ou moins marqués, selon le pas de balayage et la taille de spot utilisés sur les surfaces supérieures.

Les surfaces latérales présentent quant à elles un certain nombre d'agglomérat de particule partielle fondu, car le bain liquide lors de la mise en œuvre est en contact avec le lit de poudre (Figure 36). Il apparaît que les particules correspondent bien à la morphologie et granulométrie des précurseurs utilisés tend pour le T40 que pour le CoCrMo.

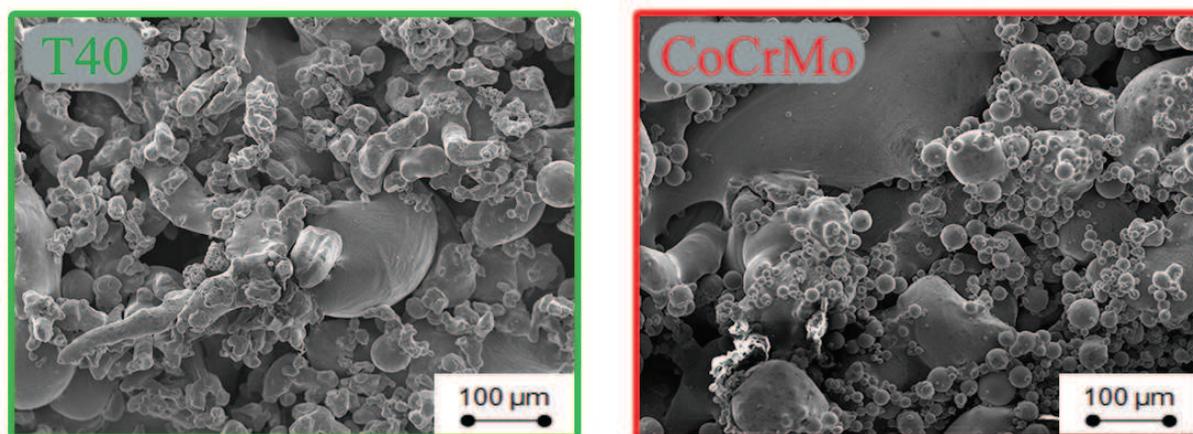


Figure 36 Observation des surfaces latérale des échantillons du plan L25

Ainsi, la Figure 37 et la Figure 38 présentent les mesures de rugosité réalisées sur les pièces du plan L25.

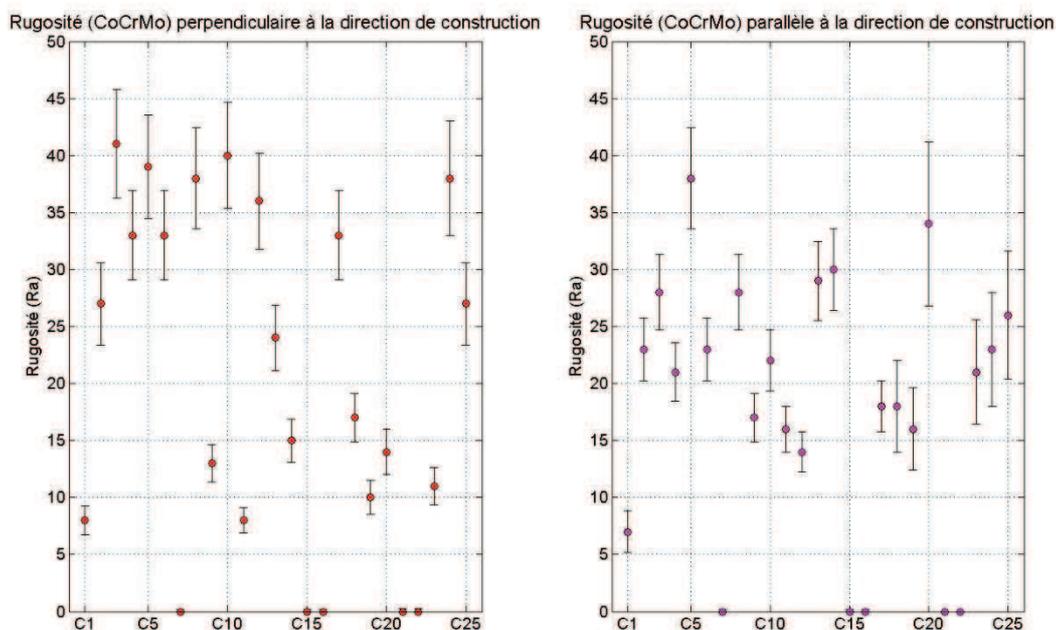


Figure 37 Mesure des rugosités des échantillons du CoCrMo pour les surfaces supérieures et les surfaces latérales

Les rugosités de surfaces brutes de CoCrMo ainsi répertoriées varient pour la surface supérieure d'un Ra = 8 µm à un Ra = 42 µm et pour les surfaces latérales d'un Ra = 7 µm à Ra = 38 µm.

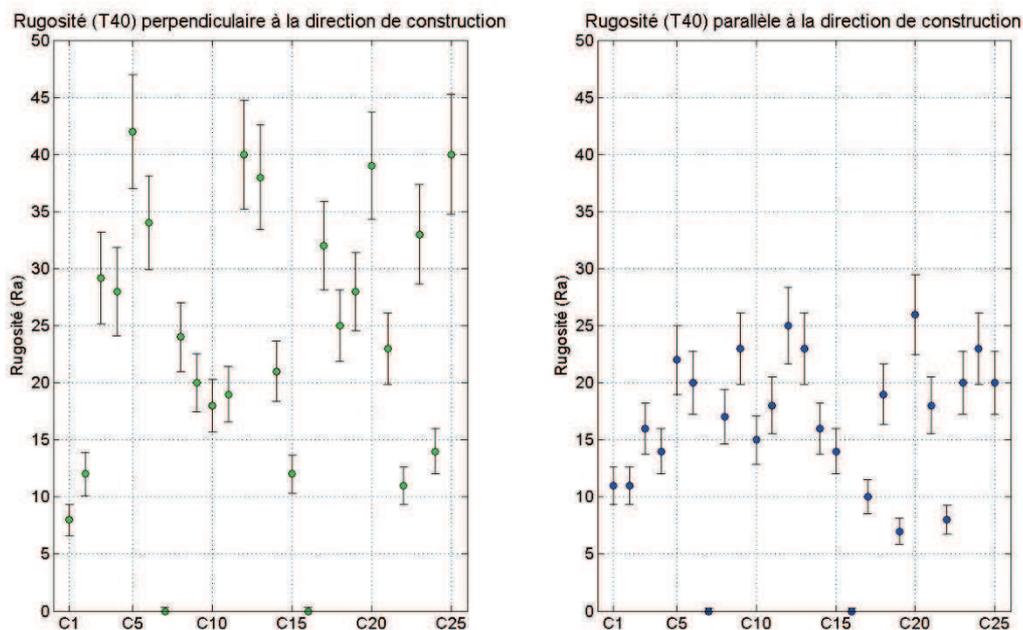


Figure 38 Mesure des rugosités des échantillons du titane T40 pour les surfaces supérieures et les surfaces latérales

Dans le cas du titane T40, les rugosités de surface varient de façon similaire à l'alliage métallique (d'un Ra = 42 μm à un Ra = 8 μm) mais évoluent de façon nettement plus recentrée pour les surfaces latérales variant d'un Ra = 26 μm à un Ra = 6 μm . Si les aspects de surface ne semblent pas affectés particulièrement par ces deux natures de matériaux, il apparaît néanmoins un impact significatif du matériau d'un point de vue mouillabilité, vitesse de solidification pouvant ainsi justifier les différences latérales.

Par la suite, les cubes exploitables ainsi obtenus sont détachés, coupés puis enrobés afin de quantifier le taux de porosité des différentes matrices. La Figure 39 expose les différentes valeurs obtenues au travers des essais (C1, ..., C25) dans le cas de l'alliage à base de Cobalt.

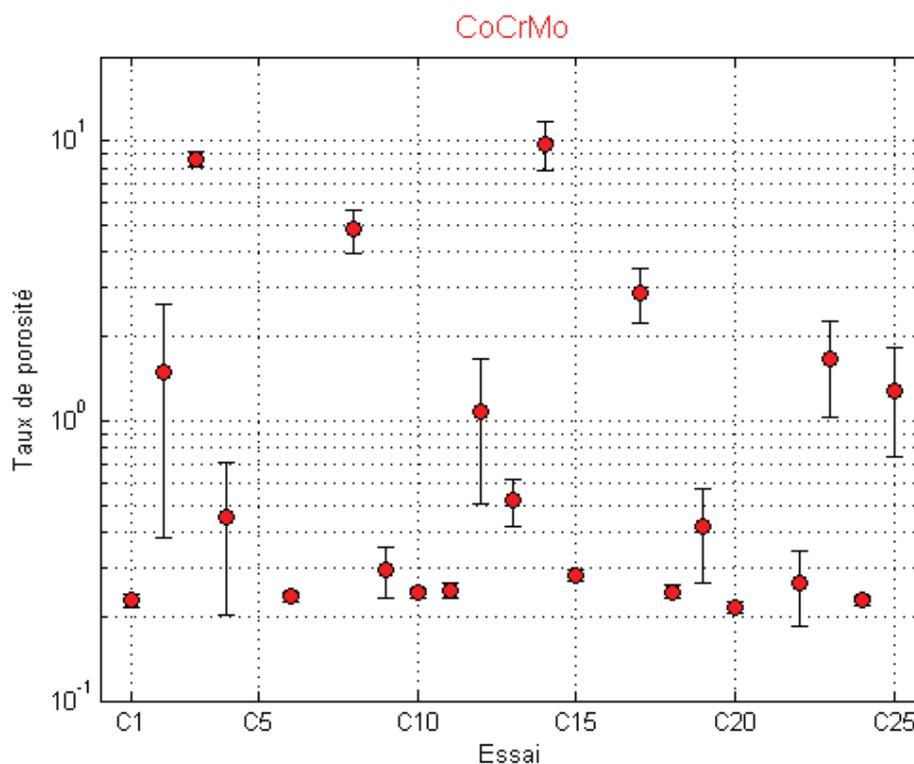


Figure 39 Répartition du taux de porosité du CoCrMo après application de la table L25

A la vue des différents résultats, il semble que la porosité obtenue varie largement de 0,1% à 9,7%. Variant de façon aléatoire suivant les différentes combinaisons de paramètres, la variabilité des résultats diffère néanmoins significativement. Différents états de fusion de la matière peuvent donc être obtenus selon les paramètres utilisés (Figure 40).

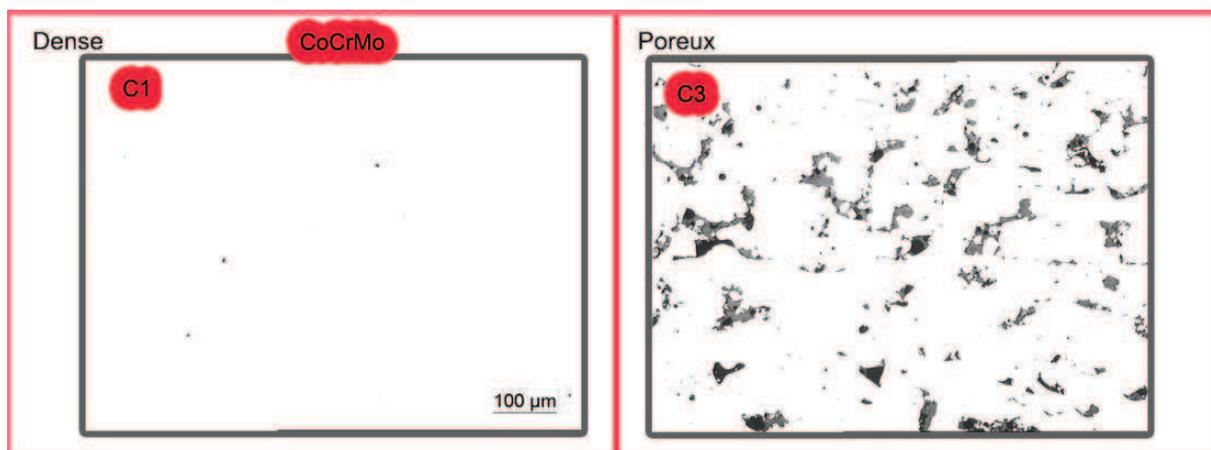


Figure 40 Vue en coupe de pièce en CoCrMo la plus poreuse et la plus dense

L'application de cette table de paramètres au titane pur T40 est illustrée en Figure 41. Si la variabilité des résultats semble identique au CoCrMo selon les différentes combinaisons de paramètres, il apparaît dans ce cas une plus forte amplitude des résultats variant de 0,2% à 30%.

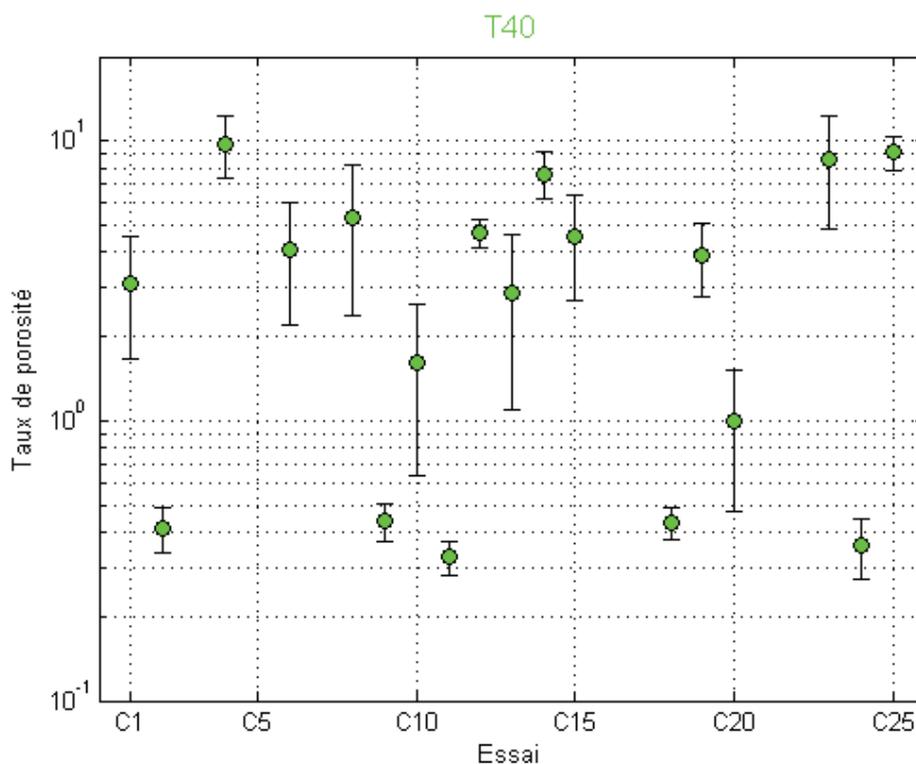


Figure 41 Répartition du taux de porosité du T40 après application de la table L25

La Figure 42 présente les observations extrêmes obtenues des résultats de la table L25. Ainsi, il apparaît que la répartition des porosités est homogène dans la totalité des échantillons.

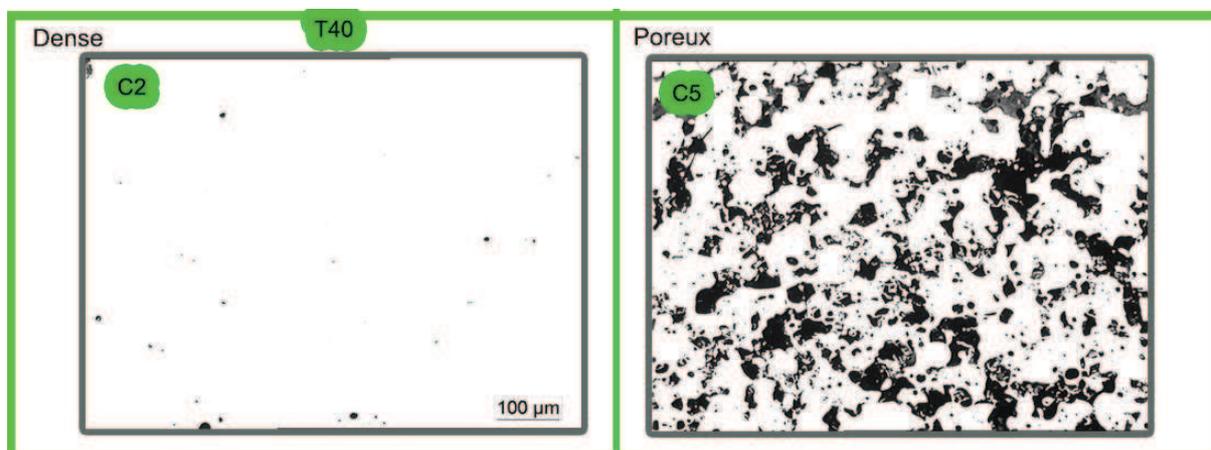


Figure 42 Vue en coupe de pièce en T40 la plus poreuse et la plus dense

Les propriétés intrinsèques des matériaux, la morphologie des poudres et leurs granulométries, semblent donc jouer un rôle primordial sur l'état des pièces élaborées. Ainsi, les phénomènes optiques de type diffraction naturelle et transmission apparaissent comme non négligeables.

Le détail des porosités laisse apparaître des particules partiellement fondu agglomérer sur la surface interne des porosités visible sur la Figure 43.

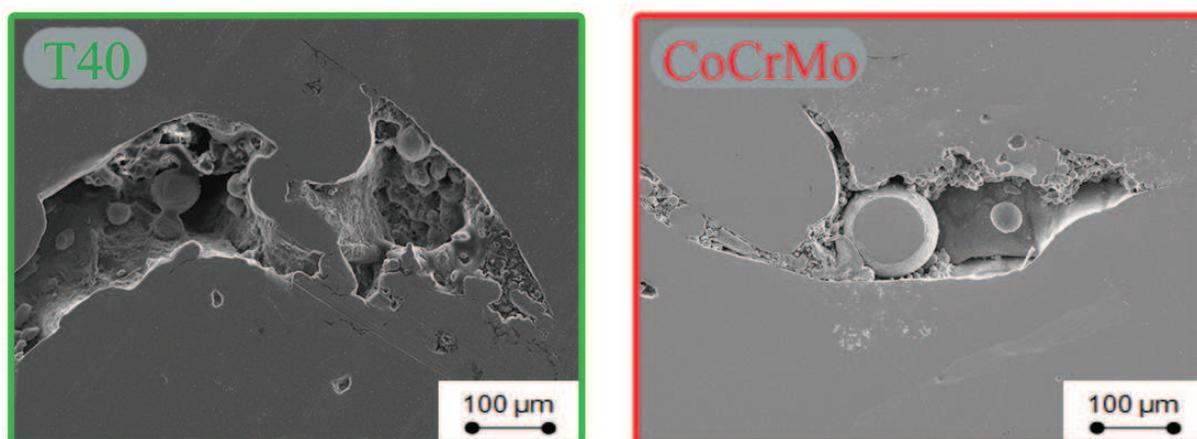


Figure 43 Observation des porosités en détail

Afin d'approfondir cette analyse, l'effet des différents paramètres sur le résultat visé peut être compilé sous forme graphique comme illustré Figure 44. Ainsi, il est présenté pour les deux matériaux utilisés leurs positionnements relatifs selon les paramètres opératoires qu'il s'agisse de l'énergie du laser, du rapport P_{dist}/D (D = diamètre de spot) correspondant au recouvrement des taches laser et le taux de porosité.

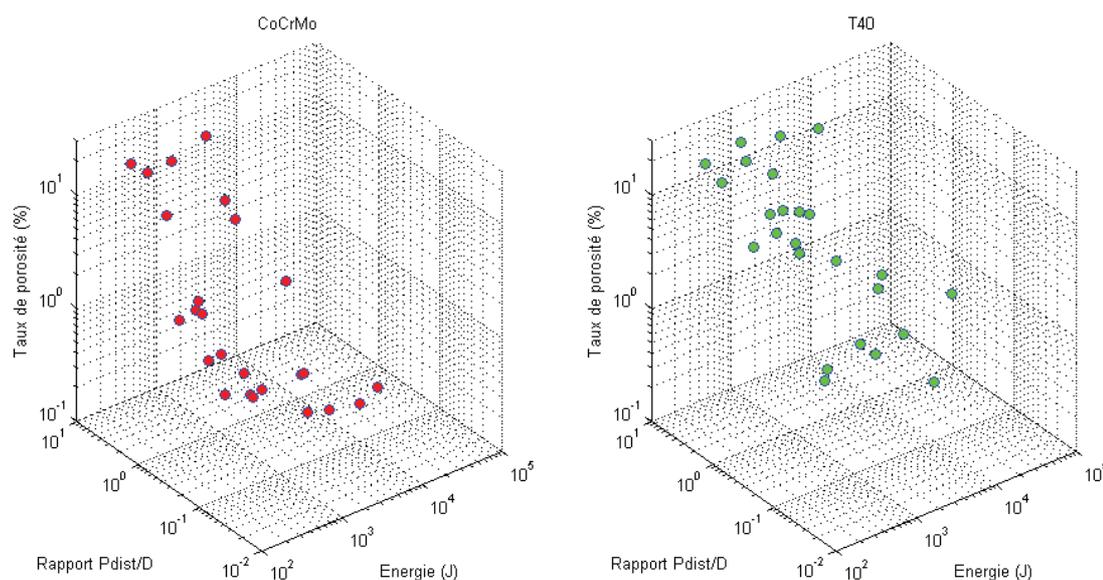


Figure 44 Représentation du taux de porosité selon l'énergie et le rapport P_{dist}/D pour le CoCrMo et le T40

A la vue de ces résultats et compte tenu de la grande diversité de valeurs, l'ensemble de ces paramètres semble significativement influent. En effet, lorsque l'énergie augmente et que le taux de recouvrement diminue, c'est à dire que l'énergie déposée en surface est la plus homogène possible, il apparait que plusieurs états de la matière existent. Quantifié d'un point de vue porosité, ce paramètre traduit une diversité des états de la matière variant d'une fusion homogène à une fusion partielle. L'énergie semble donc un paramètre important à contrôler. Ainsi, une énergie trop faible risque de ne pas permettre une fusion

suffisante (fusion partielle) de la matière qui engendrera une pièce poreuse voir inexistante, tandis qu'une énergie trop élevée peut à l'inverse piéger des vapeurs et former aussi des porosités. De ce fait, l'ajustement de l'énergie est primordial pour la maîtrise du résultat.

Afin de confirmer ces différentes tendances, des vues en deux dimensions avec pour axes des ordonnées le taux de porosité et pour axe des abscisses le rapport P_{dist}/D et l'énergie sont illustrées Figure 45.

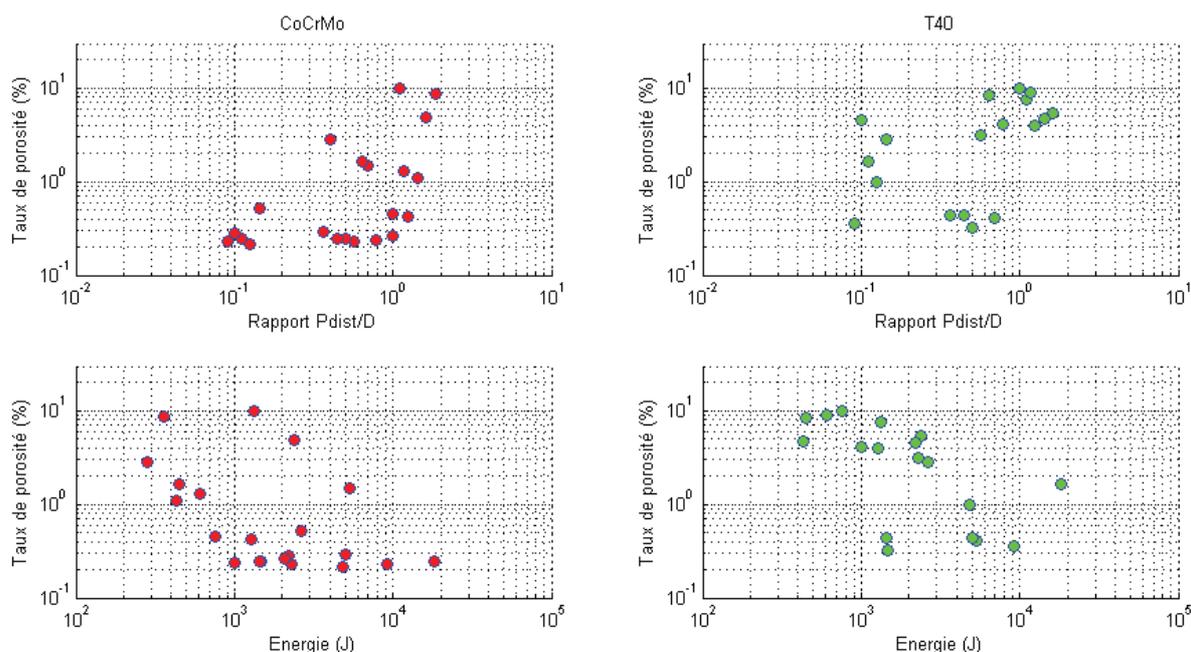


Figure 45 Répartition des essais selon l'énergie délivrée, le taux de porosité et le rapport P_{dist}/D pour le CoCrMo et le T40

Comme l'illustre les différents graphs, des tendances communes apparaissent pour le CoCrMo et le T40. En premier lieu il apparait que le taux de porosité tend à diminuer lorsque le rapport P_{dist}/D diminue, ce qui témoigne de l'importance du recouvrement des taches laser (0,5-1,5). De la même façon, l'augmentation de l'énergie laser déposée en surface produit une diminution du taux de porosité. Cependant, pour un même résultat plusieurs combinaisons peuvent être envisagées.

1 2. Principaux paramètres influents

Le Tableau 11 permet de répertorier les différentes valeurs utilisées pour établir le graph des effets (Figure 47). La première partie du tableau correspond à la moyenne des réponses lorsque le paramètre est à un niveau (i). La deuxième partie du tableau représente l'effet du paramètre selon son niveau sur la moyenne de la porosité de l'ensemble des mesures.

CoCrMo

Tableau 10 Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le CoCrMo avec objectif de rugosité

CoCrMo	Paramètres			
Tableau des moyennes	B	C	D	E
Moyenne facteur niveau 1	24.4	25.4	28.8	27.4
Moyenne facteur niveau 2	26.4	29.2	16.8	26.2
Moyenne facteur niveau 3	21.8	21.6	28.2	24.8
Moyenne facteur niveau 4	26.8	21.4	21.3	25.2
Moyenne facteur niveau 5	24.6	26.4	26.8	20.4
Effet du facteur niveau 1	-0.4	0.6	4.0	2.6
Effet du facteur niveau 2	1.6	4.4	-8.0	1.4
Effet du facteur niveau 3	-3.0	-3.2	3.4	0.0
Effet du facteur niveau 4	2.0	-3.4	-3.5	0.4
Effet du facteur niveau 5	-0.2	1.6	2.0	-4.4
Moyenne de la rugosité	24.8			

Tableau 11 Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le CoCrMo avec objectif de porosité

CoCrMo	Paramètres			
Tableau des moyennes	B	C	D	E
Moyenne facteur niveau 1	2.1	3.4	0.3	6.7
Moyenne facteur niveau 2	3.1	4.2	0.8	4.1
Moyenne facteur niveau 3	4.1	2.5	2.7	2.4
Moyenne facteur niveau 4	3.0	2.5	3.2	1.2
Moyenne facteur niveau 5	2.7	2.6	6.9	0.7
Effet du facteur niveau 1	-0.9	0.4	-2.7	3.7
Effet du facteur niveau 2	0.1	1.1	-2.2	1.1
Effet du facteur niveau 3	1.1	-0.5	-0.3	-0.7
Effet du facteur niveau 4	0.0	-0.5	0.2	-1.8
Effet du facteur niveau 5	-0.3	-0.4	3.9	-2.3
Moyenne de la porosité	3.0			

Tableau 12 Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le T40 avec objectif de rugosité

T40

T40	Paramètres			
Tableau des moyennes	B	C	D	E
Moyenne facteur niveau 1	16.6	18.0	20.2	15.0
Moyenne facteur niveau 2	18.0	13.8	16.2	16.8
Moyenne facteur niveau 3	16.0	15.2	16.2	22.4
Moyenne facteur niveau 4	13.4	16.2	12.3	16.2
Moyenne facteur niveau 5	19.2	20.0	16.2	12.8
Effet de facteur niveau 1	0.0	1.4	3.6	-1.6
Effet de facteur niveau 2	1.4	-2.8	-0.4	0.2
Effet de facteur niveau 3	-0.6	-1.4	-0.4	5.8
Effet de facteur niveau 4	-3.2	-0.4	-4.4	-0.4
Effet de facteur niveau 5	2.6	3.4	-0.4	-3.8
Moyenne de la rugosité	16.6			

Tableau 13 Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le T40 avec objectif de porosité

T40	Paramètres			
Tableau des moyennes	B	C	D	E
Moyenne facteur niveau 1	22.1	3.3	2.1	36.7
Moyenne facteur niveau 2	8.2	30.4	10.9	14.2
Moyenne facteur niveau 3	12.8	21.7	18.7	12.0
Moyenne facteur niveau 4	22.9	14.5	12.0	13.2
Moyenne facteur niveau 5	13.7	9.9	32.9	3.6
Effet de facteur niveau 1	6.2	-12.6	-13.9	20.7
Effet de facteur niveau 2	-7.7	14.4	-5.1	-1.7
Effet de facteur niveau 3	-3.2	5.7	2.8	-3.9
Effet de facteur niveau 4	7.0	-1.5	-4.0	-2.8
Effet de facteur niveau 5	-2.3	-6.1	16.9	-12.3
Moyenne de la porosité	15.9			

Ces tableaux permettent d'exposer les valeurs qui seront utilisées dans le graph des effets. Cette représentation permet de visualiser chaque paramètre indépendamment des uns des autres afin d'apprécier l'effet individuel des paramètres. Pour ce faire, une courbe correspondant à l'effet du paramètre sur la moyenne des essais est tracée ainsi que la droite correspondant à la moyenne (Figure 47, Figure 49). Pour chaque graph une courbe de tendance est déterminée dont le coefficient directeur donne une information sur la fenêtre paramétrique. Ainsi, une pente importante indique que la fenêtre paramétrique est étroite, et donc qu'une faible variation du paramètre considéré implique une grande variation de la réponse. Sur les graphs des effets moyens, il est représenté la moyenne des essais, l'effet du paramètre selon son niveau sur la réponse et la courbe de tendance.

CoCrMo

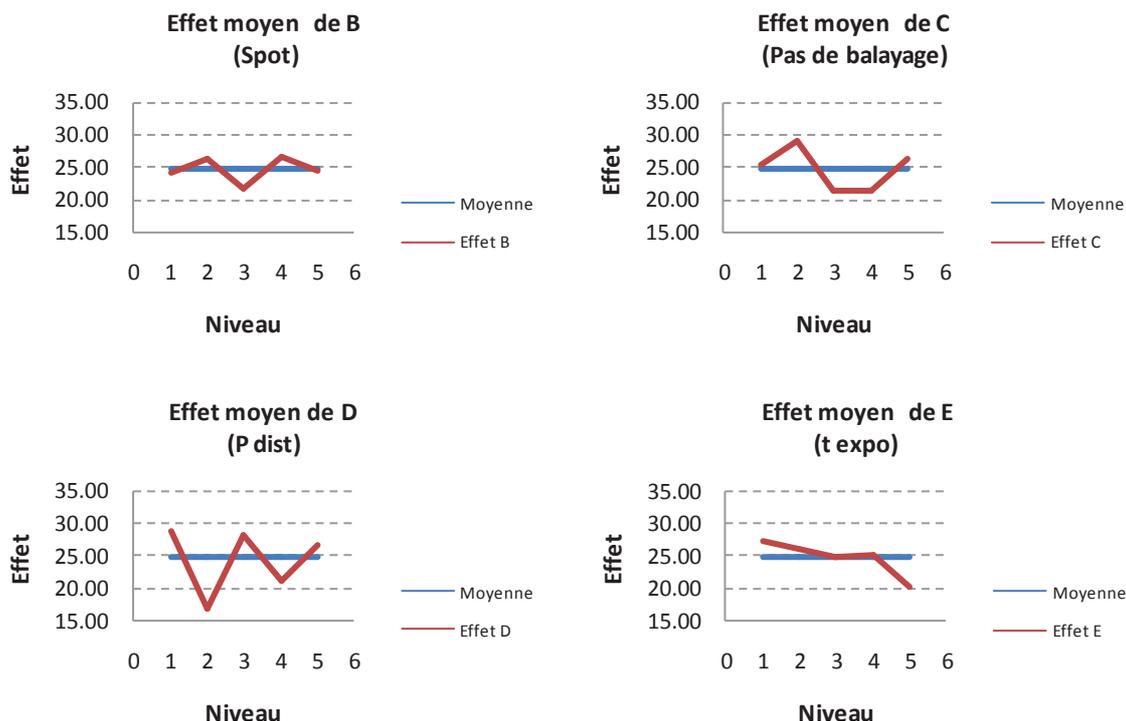


Figure 46 Graphs des effets du plan L25 appliqué au CoCrMo cas de la rugosité

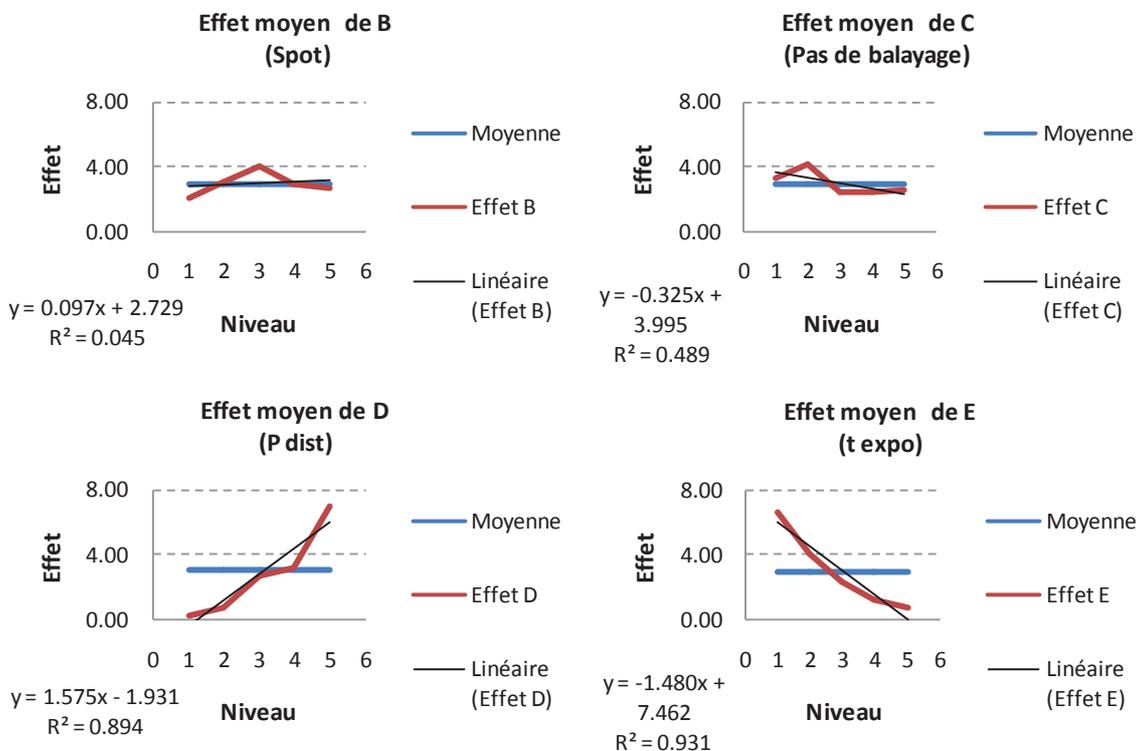


Figure 47 Graphs des effets du plan L25 appliqué au CoCrMo cas de la porosité

Dans le cas du CoCrMo (Figure 47), il apparaît que seulement 2 paramètres tels que le P_{dist} et le t_{expo} influent significativement le résultat de manière linéaire. La taille de spot ainsi que

le pas de balayage quant à eux n'offrent qu'un effet limité compte tenu de la faible variation paramétrique. De plus, la linéarité de l'effet des paramètres est confirmée ce qui permet de diminuer le nombre de niveaux et de pouvoir tenir compte des interactions. Enfin il apparait que lorsque la valeur du t_{expo} augmente et la valeur du P_{dist} diminue, le taux de porosité tend à diminuer.

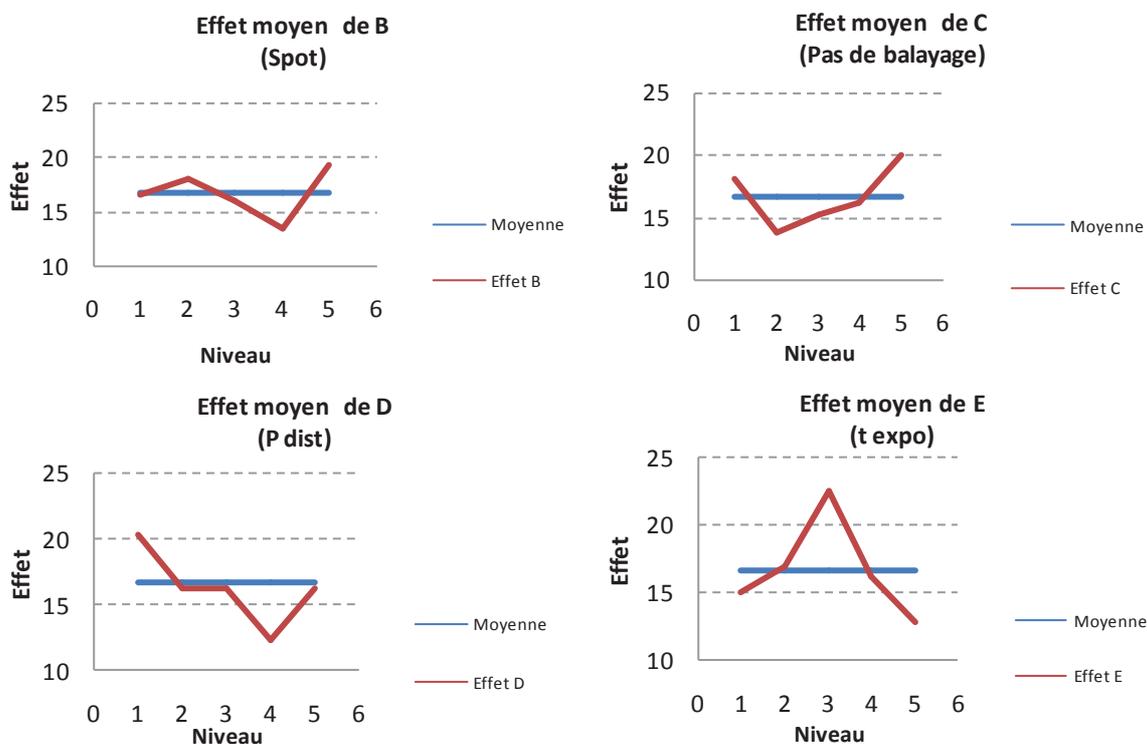


Figure 48 Graphs des effets du plan L25 appliqué au T40 cas de la rugosité

Dans le cas du titane T40 (Figure 49), 3 paramètres apparaissent comme influant sur la moyenne de la porosité. Cette tendance est observable sur les graphs des effets de la Figure 49.

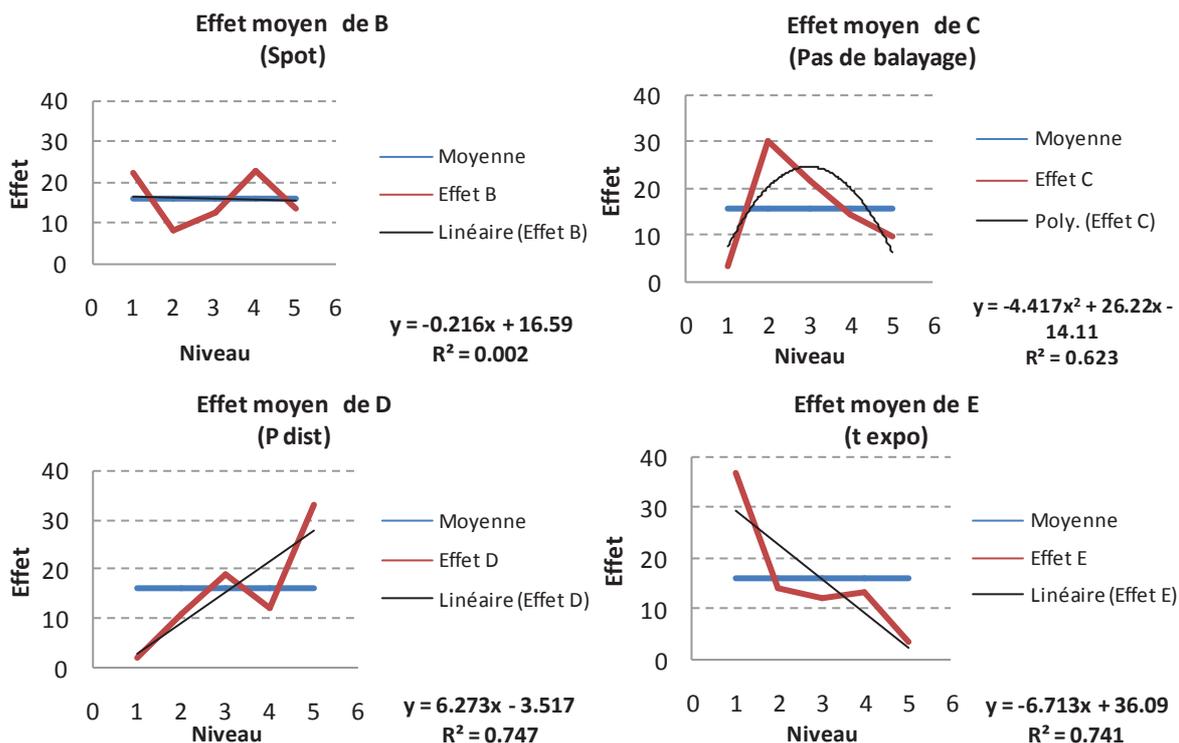


Figure 49 Graphs des effets du plan L25 appliqué au T40 cas de la porosité

De la même manière que pour le CoCrMo les tendances sont similaires pour le P_{dist} et le t_{expo} auxquelles vient se rajouter la taille du spot. Cependant l'influence de la taille du spot ne semble pas linéaire en vue du graphique de l'effet moyen de C. Cette effet non linéaire mis en évidence est peut être lié à la morphologie de la poudre plutôt irrégulière.

Mais à cette étape, la contribution de chaque paramètre n'est pas encore établi. Pour ce faire, une étape supplémentaire est alors nécessaire au travers de l'analyse de la variance.

I 3. Impact des principaux paramètres

La quantification de l'impact de chaque paramètre est effectuée grâce à l'étude de la variance par comparaison de la variance de chaque essai à la variance théorique de l'ensemble. La première colonne synthétise les paramètres testés avec en plus le facteur RES correspondant au résiduel et T, la somme totale. Puis est représenté le facteur S(i) correspondant à la somme carré des paramètres au niveau (i) qui est principalement utilisé pour déterminer le pourcentage de la contribution du paramètre sur la réponse en colonne (%). Enfin est quantifié le degré de liberté du paramètre identifié (colonne dll) et V la variance. Les deux dernières colonnes correspondent enfin au test de Fisher Snedecor qui a pour objectif de vérifier par un test probabiliste la signification d'un paramètre. Le test est basé sur la comparaison de la valeur théorique à celle de l'essai concerné (cf. annexe). Le

seuil de confiance est fixé à 80%, la valeur pour une série de 4 paramètres du test de Fisher Snedecor $F_{St\ Prob}=1,92$ lorsque la valeur du Fisher expérimental F_{exp} est inférieur ($F_{St\ Prob} > F_{exp}$) alors le paramètre n'est pas significatif.

Tableau 14 Etude de la variance de la rugosité du CoCrMo

Etude de la variance rugosité CoCrMo						Prob	0.8
Sources	S (i)	%	ddl	V	F exp	F St Prob	Signification
B (Spot)	79	5.4	4	20	0.32	1.92	Non
C (Pas de balayage)	220	15.0	4	55	0.90	1.92	Non
D (P dist)	540	36.7	4	135	2.19	1.92	Oui
E (t expo)	141	9.6	4	35	0.57	1.92	Non
RES	492	33.4	8	62			
T	1472	100.0	24				

Tableau 15 Etude de la variance de la porosité du CoCrMo

Etude de la variance porosité CoCrMo						Prob	0.8
Sources	S (i)	%	ddl	V	F exp	F St Prob	Signification
B (Spot)	10	2.7	4	3	0.20	1.92	Non
C (Pas de balayage)	11	2.8	4	3	0.21	1.92	Non
D (P dist)	140	36.6	4	35	2.69	1.92	Oui
E (t expo)	118	30.7	4	29	2.26	1.92	Oui
RES	104	27.2	8	13			
T	383	100.0	24				

Dans le cas de l'alliage CoCrMo (Tableau 15), il apparait que $\approx 70\%$ du procédé est expliqué par 2 paramètres (P_{dist} et t_{expo}) et que $\approx 30\%$ restent inexpliqué en l'état. Le test statistique permet donc d'affirmer qu'avec un seuil de confiance de 80% seuls ces deux paramètres sont significatifs.

Dans les Tableau 16 et Tableau 17 sont présentée l'analyse appliquée au titane T40 pour le cas de la rugosité et le taux de porosité.

Tableau 16 Etude de la variance de la rugosité du titane T40

Etude de la variance rugosité Titane T40						Prob	0.8
Sources	S (i)	%	ddl	V	F exp	F St Prob	Signification
B (Spot)	97	13.2	4	24	1.88	1.92	Non
C (Pas de balayage)	117	16.0	4	29	2.29	1.92	Oui
D (P dist)	161	22.0	4	40	3.14	1.92	Oui
E (t expo)	254	34.7	4	64	4.95	1.92	Oui
RES	103	14.0	8	13			
T	732	100.0	24				

Tableau 17 Etude de la variance de la porosité du titane T40

Etude de la variance porosité Titane T40						Prob	0.8
Sources	S (j)	%	ddl	V	F exp	F St Prob	Signification
B (Spot)	811	8.1	4	203	1.23	1.92	Non
C (Pas de balayage)	2199	22.0	4	550	3.33	1.92	Oui
D (P dist)	2642	26.4	4	661	4.01	1.92	Oui
E (t expo)	3038	30.3	4	759	4.61	1.92	Oui
RES	1319	13.2	8	165			
T	10009	100.0	24				

Dans ce cas, il apparaît que $\approx 80\%$ du procédé est expliqué par 3 paramètres (P_{dist} , t_{expo} et le pas de balayage) et qu'ils sont tous trois significatifs avec le seuil de confiance de 80%. La partie inexpliquée « résiduel » est plus faible que pour le CoCrMo avec un taux de $\approx 15\%$ et la taille de spot (apparaissant comme non significatif), contribue tout de même pour 8%. Ainsi, la partie résiduelle se voit augmenter pour atteindre $\approx 23\%$ se rapprochant ainsi du résiduel du CoCrMo.

Une partie du résiduel peut correspondre aux propriétés des précurseurs utilisés. Ainsi, des différences de comportement dues à la granulométrie plutôt dispersée des matériaux précurseurs donneraient des résultats non homogènes. De plus, la morphologie des poudres donne des propriétés optiques différentes, modifiant les phénomènes d'interaction avec le rayonnement laser.

Après avoir effectué l'étude de la variance il est possible enfin de déterminer une loi permettant de prédire le taux de porosité en écartant les paramètres peu influents. Chaque loi peut être définie de la même façon quelque soit le matériau considéré avec pour premier terme la moyenne des essais puis chaque effet par niveau des paramètres influant (Équation 11 et Équation 13).

Équation 10 Estimation de la rugosité pour le CoCrMo après analyse de la variance

$$\hat{Y}_{CoCrMo}^{Rugosité} = 24,8 + \begin{bmatrix} 4 \\ -8 \\ 3,4 \\ -3,5 \\ 2 \end{bmatrix} D$$

Équation 11 Estimation du taux de porosité pour le CoCrMo après analyse de la variance

$$\hat{Y}_{CoCrMo}^{Porosité} = 3,02 + \begin{bmatrix} -2,72 \\ -2,24 \\ -0,29 \\ 0,21 \\ 3,93 \end{bmatrix} D + \begin{bmatrix} 3,66 \\ 1,10 \\ -0,66 \\ -1,82 \\ -2,29 \end{bmatrix} E$$

Équation 12 Estimation de la rugosité pour le T40 après analyse de la variance

$$\hat{Y}_{T40}^{Rugosité} = 16,6 + \begin{bmatrix} 1,4 \\ -2,8 \\ -1,4 \\ -0,4 \\ 3,4 \end{bmatrix} C + \begin{bmatrix} 3,6 \\ -0,4 \\ -0,4 \\ -4,4 \\ -0,4 \end{bmatrix} D + \begin{bmatrix} -1,6 \\ 0,2 \\ 5,8 \\ -0,4 \\ -3,8 \end{bmatrix} E$$

Équation 13 Estimation du taux de porosité pour le T40 après analyse de la variance

$$\hat{Y}_{T40}^{Porosité} = 15,95 + \begin{bmatrix} -12,62 \\ 14,44 \\ 5,73 \\ 1,46 \\ -6,09 \end{bmatrix} C + \begin{bmatrix} -13,87 \\ -5,09 \\ 2,77 \\ -3,96 \\ 16,93 \end{bmatrix} D + \begin{bmatrix} 20,73 \\ -1,74 \\ -3,90 \\ -2,77 \\ -12,32 \end{bmatrix} E$$

Ainsi, en effectuant la somme des effets de chaque niveau sélectionné à la moyenne une valeur estimative peut être déterminée du taux de porosité.

Enfin, l'analyse réalisée avec la méthode des plans d'expériences montre qu'il est possible de maîtriser le taux de porosité de deux matériaux métalliques en contrôlant les paramètres opératoires (P_{dist} , t_{expo} , pas de balayage). L'étude met en évidence que les matériaux ne réagissent pas de la même façon au rayonnement laser en générant des pièces avec des propriétés différentes. Cette méthode permet alors de déterminer une cartographie des paramètres les plus influents selon les objectifs visés. La table L8 est appliquée par la suite afin d'affiner l'effet des paramètres et valider ainsi les tendances observées précédemment. Il apparaît bien que la taille de spot n'a pas un effet notable tandis que le pas de balayage, la distance entre les points (P_{dist}) et le temps d'exposition (t_{expo}) ont un impact sur la moyenne. Ainsi, il apparaît qu'avec les 3 paramètres influant, en limitant le nombre de niveaux (2), il est possible de contrôler le taux de porosité des structures nouvellement élaborées.

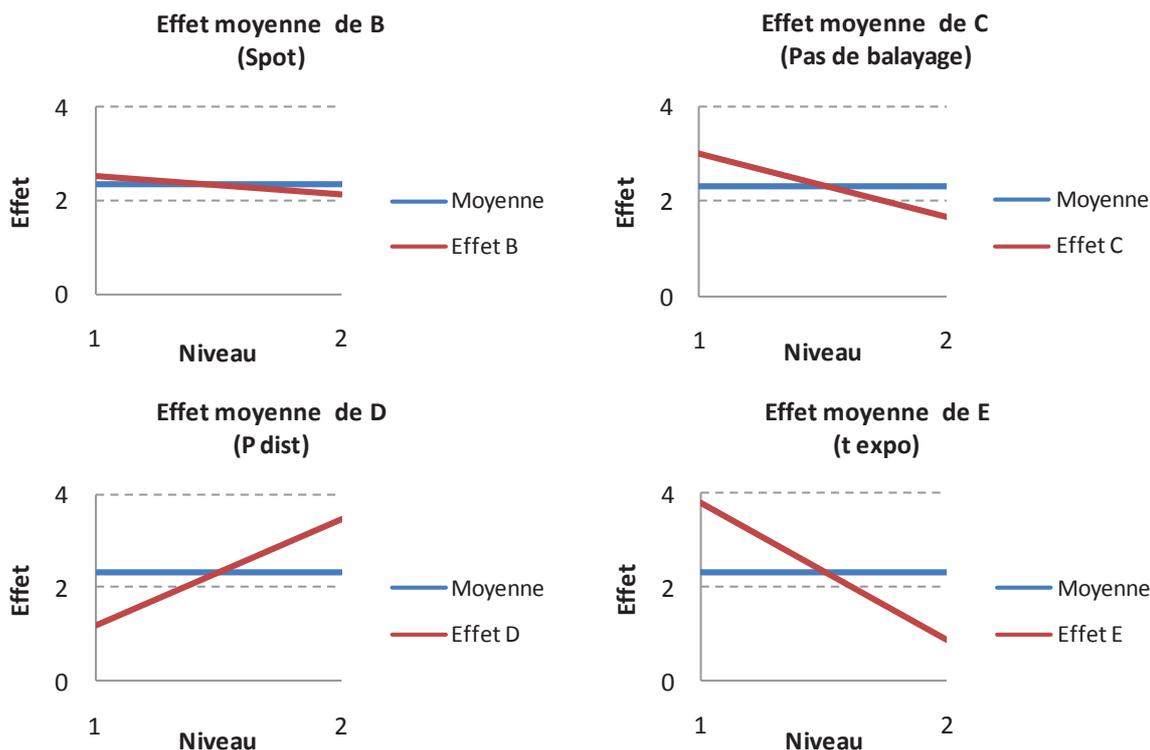


Figure 50 Graph des effets du plan L8 appliqué au CoCrMo

Afin de compléter les caractéristiques des échantillons pour répondre à l'objectif principal de réalisation d'un implant l'état de surface et les structures métallographiques sont des propriétés importantes qu'il est nécessaire d'évaluer.

I 4. Caractérisation des échantillons

Dans un premier temps, la surface des échantillons va être observée pour évaluer la surface qui sera en contact intime avec le corps humain. Pour ce faire, des observations MEB permettent de d'apprécier la morphologie des constituants mettent en évidence une apparence rugueuse. Il apparait très nettement que des particules infondues sont agglomérées à la surface des échantillons laissant apparaître des particules. La Figure 51 présente les états généralement observés de surfaces des deux matériaux utilisés, le CoCrMo avec des particules fines plutôt sphériques et le titane avec des particules plutôt irrégulières.

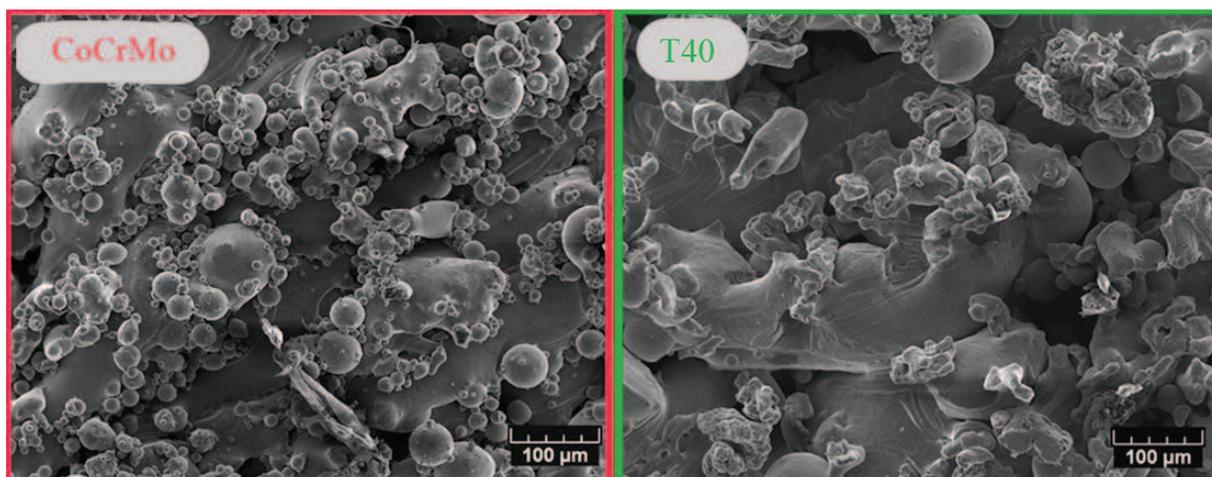


Figure 51 Image MEB de la surface des échantillons CoCrMo et T40

D'un point de vue structurel, les structures extrêmes (de la structure la plus dense à la plus poreuse) générées par le passage du laser sont observables Figure 52. L'empilement de couches successives constituées de cordons fondus forme à terme une structure plus ou moins homogène selon les paramètres sélectionnés et donc la qualité de fusion des couches. Plusieurs taux de porosité peuvent alors être mesurés selon les conditions de traitement (Figure 52).

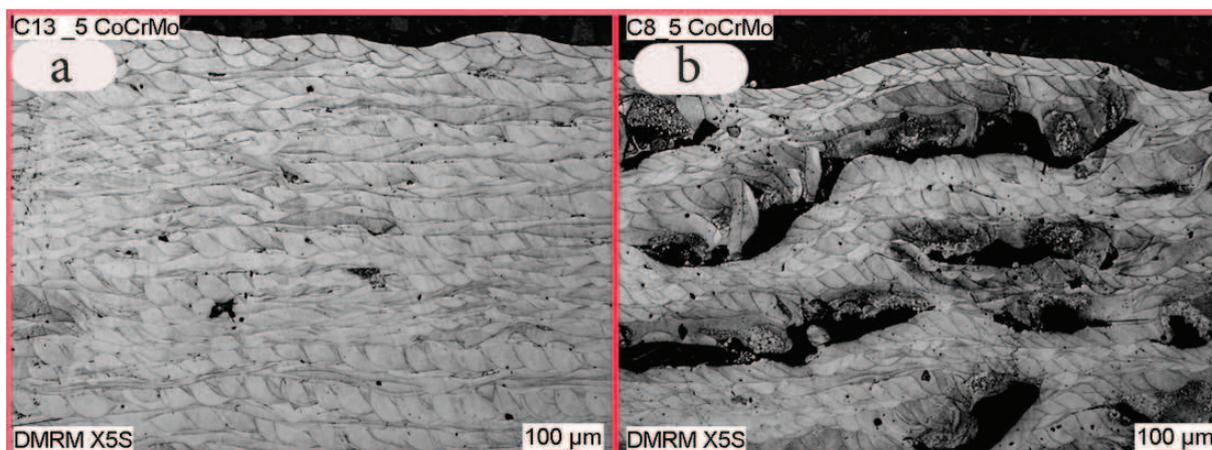


Figure 52 Structure observée par microscopie optique du CoCrMo (cube 13 et cube 8) a) dense et b) poreux

Dans le cas du titane T40, la structure engendrée par l'empilement de couches est plus difficile à observer (Figure 53) que dans le cas du CoCrMo. Les propriétés thermiques expliquent certainement les différences de comportement du titane lors de son irradiation qui par des phénomènes de préférence de germination « épitaxie » ne permet pas d'observer les cordons de fusion [119]. Des dendrites typiques de la structure titane α sont tout de même observables.

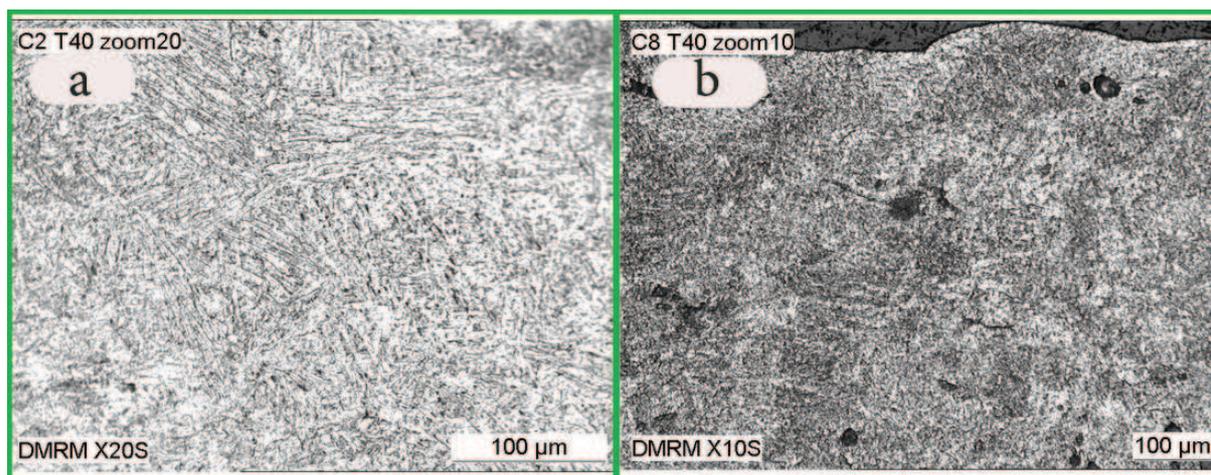


Figure 53 Structure observée par microscopie optique du T40 (cube 2 et cube 8) a) dense et b) poreux

Plus en profondeur, l'étude des porosités met aussi en évidence des agglomérats observables à l'intérieur de celles-ci et piégés dans la pièce. La Figure 54 présente des clichés MEB observant l'intérieur des porosités du CoCrMo. Des particules initiales parfaitement sphériques peuvent alors être identifiées.

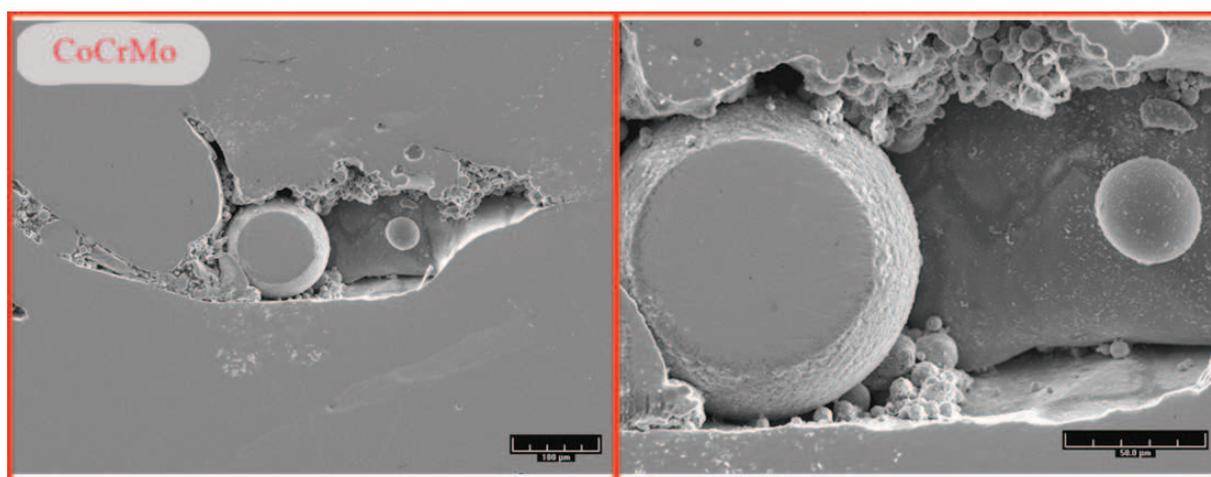


Figure 54 Cliché MEB d'une porosité mettant en évidence des agglomérats de poudre

Selon les phénomènes thermiques mis en jeu lors des différents essais, une interprétation est possible aussi selon les phases structurales mesurées au sein du matériau par analyse par diffraction des rayons X [120]–[124]. Une première approximation des champs de température et de refroidissement peut alors être estimée. La Figure 55 présente les diffractogrammes de rayons X du CoCrMo et permet de comparer la poudre aux échantillons traités par laser du plus faible au plus fort niveau énergétique. Ainsi, les échantillons C1, C10 et C23 sont analysés puis présentés ci-dessous.

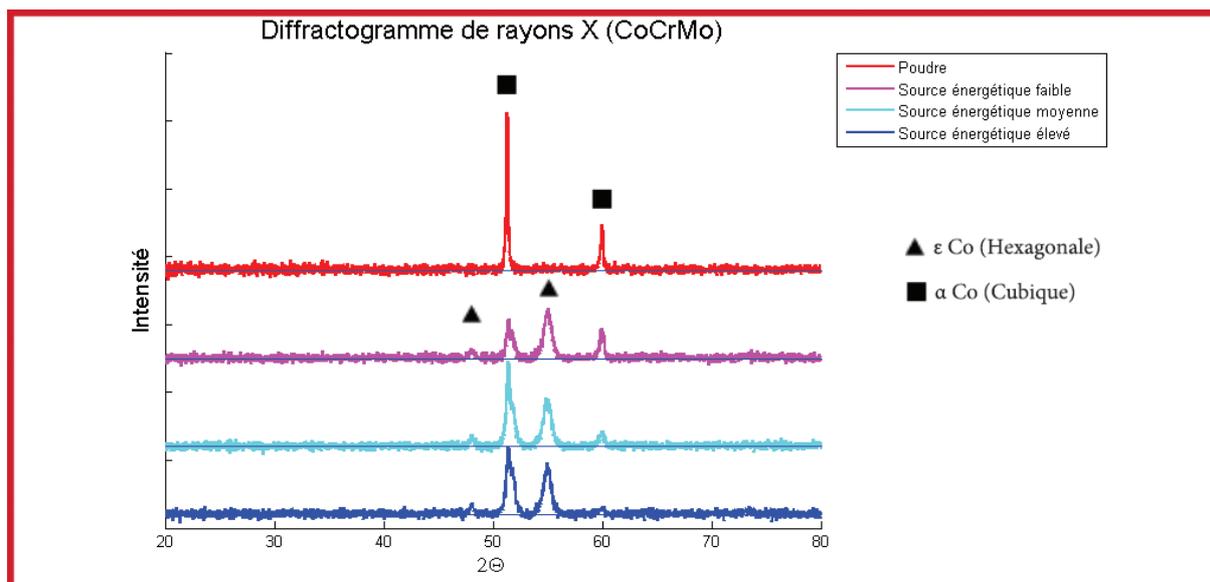


Figure 55 Diffractogrammes de rayons X de la poudre et de différents échantillons de CoCrMo

A la vue des clichés, il est à remarquer que deux structures différentes apparaissent. La poudre présente exclusivement une structure cubique (α Co). Les échantillons quant à eux présentent deux phases, la phase (α Co) et une nouvelle structure hexagonale (ϵ Co) (Figure 56).

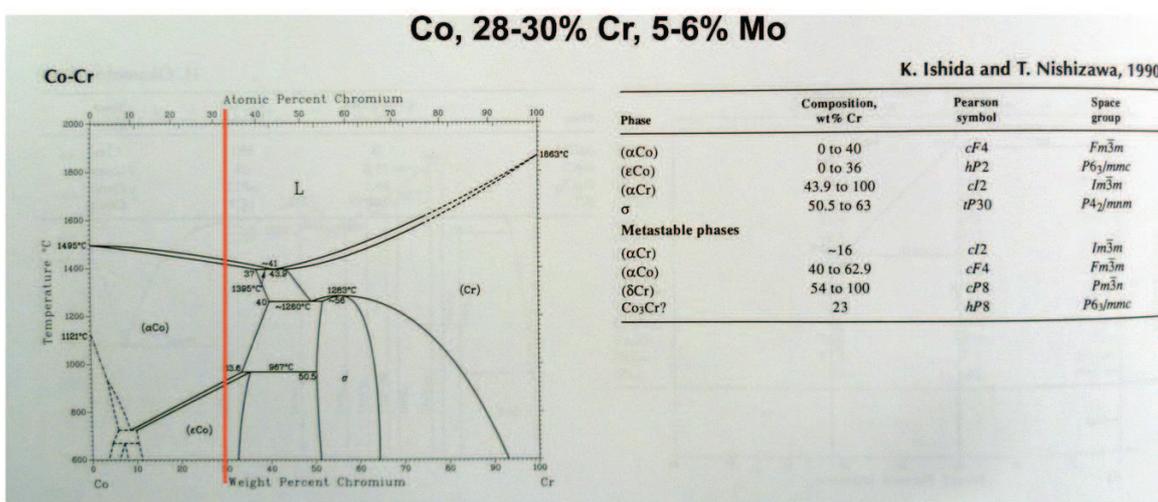


Figure 56 Diagramme de phase du Co-Cr [120]

Les propriétés structurales de la poudre peuvent certainement s'expliquer par le refroidissement rapide imposé lors de leur mise en forme par atomisation. Dans le cas des cordons et donc après traitement laser, l'apparition d'une nouvelle phase hexagonale (ϵ Co) témoigne plutôt d'une transformation à basse température de l'alliage. De plus, il apparaît que lorsque l'énergie délivrée par le laser est élevée, la phase se formant à plus haute température (α Co) semble moins présente dans l'alliage. Un équilibre du surplus d'énergie, après la fusion de la matière, semble alors s'opérer au sein du matériau pour se dissiper

progressivement au cours du processus de refroidissement (vitesse de refroidissement relativement lente).

Dans le cas du titane, la Figure 57 présente les différentes structures cristallographiques du matériau selon la température. Deux domaines se distinguent alors fortement :

- au-dessus de 882°C, et jusqu'à sa température de fusion (1670°C), le titane pur présente une structure stable à de type cubique centrée (0,332 nm de paramètre cristallin) appelée phase β ,
- au-dessous de 882°C (et donc au voisinage de l'ambiante), une autre structure de type hexagonale pseudo-compacte (appelée phase α), de paramètres $a = 0,295$ nm et $c = 0,468$ nm se développe.

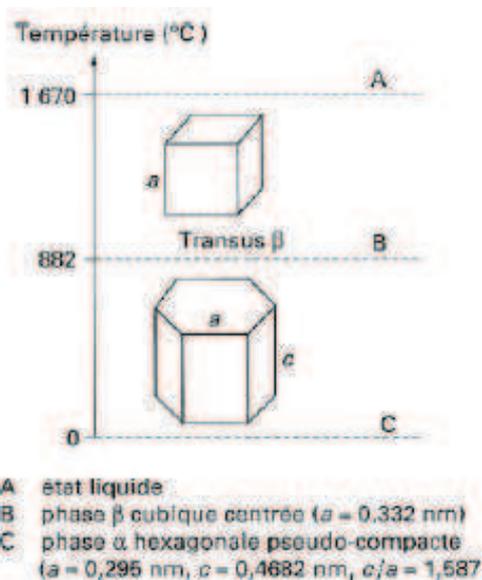


Figure 57 Cristallographie du titane [125]

Appliquée au titane T40, l'analyse DRX (Figure 58) a donc permis de mettre en évidence que la poudre analysée ainsi que les différents cordons élaborés apparaissent relativement homogènes avec une structure hexagonale majoritaire de type α Ti [57], [126]. Cependant, il apparaît que l'intensité des pics ($2\theta = 45^\circ$ et $2\theta = 47^\circ$) est inversée entre la poudre initiale et la matière transformée, ce qui laisse supposer peut être une orientation privilégiée de la matière lors de sa mise en forme. De plus, il apparaît nettement que lorsque l'énergie laser est élevée, l'organisation structurale semble plus efficiente.

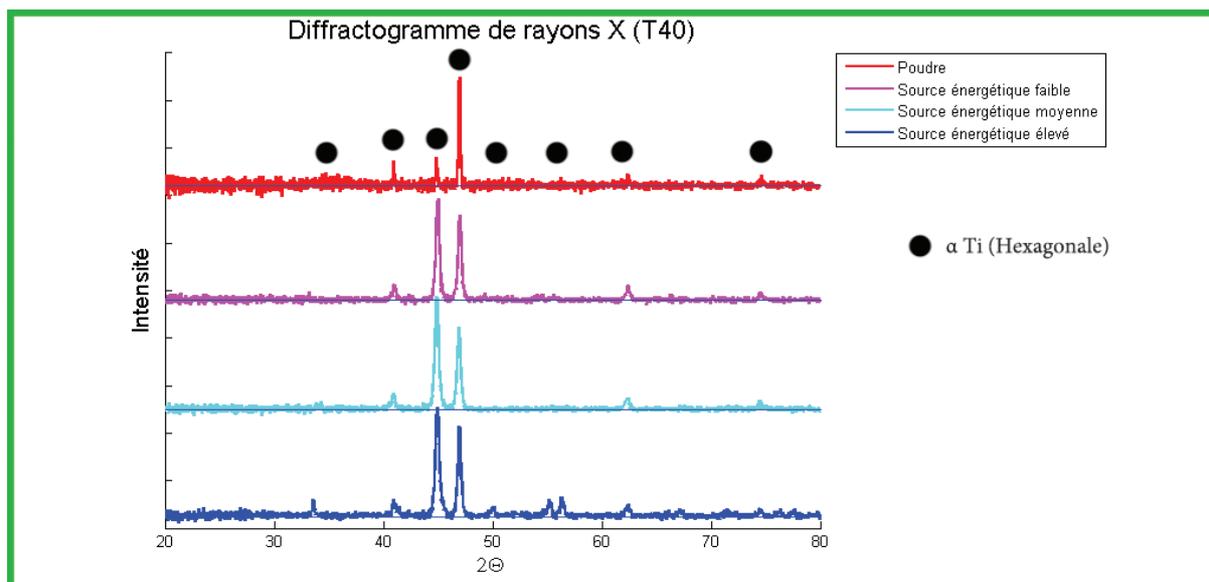


Figure 58 Diffractogrammes de rayons X de la poudre et de différents échantillons de titane T40

Conclusion

Cette étude met en évidence qu'il est possible de contrôler le taux de porosité des pièces fabriquées en SLM au travers de la maîtrise des paramètres opératoires. Le contrôle du taux de porosité étant une étape avant la maîtrise des propriétés mécaniques finales d'un système composé de structures mixtes, cette démarche alors s'impose d'elle-même lors de la mise en œuvre. L'application de la méthode TAGUCHI montre de façon générale que 3 paramètres (pas de balayage, P_{dist} et t_{expo}) sont principalement influant et expliquent près de 70% du procédé pour contrôler le taux de porosité. Ainsi, il est possible de démontrer la fiabilité du procédé pour la réalisation de pièces réelles telles que des implants en garantissant un taux de porosité retenu avec un seuil de confiance égal à 80%.

La génération des pièces couche par couche engendre des structures visibles d'empilement de cordons fusionnés de matière juxtaposés les uns au dessus des autres. Les structures engendrées par la méthode de mise en forme par fusion laser sur lit de poudre génèrent plutôt des structures de phase se formant à des températures élevées. La vitesse de refroidissement se voit donc être relativement élevée mais n'est pas homogène pour autant compte tenu des orientations privilégiées observables et caractéristiques des phases se formant plutôt à des températures plus faibles. L'aspect thermique apparaît donc comme un facteur primordial à la maîtrise et la compréhension du procédé.

Chapitre IV

Modélisation et compréhension de l'interaction laser matière

Ce chapitre présente une modélisation permettant de visualiser les phénomènes mis en jeu lors de l'irradiation du faisceau laser sur un lit de poudre. Ainsi, il est possible de visualiser l'effet des paramètres opératoires intégrés dans le modèle sur les températures atteintes. De plus, le modèle permet de visualiser les effets d'une source thermique sur la matière tout en permettant d'observer l'évolution des phénomènes thermiques à des échelles temporelles inenvisageables dans la réalité. Une définition du modèle est proposée enfin suivi de son application sur le titane pur avec confrontation des résultats réels par caméra thermique.

I) Modélisation numérique

La modélisation s'effectue à l'aide du logiciel ANSYS Fluent basé sur un calcul par éléments finis. Ce logiciel intégrant de nombreux modèles numériques peut faire face à divers aspects de la mécanique des fluides. Dans cette étude, la simulation se limitera au transfert de chaleur et la modélisation du comportement du matériau.

I 1. Définition du modèle

Le modèle est constitué d'une source de chaleur symbolisant l'irradiation laser et d'une pièce intégrant le lit de poudre.

I 1 a. Modélisation de l'irradiation laser

Le laser se déplaçant à la surface de la pièce peut être modélisé par un flux de chaleur. Afin de se rapprocher au mieux de la réalité, la source de chaleur intègre la répartition du flux sous forme d'une gaussienne. Un coefficient R_t traduit le taux d'absorption qui sera fixé à une réduction de 20% du flux total ($R_t=0,8$) [101].

Équation 14 Formule générale du flux de chaleur intégrant le coefficient d'absorption

$$f_{(r)} = R_t \cdot \Phi_0 \cdot e^{\left(-\frac{r^2}{2 \cdot \sigma^2}\right)}$$

La Figure 59 représente la répartition d'énergie sous forme gaussienne avec deux diamètres de spot différents. Lorsque le diamètre de la tache diminue, la hauteur de crête de la fonction se voit fortement augmentée, ce qui induit une énergie plus concentrée au centre du spot. Inversement, lorsque le diamètre de la tache est plus important une répartition plus homogène de l'énergie se dessine. Cependant, il apparaît que la zone effective à $0,025\text{W}/\mu\text{m}^2$ (correspondant au diamètre de la répartition d'énergie), est moins sensible par le changement de diamètre en approchant les $100\ \mu\text{m}$ dans les deux cas.

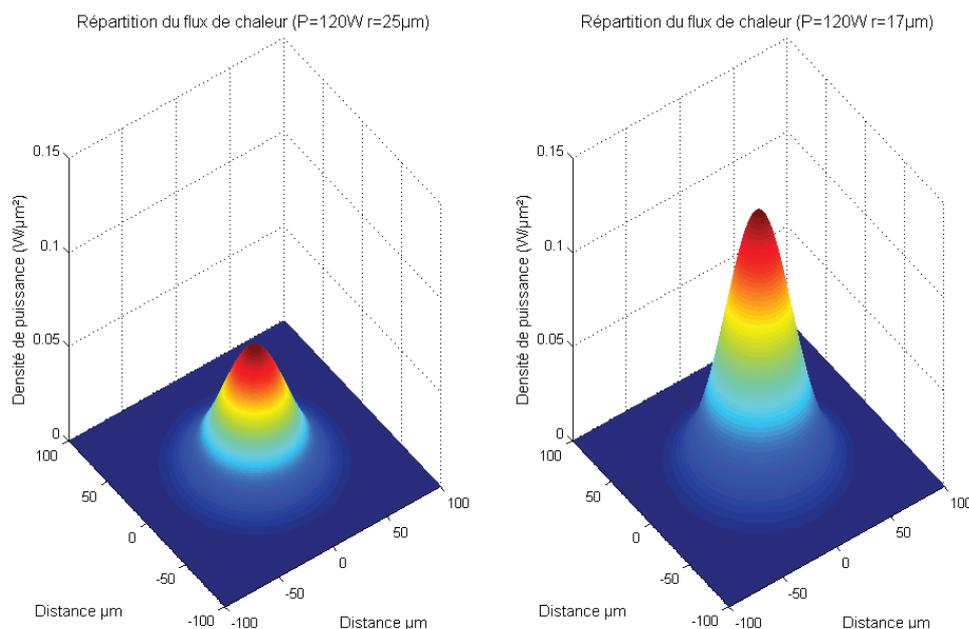


Figure 59 Représentation du flux de chaleur selon le rayon de spot considéré

Le déplacement de la source de chaleur est une étape clef afin de traduire au mieux la réalité. Ainsi, afin de contrôler le déplacement de cette source de chaleur, un programme en C++ est interprété dans Fluent avec comme variable principale le temps. Dans ce programme, il est défini la source de chaleur (gaussienne) et le déplacement de cette source sur la surface avec les paramètres machines (P_{dist} , t_{expo}) comme variables. Ce flux de chaleur est appliqué sur la limite supérieure de la pièce.

I 1 b. Modélisation de la pièce

La pièce, sur laquelle est appliqué le flux, est constituée dans la réalité d'une partie massique et d'un lit de poudre de $50\ \mu\text{m}$ d'épaisseur. Afin de modéliser ces deux parties, deux géométries distinctes sont définies avec des propriétés de conduction thermique et de densité différentes. La Figure 60 présente les conditions limites du modèle avec les faces gauche, dessous, droite respectant les propriétés de conduction (matière/matière) et la surface supérieure respectant les conditions de convection (matière/air). La surface de

contact entre les deux parties (lit de poudre et pièce massive) est considérée comme commune.

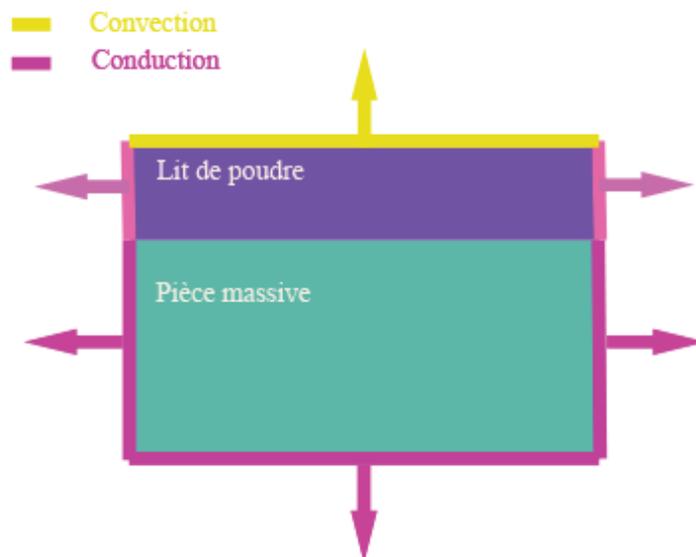


Figure 60 Conditions limite du modèle

Le maillage (Figure 61) est constitué ensuite de mailles de $10\ \mu\text{m}$ de côté pour le lit de poudre afin de correspondre à 4 mailles pour la source thermique et ainsi avoir une bonne résolution. Un maillage évolutif dans la pièce massive de $10\ \mu\text{m}$ à $100\ \mu\text{m}$ pour les extrémités basses de la pièce est choisi afin de diminuer le temps de calcul tout en conservant dans la partie supérieure une bonne résolution.

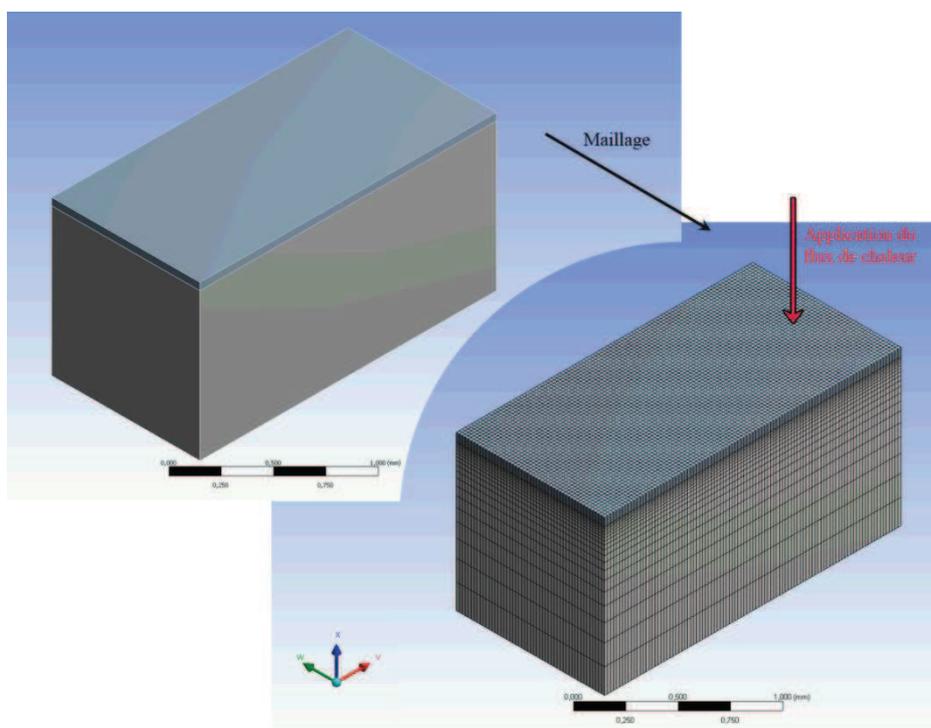


Figure 61 Définition du maillage du modèle numérique

Les propriétés physiques utilisées dans le modèle sont celles du titane pur. Ainsi, une densité de $\rho_{massive} = 4520 \text{ kg/m}^3$ est considérée pour la partie massive de la pièce et une densité moindre mesurée de $\rho_{poudre} = 2400 \text{ kg/m}^3$ pour le lit de poudre. En effet, pour un même volume de matière massive le poids est presque 2 fois plus faible ce qui induit une densité de poudre de $\rho_{poudre} \approx \frac{1}{2} \cdot \rho_{massive}$. Enfin, la conduction thermique est fonction de la température tout comme la chaleur spécifique. Pour cela une représentation graphique est donc proposée en Figure 62.

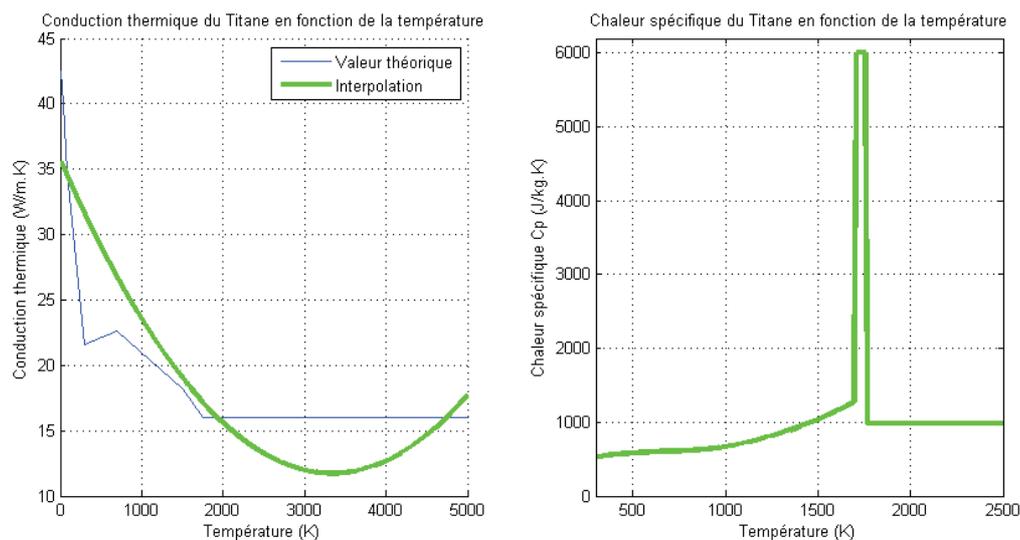


Figure 62 Conduction thermique et chaleur spécifique du titane T40 en fonction de la température

La conduction thermique selon la température diminue dans l'intervalle d'utilisation [300 K : 1800 K] pour ensuite remonter au delà. Pour intégrer cette évolution dans le modèle numérique, des coefficients de polynômes sont utilisés dans la définition des propriétés thermiques du matériau. La chaleur latente de fusion quant à elle ne peut pas être intégrée directement dans le modèle numérique qui ne donne pas la possibilité de tenir compte de ce paramètre. En revanche, la chaleur spécifique peut tenir compte de ce changement d'état de solide à liquide. Dans l'intervalle de température où la matière est solide, la valeur de Cp évolue de manière à atteindre $C_p = 1300 \text{ J/kg.K}$ sur la plage de températures variant de 300 K à 1700 K (température de fusion). Puis il est possible de tenir compte du passage de l'état solide à l'état liquide en imposant, de 1700 K à 1760 K, une valeur de $C_p = 6000 \text{ J/kg.K}$ et ainsi permette d'intégrer, dans cet intervalle, la chaleur latente de fusion du titane de $L_f = 36 \text{ KJ/kg}$. Ainsi, dans le modèle numérique de Fluent, par interpolation linéaire par morceaux, la chaleur spécifique et la chaleur latente de fusion sont intégrées. Cela permet ainsi de suivre l'évolution des températures atteintes et d'observer l'évolution du flux de chaleur dans la pièce de façon la plus cohérente possible.

1 2. Application du modèle

L'application du modèle est fonction du temps. Ainsi, pour contrôler précisément la cinématique, il faut tenir compte de la durée d'un cycle. Pour ce faire, un cycle a été défini par l'irradiation d'un point (t_{expo}) associée à un déplacement entre points de façon à définir un motif qui sera démultiplié sur la surface. L'Équation 15 permet de calculer selon les paramètres opératoires P_{dist} et t_{expo} la durée d'un cycle.

Équation 15 Durée d'un cycle de simulation

$$Cycle = t_{expo} + \frac{p_{dist}}{V_x} \quad (s)$$

Afin de vérifier la justesse du modèle en ce qui concerne le déplacement de la source de chaleur selon les paramètres opératoires plusieurs, plusieurs simulations ont été réalisées. La Figure 63 présente l'application d'une source de chaleur pendant un temps défini correspondant au t_{expo} à la surface de la pièce sans déplacement. Une vue de la surface supérieure permet de visualiser l'élévation de température sous forme de dégradé de couleurs ce qui confirme bien la répartition du flux de chaleur sous la forme d'une gaussienne respectant les échelles réelle. De plus, une vue en coupe permet d'observer la pénétration du flux thermique dans la matière qui semble très localisé sur l'extrême surface ($\approx 20\mu m$).

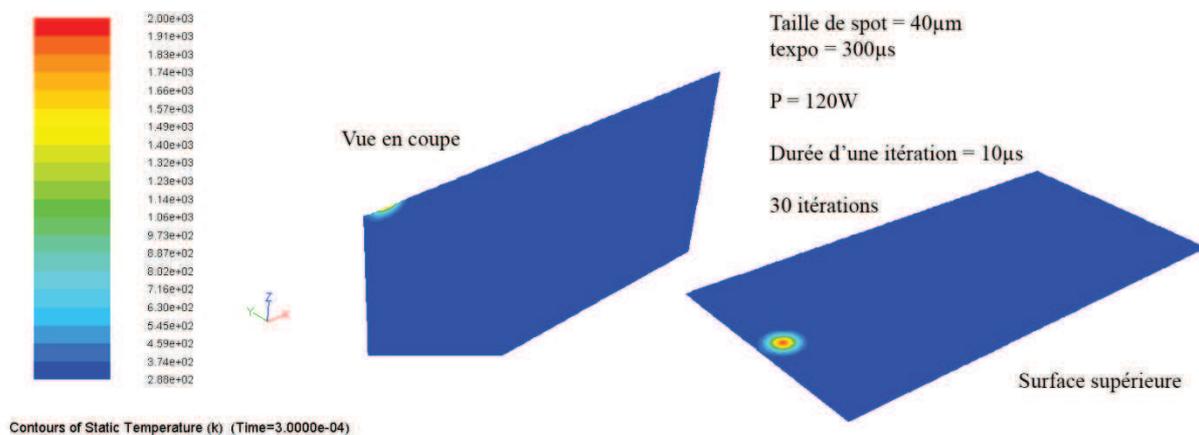


Figure 63 Application du flux de chaleur sans mouvement

Maintenant que la vérification du flux de chaleur est réalisée, il faut montrer que la cinématique de déplacement sur la surface supérieure est correcte. Pour cela l'application du modèle est réalisée avec un P_{dist} élevé de $200 \mu m$ de façon à visualiser clairement les taches d'impacts du flux de chaleur et permette ainsi de valider la bonne interprétation des valeurs paramétriques. Sur la Figure 64, 6 points d'arrêt de la source de chaleur sont observables alors que 8 ont été programmés initialement. Ainsi, les effets de conduction et de refroidissement sont clairement visibles du fait que les premières taches d'impact sont déjà refroidit. De plus, il apparait que la cinématique de déplacement de la source de

chaleur correspond bien aux paramètres opératoires en étant cohérente avec les dimensions programmées. Les observations des phénomènes de diffusion sont évidemment fonction des propriétés thermiques intrinsèques du matériau sélectionné et permettent d'anticiper au mieux le comportement de ce dernier soumis à une source énergétique.

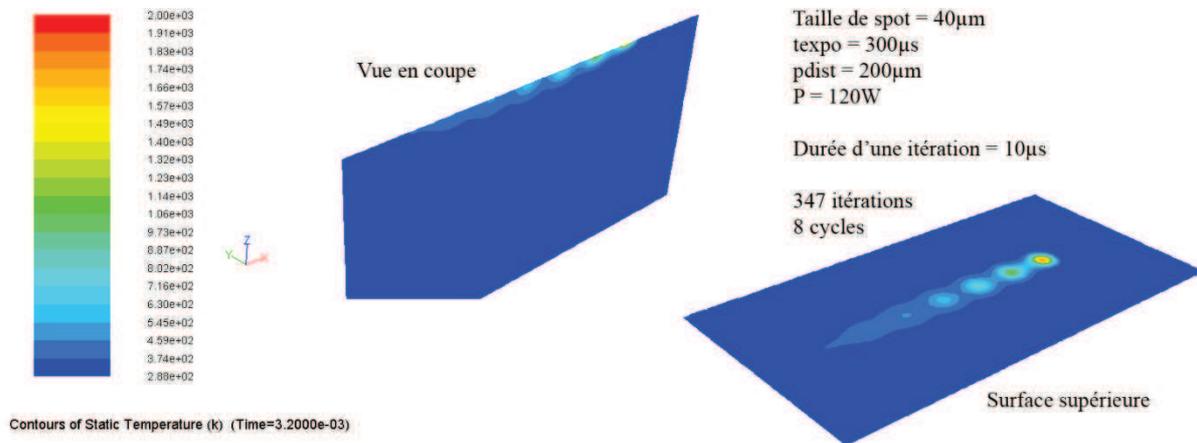


Figure 64 Application du flux de chaleur après 8 cycles

Ainsi, par le biais de ces deux tests, il semble que le mouvement du flux de chaleur induit par le laser peut être correctement simulé au regard des conditions réelles de traitement. Une application concrète des conditions expérimentales de traitement peut donc être envisagée afin de visualiser les modifications induites dans la matière à des échelles inobservables pour le moment.

13. Résultats

Afin de visualiser les effets induits par le laser, deux configurations extrêmes (faible énergie, haute énergie) ont été modélisées dans le cas du traitement du matériau titane pur. Les résultats sont présentés Figure 65 et Figure 66. Une vue de la surface supérieure est (où est appliquée la source de chaleur) et une vue en coupe du matériau sont observables pour permettre l'observation de la pénétration du flux. Afin de comparer les cas, la démarche retenue a été de faire parcourir la même distance par la source de chaleur à la surface de la pièce. Le premier constat qu'il est possible de faire est que pour parcourir une distance de 1,6 mm, une durée de $1,06 \times 10^{-2}$ s est nécessaire dans le premier cas (Figure 65) tandis que seulement $1,56 \times 10^{-3}$ s sont utiles pour le deuxième cas (Figure 66). D'un point de vue énergétique, cela signifie que $\approx 1,3$ J sont transmis à la surface de la pièce pour le premier cas contre seulement $\approx 0,2$ J pour le second.

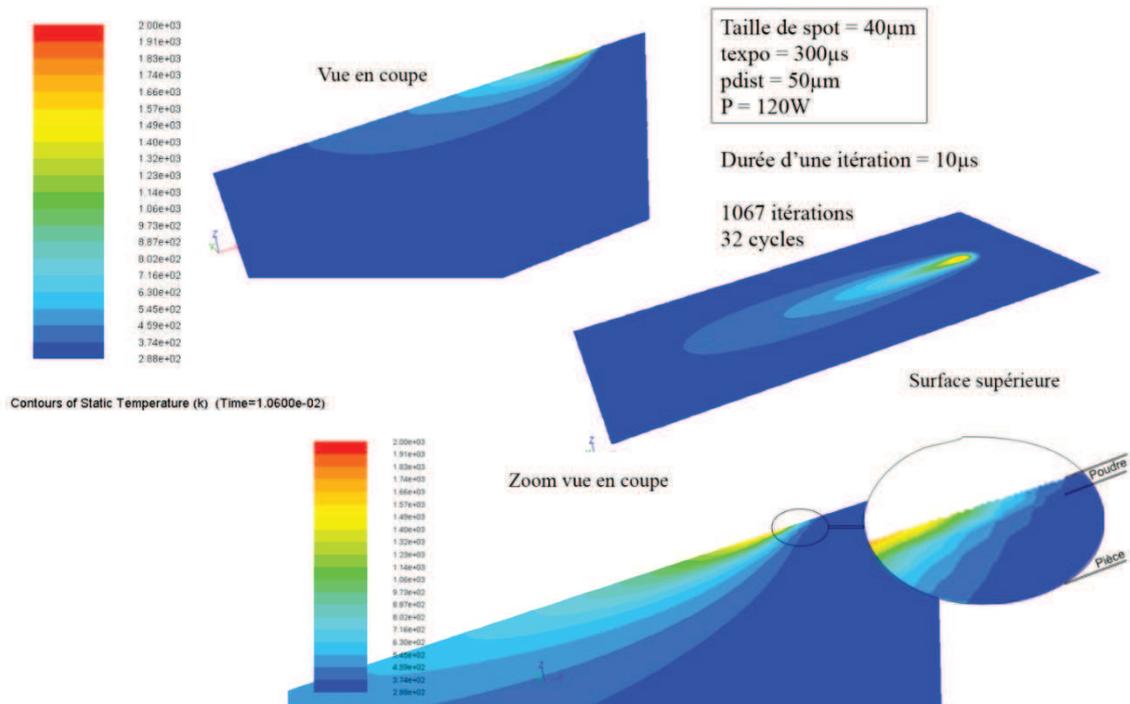


Figure 65 Modèle appliqué ($t_{expo}=300 \mu s$ et $P_{dist}=50 \mu m$) avec une durée de cycle de $1,06 \times 10^{-2} s$

Les propriétés thermiques différentes du lit de poudre et de la partie massive impliquent bien une différence de comportement visible sur l'extrême surface (vue zoomée). Ainsi, l'essentiel du processus thermique et de transformation de la matière reste concentré au sein du lit de poudre. Néanmoins, il est à noter que la zone affectée par les champs de température est plus importante dans le cas le plus énergétique.

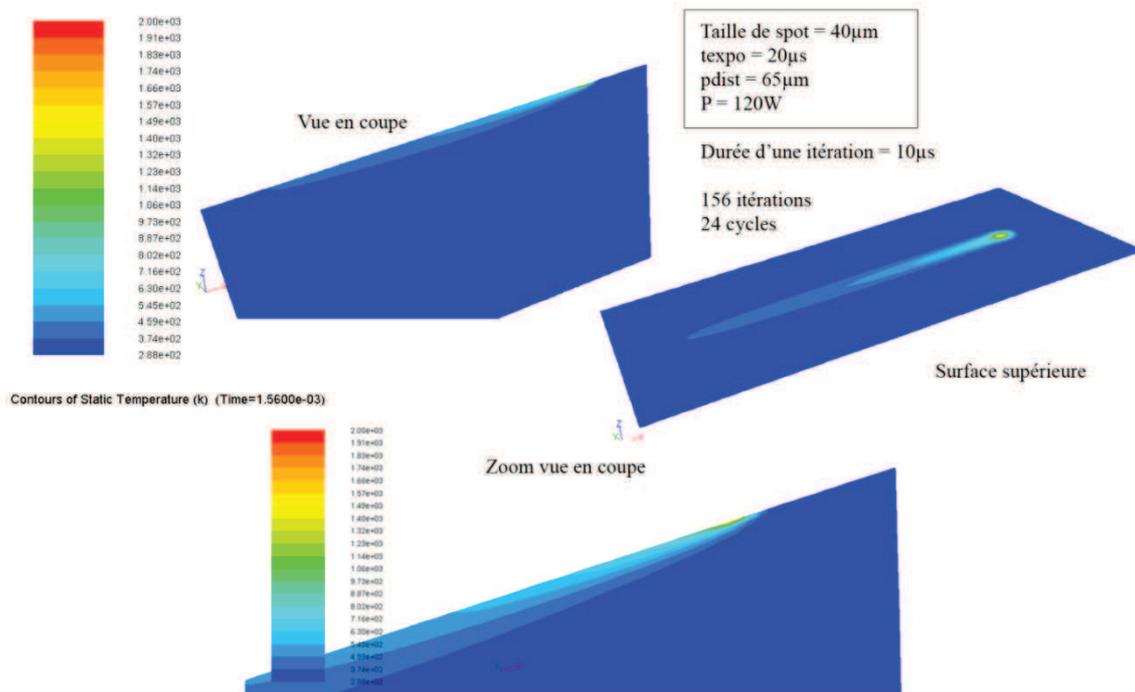


Figure 66 Modèle appliqué ($t_{expo}=20 \mu s$ et $P_{dist}=65 \mu m$) avec une durée de cycle de $1,56 \times 10^{-3} s$

Les deux figures ci-dessus présentent bien la trace laissée par la source de chaleur sur la même distance de traitement. Cependant, suivant les conditions choisies, il apparaît que les comportements thermiques diffèrent fortement. Ainsi, la longueur de la trainée diffère légèrement d'un cas à l'autre variant de 0,8mm dans le premier cas à 0,9mm pour le deuxième cas. Les différences sont nettement plus importantes, en ce qui concerne la largeur et la profondeur des traces (champ de température), où une largeur de $\approx 120 \mu\text{m}$ et une profondeur $\approx 130 \mu\text{m}$ a pu être estimée dans le premier cas contre des dimensions $\approx 50 \mu\text{m}$ dans le deuxième cas. De plus, il est observable que le champ de température le plus élevé reste concentré dans la partie correspondant à la poudre ($50\mu\text{m}$) ce qui est certainement dû à sa faible conduction thermique. Du point de vue thermique, les températures atteintes au centre du spot apparaissent aussi variables de l'ordre de $\approx 1600^\circ\text{C}$ dans le premier cas contre $\approx 1400^\circ\text{C}$ pour le deuxième cas. Contenu de la température de fusion du matériau (1670°C) les conséquences sur la transformation du titane sont alors implicites d'un point de vue porosité par exemple due à une fusion plus ou moins efficace. En revanche, en ce qui concerne la trainée de température visible sur la vue supérieure, la température atteint dans les deux cas $\approx 600^\circ\text{K}$. La Figure 67 propose une représentation sous forme graphique (pour plus de précision) des températures atteintes durant le déplacement de la source de chaleur par rapport à la distance longitudinale de la zone irradiée. Les niveaux de température sont alors dissociés dans l'axe radial. Il apparaît ainsi que sur la trainée de la tache (de 0 à 1,2 mm), les températures sont équivalentes pour ensuite se distinguer à partir de 1,6 mm en fin de course.

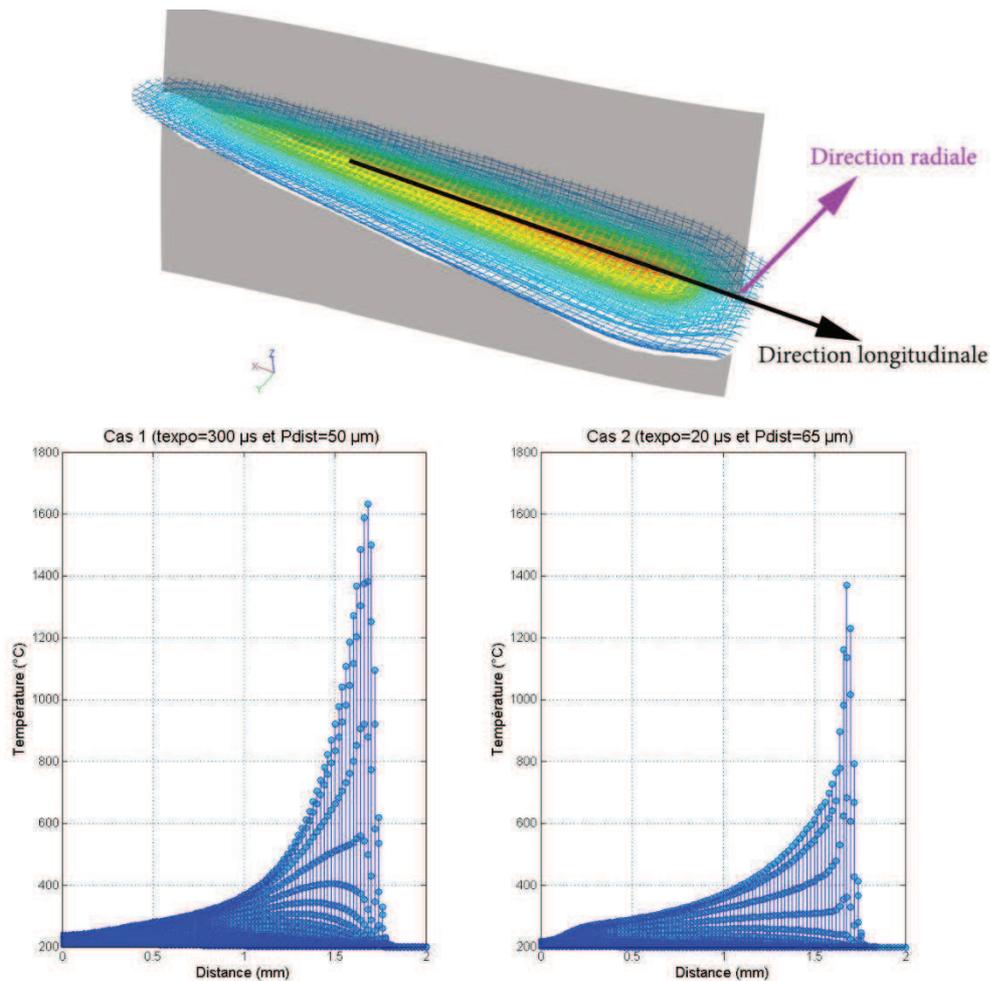


Figure 67 Champs de température atteint durant l'irradiation sur la surface supérieure du modèle

Afin de conforter le modèle, il est nécessaire de valider les valeurs numériques par des observations. Pour ce faire, des mesures à l'aide d'une caméra thermique sont réalisées.

II) Analyse de la température

Les mesures de température ont été réalisées avec une caméra thermique traitant les infrarouges émis pour donner une température équivalente. La fréquence d'acquisition est de 50 Hz, c'est-à-dire qu'une image est traitée toutes les 0,02 secondes. Or, les échelles temporelles mises en œuvre lors du procédé SLM sont de l'ordre du 1/1000^{ème} de seconde. Dans le cas présent, il est donc difficile, voire impossible, de réaliser une mesure précise et instantanée de la température de surface. Par conséquent, les mesures réalisées témoignent seulement d'une température moyenne de la surface susceptible d'être atteinte lors de l'irradiation laser.

Néanmoins, malgré ces considérations, un enregistrement de la température de surface a été réalisé sur l'application du plan L8 précédemment exposé. La Figure 68 présente cet

enregistrement où les 8 essais sont représentés avec des durées correspondant bien à la durée théorique d'irradiation.

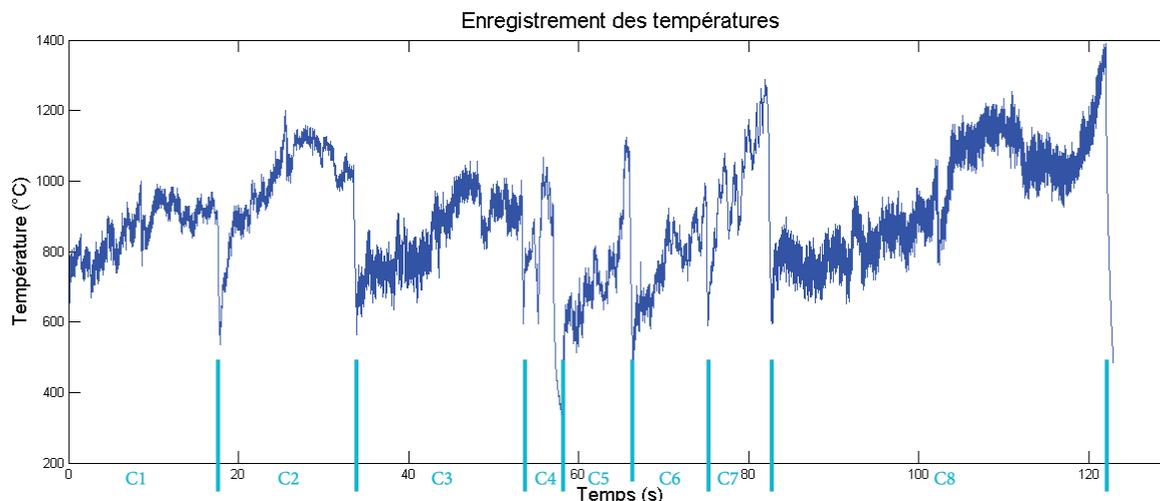


Figure 68 Enregistrement de la température d'une couche complète du plan L8

Pour chaque essai, les champs de températures enregistrés présentent une tendance commune montrant une augmentation de la température durant le déroulement des opérations. Bien que l'énergie déposée à la surface de la pièce soit en partie liée à la durée d'irradiation, les températures enregistrées ne traduisent pas nettement cette évolution. En effet, hormis la différence d'un point de vue temporel, les niveaux énergétiques mesurés ne diffèrent pas de façon significative. Comme en témoigne la modélisation, la température visuellement enregistrée par la caméra thermique correspond plutôt à la trainée thermique laissée par le laser, la résolution de la caméra dans ces conditions ne permettant pas d'observer le point irradié. Cela explique donc que les champs de températures enregistrés en surface de la trainée ne diffèrent pas énormément d'un essai à l'autre.

Une partie intéressante correspondant au refroidissement de la surface est néanmoins observable sur les courbes. En effet, comme l'illustre la Figure 69, il est possible de visualiser les vitesses de refroidissement de chaque essai. Si les paramètres de traitement ne semblent pas influencer significativement ces phénomènes (aucune différence n'est clairement observée entre les courbes), il apparaît néanmoins que des vitesses importantes de l'ordre de $-1500^{\circ}\text{C}/\text{s}$, puissent être atteintes et ce quelques soient les conditions de traitement. Ainsi, il est possible de dire que la vitesse à laquelle le refroidissement s'effectue est manifestement assez rapide.

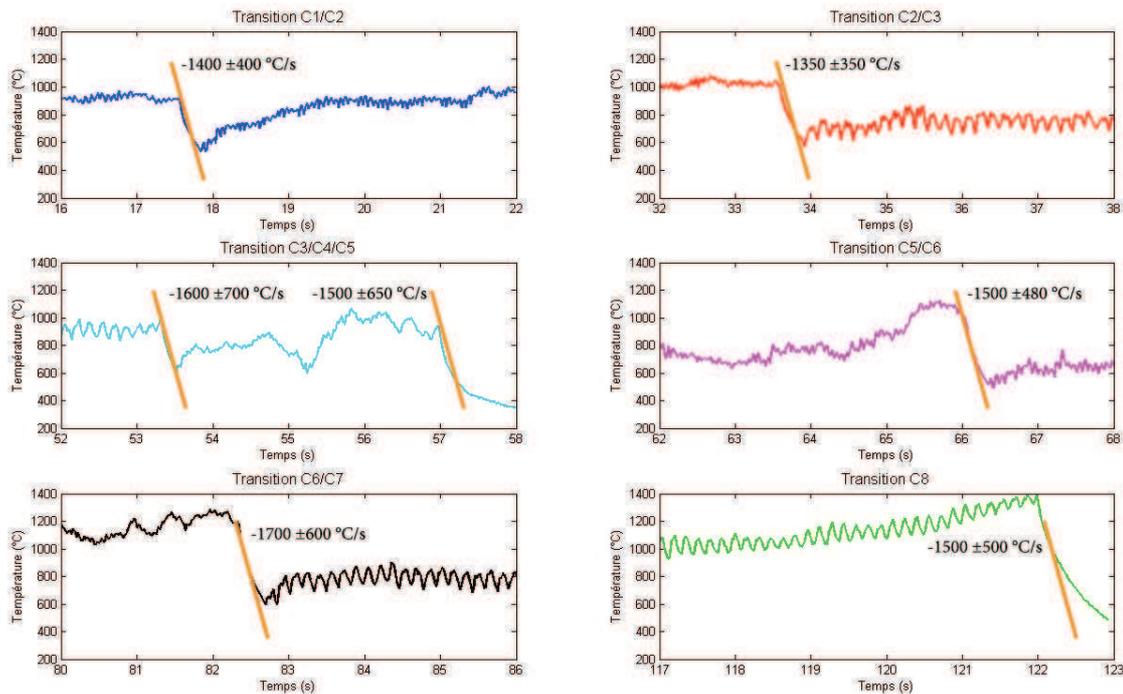


Figure 69 Courbes de refroidissement observées par caméra thermique pour les différentes conditions expérimentales testées dans le plan d'expériences L8

Cependant, il ne faut pas perdre de vue que les valeurs de refroidissement ainsi déterminées sont des valeurs calculées avec des enregistrements relatifs.

Conclusion

Ce chapitre présentant la modélisation des effets thermiques est essentiel pour observer les phénomènes mis en jeu à des échelles de temps difficilement observables. Cette étude montre qu'il est possible d'intégrer les paramètres opératoires de la trajectoire laser sur la surface d'un lit de poudre. Le flux de chaleur correspondant à l'irradiation laser tient compte des propriétés optiques des matériaux avec des coefficients intégrant ces phénomènes. De plus, l'irradiation laser se traduit par un flux de chaleur ayant la même définition mathématique qu'une représentation gaussienne. Ainsi, le taux de porosité des pièces peut être lié à la température atteinte du matériau par une fusion partielle ou totale. Les observations réalisées avec la caméra thermique valident bien le modèle car les températures observées sont celles correspondantes à la trainée du faisceau laser. De plus, il devient possible d'observer et d'estimer la vitesse de refroidissement du matériau lors des essais. Ainsi, si un système est mis en place pour gérer la température du lit de poudre alors il sera possible d'évaluer sa pertinence avec ces analyses thermiques.

Chapitre V

Réalisation d'un implant hybride de type scaffold en CoCrMo et T40

Les informations recueillies au chapitre précédent ont permis une meilleure compréhension du procédé de fusion laser sur lit de poudre tel que développé au sein du laboratoire. Fort de cette étude, des implants ont donc été élaborés dans l'objectif de développer des pièces présentant des caractéristiques optimales pour une application visée. Pour ce faire, les paramètres de la SLM ont donc été étudiés et ajustés et font l'objet de la description de ce chapitre. Les variables du processus optimisées ont ensuite servi à constituer des implants ayant des conceptions diverses afin d'obtenir différentes caractéristiques mécaniques.

I) Conception

La conception hybride est une étape clef dans le processus de conception de produit permettant de contrôler et d'atteindre une valeur cible de propriétés mécaniques se rapprochant au mieux de celles du corps humain. Cette nouvelle structure peut être assimilée à un composite généré par la somme de plusieurs parties dont les propriétés mécaniques sont différentes. L'intérêt premier d'un tel processus devient donc la maîtrise des propriétés mécaniques sans changer le précurseur mais uniquement les paramètres opératoires. Ainsi, dans un même implant il peut être envisagé de générer des structures différentes distinguant la peau de l'implant nécessitant des propriétés de rugosité particulières de la partie interne nécessitant des propriétés mécaniques spécifiques comme un module de Young différent. Le but concernant la réalisation d'implants osseux est de cibler un cahier des charges, pour chaque partie, afin de déterminer leurs meilleures propriétés et de répondre au mieux aux conditions d'intégration de l'implant par le corps humain.

I 1. Les structures denses et poreuses

Afin de caractériser les propriétés mécaniques de ce type de structures, plusieurs éprouvettes normalisées ont été réalisées. Les propriétés liées aux limites conventionnelles d'élasticité et de rupture ont été testées par essais de traction sur des éprouvettes

cylindriques. Pour estimer le module de Young, des éprouvettes rectangulaires ont ensuite été réalisées afin de déterminer, à partir des déformations élastiques, le module de Young équivalent (Figure 70). Toutes les éprouvettes sont réalisées et testées directement après fabrication par fusion laser sur lit de poudre. Le choix des géométries et de taille des éprouvettes s'est opéré afin de limiter le temps de fabrication des pièces et donc le risque de défauts.

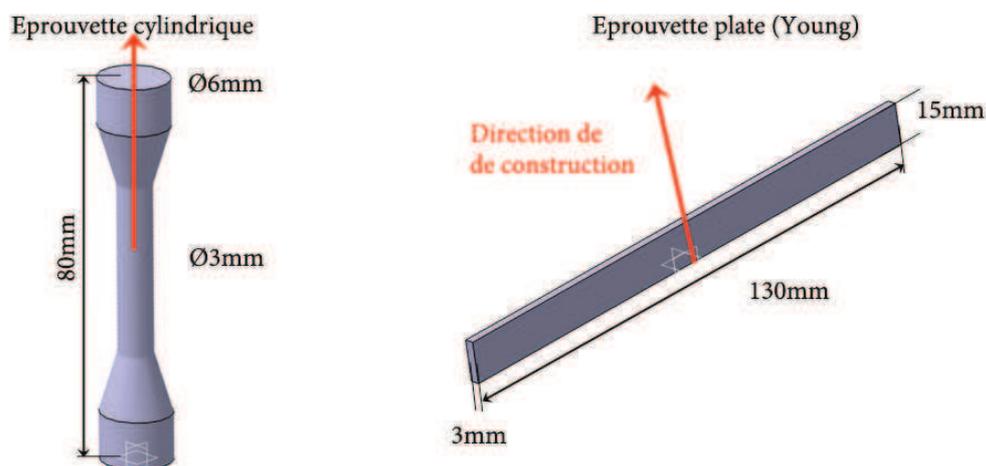


Figure 70 Définition des éprouvettes élaborées pour déterminer le module de Young

Différentes structures de pièces ont donc ensuite été élaborées afin de quantifier les propriétés mécaniques. Pour cela, des combinaisons de paramètres sont utilisées et répertoriées dans le tableau ci-dessous pour chaque partie. Les porosités attendues et annoncées ont été initialement mesurées lors du développement du plan d'expérience.

	CoCrMo			T40		
	Paramètre du plan L25	Energie	Porosité	Paramètre du plan L25	Energie	Porosité
Dense	C20	4860 J	0,1 %	C11	1470 J	0,3 %
Poreux	C3	357 J	8 %	C5	117 J	14 %

Cinq échantillons ont été réalisés systématiquement quelque soit les paramètres sélectionnés afin d'effectuer les différentes mesures de manière statistique. Comme il pouvait être envisagé, il apparaît que le taux de porosité influence directement les propriétés mécaniques. Les courbes du CoCrMo, illustrées en Figure 71, démontrent en effet que la limite conventionnelle à la rupture est plus élevée de 890 ± 20 MPa dans le cas de pièces denses par rapport à 760 ± 8 MPa pour les parties poreuses. Au regard de la déformation, les parties poreuses acceptent moins de complaisance et demeurent donc

moins déformables que les parties denses. Les valeurs de déformations enregistrées sans extensomètre pour les essais de traction ne sont pas à prendre en compte car la déformation de la machine est additionnée à celle des échantillons.

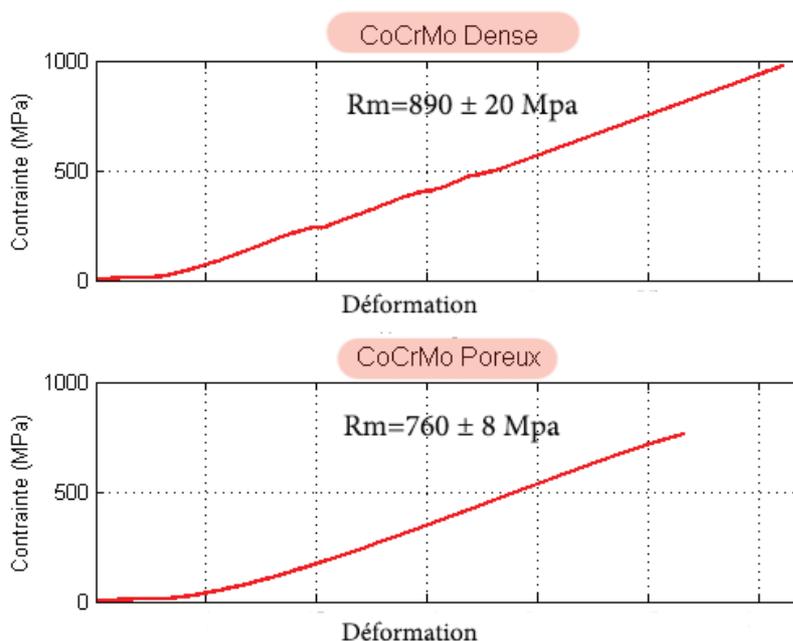


Figure 71 Courbe de traction enregistrée du CoCrMo pour les parties denses et poreuses

Le CoCrMo a un comportement plutôt fragile par clivage illustré sur la Figure 72, cela est en cohérence avec les propriétés standards de ce type d'alliage [127]. De plus, ces valeurs offrent une amplitude élevée d'une structure poreuse à dense. Cette tendance s'expliquera certainement par un nombre plus élevé de particules partiellement fondues dans la zone traitée favorisant ainsi leur déchaussement comme illustre la Figure 72.

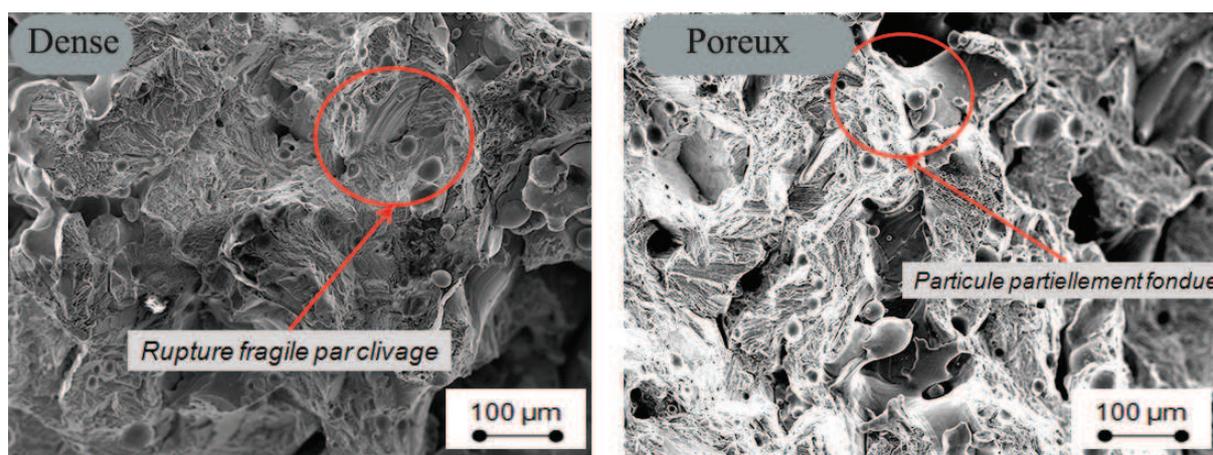


Figure 72 Observation des faciès type de rupture du CoCrMo

Les tendances sont observables de la même façon pour le T40 (Figure 73). La limite conventionnelle à la rupture est pour la partie dense de $R_m=570 \pm 3$ MPa et la partie poreuse de $R_m=140 \pm 5$ MPa.

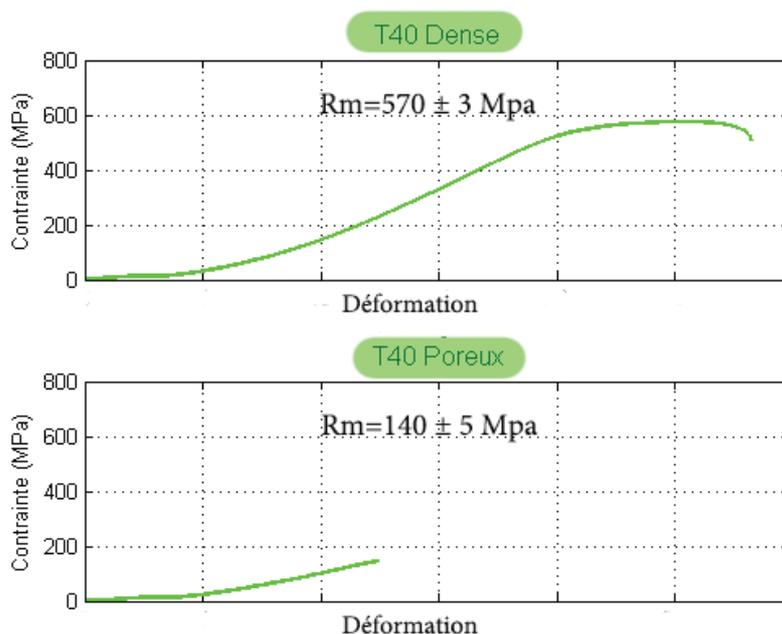


Figure 73 Courbe de traction enregistrée du T40 pour les parties denses et poreuses

Les valeurs ainsi présentées montrent une grande différence de comportement entre le CoCrMo et le T40. Il apparaît ainsi une plus grande sensibilité du titane vis-à-vis de la porosité en comparaison au CoCrMo. De plus, comme il pouvait être attendu, il est mis en évidence que le taux de porosité influence directement les propriétés mécaniques des structures. Dans le cas du titane une rupture de type ductile est plutôt présente qui en cohérence avec la littérature [128]. De plus, les observations des faciès de rupture du titane mettent en évidence un nombre élevé de particules partiellement fondues fragilisant ainsi la structure poreuse Figure 74.

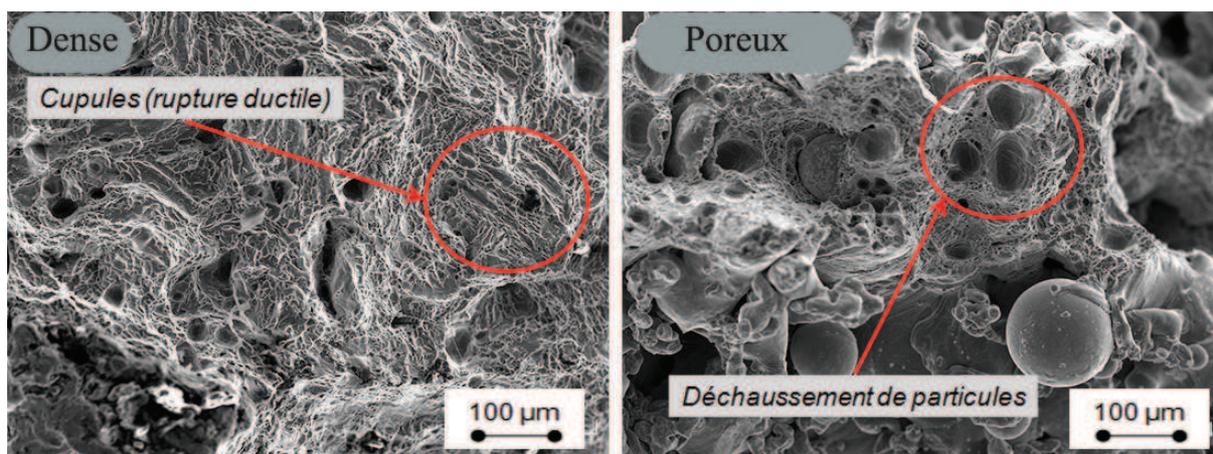


Figure 74 Observation des faciès type de rupture du T40

Un des critères importants pour l'implantation d'un corps étranger en interaction avec son hôte est le module de Young. Pour cela des mesures ont donc été réalisées par déformation non destructrice de 3 échantillons de structures distinctes (denses et poreuses). Quatre

masses différentes de sollicitation sont utilisées et la déformation correspondante est enregistrée comme l'illustrent les graphiques proposés pour le CoCrMo (Figure 75) et pour le titane (Figure 76). La moyenne des coefficients directeurs k des droites a permis alors de calculer les modules de Young équivalents de chacune des structures globales (E_s) (Équation 8).

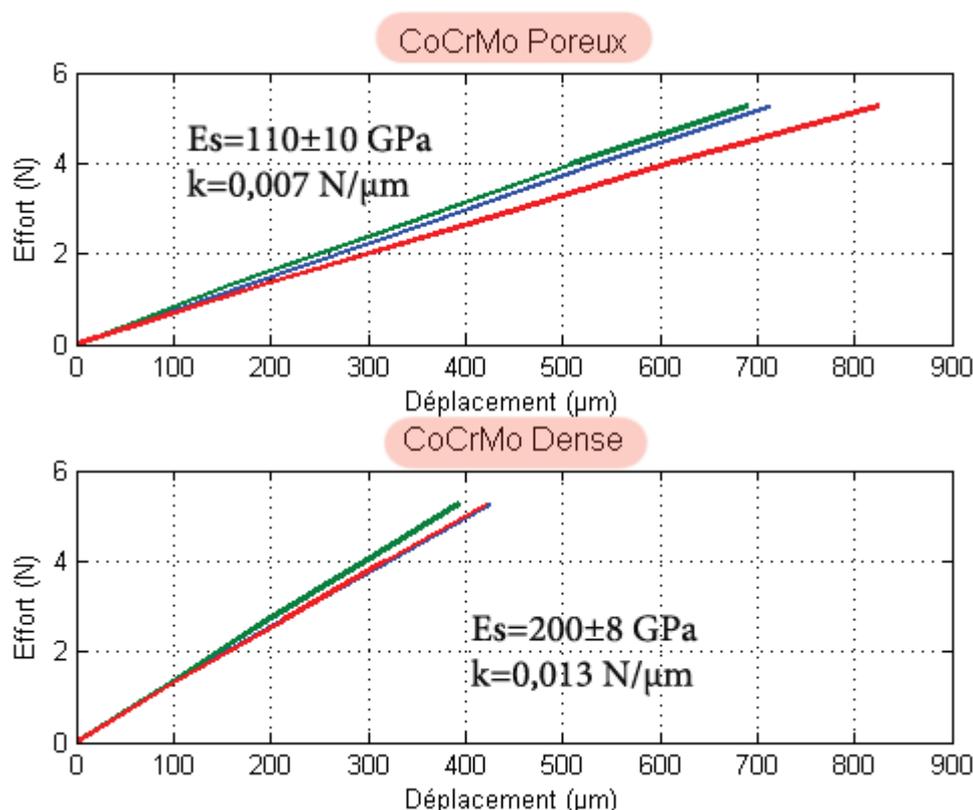


Figure 75 Droites représentant le déplacement par rapport aux efforts du CoCrMo (dense, poreux)

Dans le cas de l'alliage CoCrMo (Figure 75), la représentation du déplacement par rapport à l'effort témoigne que la réponse du matériau n'est pas la même pour la partie poreuse ou partie dense. Même si les résultats apparaissent fortement reproductibles, l'évolution de chacune des catégories diffère significativement. Ainsi, il apparaît que la baisse du module de Young apparent est effective dans le cas de pièces poreuses variant de $E_{s\text{ dense}} = 200$ GPa à $E_{s\text{ poreux}} = 110$ GPa. De la même manière, une complaisance plus grande est observable pour la partie poreuse en comparaison avec la partie dense avec une raideur variant de $k_{\text{dense}} = 0,013$ N/µm à $k_{\text{poreux}} = 0,007$ N/µm.

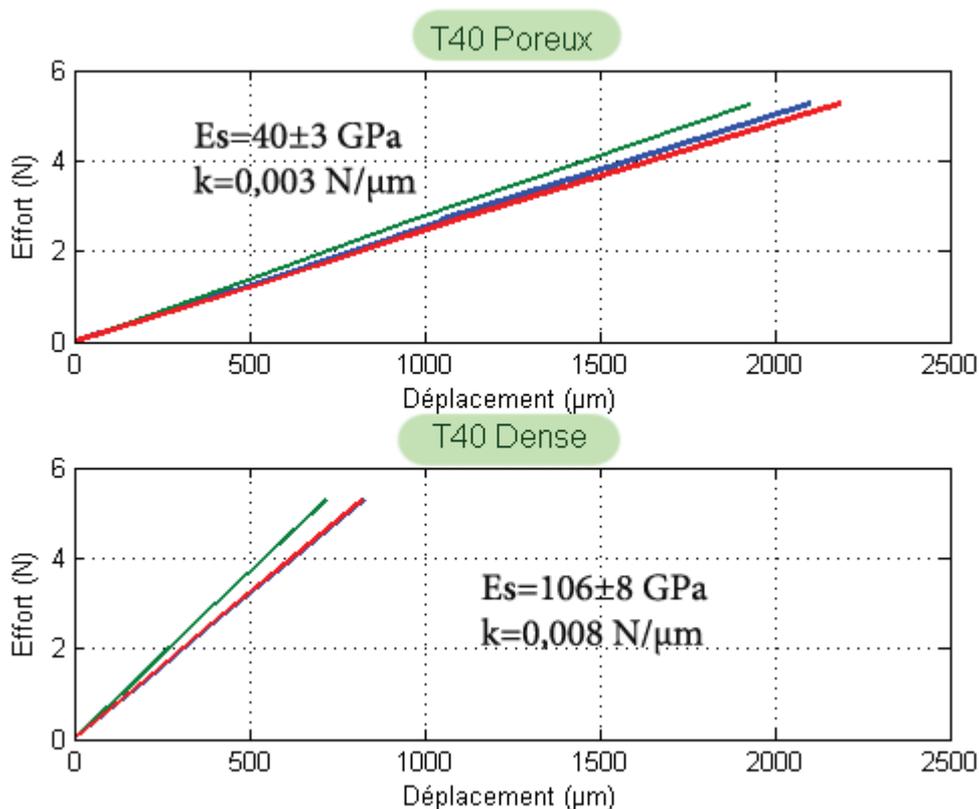


Figure 76 Droites représentant le déplacement par rapport aux efforts du T40 (dense, poreux)

Dans le cas du titane pur (T40), une grande sensibilité au taux de porosité apparaît se traduisant par une variation notable du module de Young.

A la vue des différentes courbes retraçant les efforts en fonction des déplacements, il est démontré que le module de Young est fortement affecté par le taux de porosité [129]. Ainsi, par la maîtrise du taux de porosité, il semble possible de contrôler la valeur du module de Young d'une structure. La Figure 77 représente les différentes valeurs possibles de module de Young susceptibles d'être atteintes pour différentes valeurs de taux de porosité selon le matériau envisagé.

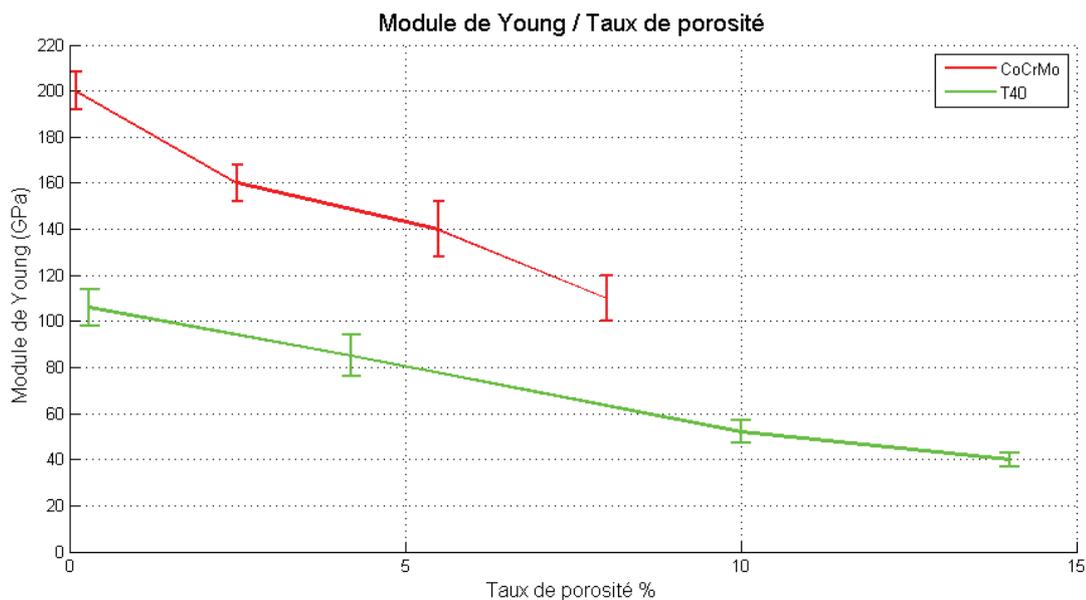


Figure 77 Représentation du module de Young par rapport au taux de porosité du CoCrMo et T40

Afin d'observer le positionnement des propriétés mécaniques des objets générés avec le matériau massif (Référence) ou encore l'os cortical, un histogramme recense les extrêmes pouvant être atteints durant les essais (Figure 78).

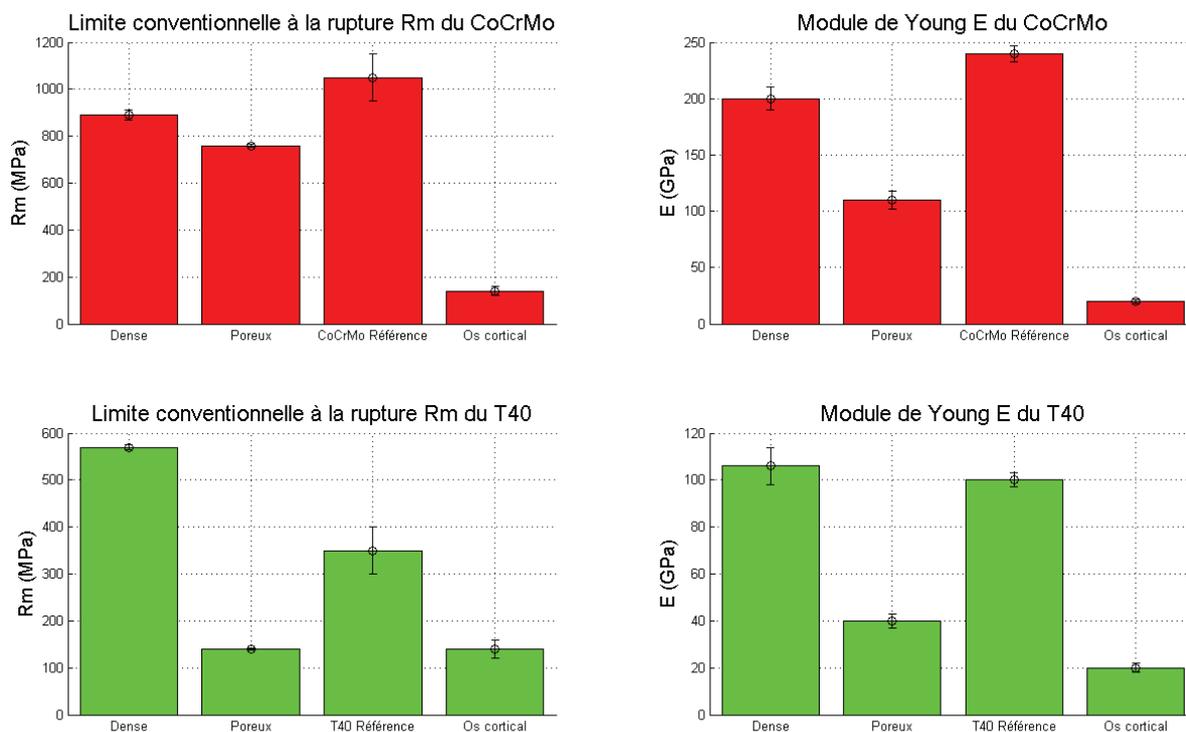


Figure 78 Histogramme représentant les valeurs des propriétés mécaniques par rapport à l'os cortical du T40 et CoCrMo [130], [131]

Le CoCrMo présente des propriétés nettement supérieures à l'os cortical, cependant les structures poreuses abaissent ces propriétés pour se rapprocher de celle de l'os cortical. Pour le titane, les propriétés mécaniques semblent supérieures à celles de l'os cortical, mais à l'observation des résultats, la structure poreuse présente des propriétés équivalentes à celle de l'os corticale.

Ainsi, tous ces résultats montrent qu'il semble possible d'adapter les propriétés mécaniques des pièces selon l'objectif voulu. Pour cela des structures mixtes ont alors être envisagées au même titre que les composites.

II) Structure mixte

Différentes structures mixtes ont été réalisées avec différents paramètres et ainsi plusieurs taux de porosité ont été obtenus. Ainsi, il a été possible d'obtenir des valeurs de module de Young variant d'une structure à l'autre au moyen de pièces présentant des taux de porosité distincts variant de 20% à 0,8% directement par fusion laser sur lit de poudre (Figure 79). La différence entre les parties est assurée principalement par le changement des paramètres opératoires qui influencent l'apport d'énergie et la cinétique thermique imposée à la pièce (Équation 13). La matière sous forme pulvérulente reste la même quelles que soient les conditions d'élaboration et l'épaisseur des couches est de 50 μm . Ainsi, sur une même pièce, différentes parties ont pu être réalisées comportant au centre, un cylindre avec un taux élevé de porosité et en périphérie un taux plus faible. Les échantillons formés ont donc ensuite été découpés puis observés pour caractérisations.

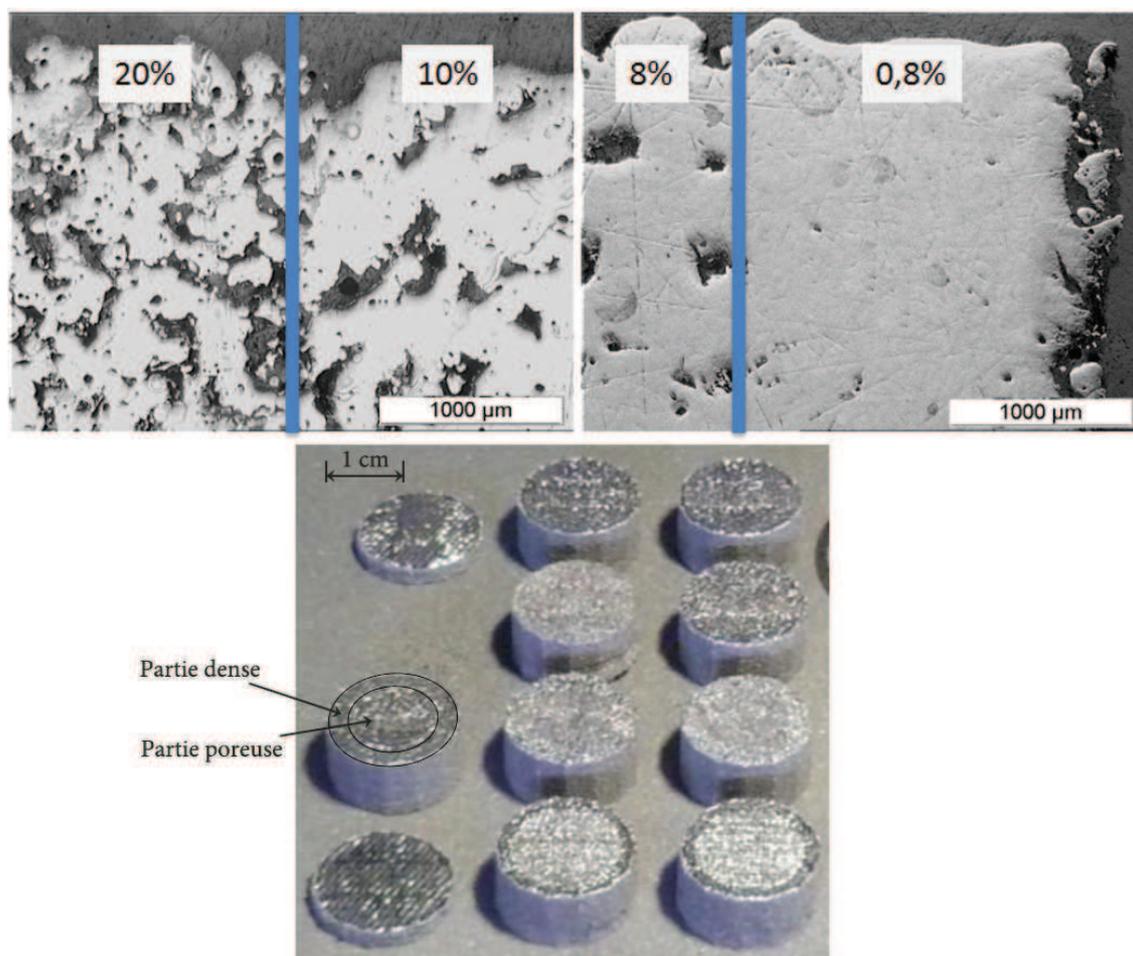


Figure 79 Structures mixtes réalisées avec différents taux de porosités

Au travers de ces essais, il est mis en évidence qu'il est possible de faire varier le taux de porosité dans une même pièce (de 0,8% à 20%). Les propriétés mécaniques peuvent donc alors être modifiées au gré du concepteur. Afin d'illustrer et d'estimer les différences de comportement entre les structures, une modélisation a été réalisée par la méthode des éléments finis grâce au logiciel ANSYS. Le modèle est constitué de 2 parties, la première est un tube de 24 mm de diamètre et 2 mm d'épaisseur, la deuxième partie est un cylindre de 20 mm de diamètre. Ainsi, le modèle est appliqué selon 3 cas, le premier correspond à une structure dense (les 2 parties ont les mêmes propriétés mécaniques), le deuxième cas est mixte (le tube correspond à la partie dense tandis que le cylindre a les propriétés d'une structure poreuse) et le troisième cas correspond à une structure poreuse (les 2 parties ont les propriétés mécaniques d'une structure poreuse). Cette modélisation permet rapidement de visualiser le comportement d'une structure composite en affectant différentes propriétés mécaniques et offre la possibilité d'intégrer des formes complexes (Figure 80).

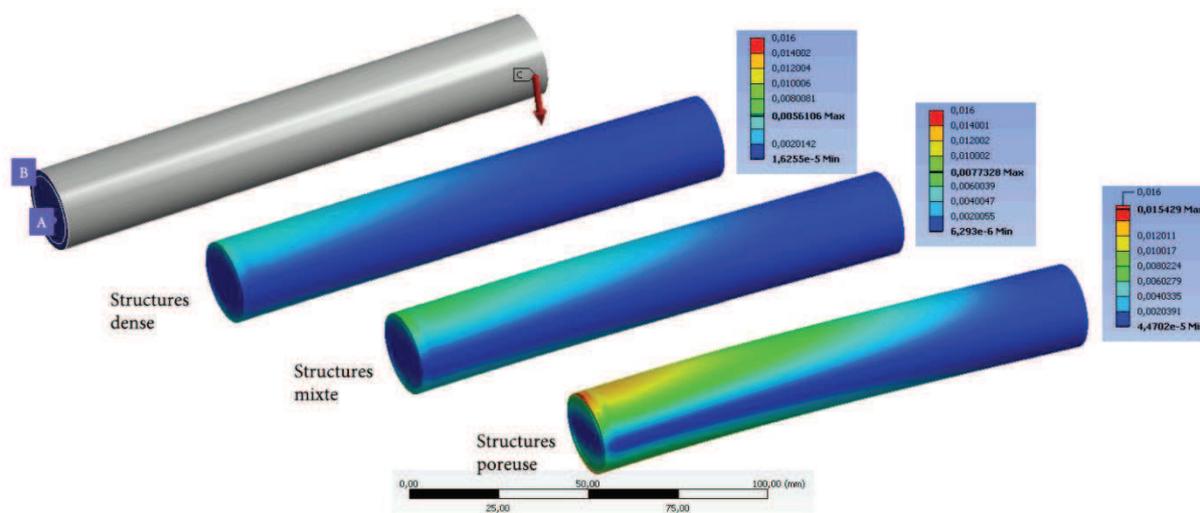


Figure 80 Modélisation des déformations d'une structure dense, mixte, poreuse

La référence est en A et B puis un effort linéaire de 5000 N est appliqué sur l'autre côté afin de solliciter la structure en flexion (condition initiale). Compte tenu de la microstructure de chacune des pièces, il apparaît alors, dans les mêmes conditions de calculs, que la déformation subie par le matériau lors de la sollicitation varie nettement d'une configuration à l'autre. La partie poreuse se déforme en effet plus que la structure dense et il est possible d'ajuster cela avec une conception mixte. A terme cela permet d'ajuster selon l'objectif visé une structure répondant au mieux aux exigences souhaitées en adaptant, soit la forme géométrique, soit les propriétés mécaniques des constituants ou bien même en ajustant ces deux moyens. Pour ce faire, la raideur de la structure mixte ($k=F/d$ avec F la force et d la déformation) doit tendre vers la raideur de la structure de référence ayant les propriétés mécaniques souhaitées. Bien entendu, plusieurs conceptions peuvent avoir le même résultat et donc un choix devra être fait sur des critères supplémentaires.

III) Architecture 3D

Des essais préliminaires ont donc été réalisés pour obtenir une architecture 3D avec un contrôle de la répartition et de la forme des porosités. Pour ce faire, il a été généré des structures avec des porosités connectées d'une certaine taille x ($100 \mu\text{m} < x < 1 \text{mm}$), en incluant les porosités (forme et répartition) dans le modèle 3D. Cette structure particulière est présentée sur la Figure 81 où des porosités connectées cylindriques de $200 \mu\text{m}$ de diamètre sont présentes. Le problème majeur est la présence de poudre dans les différents canaux qu'il faut retirer pour ainsi garantir la propreté de ceux-ci. C'est pourquoi, une taille de porosité de $200 \mu\text{m}$ est considérée au travers de la pièce susceptible de favoriser l'évacuation des grains de poudre de taille $\approx 80 \mu\text{m}$.

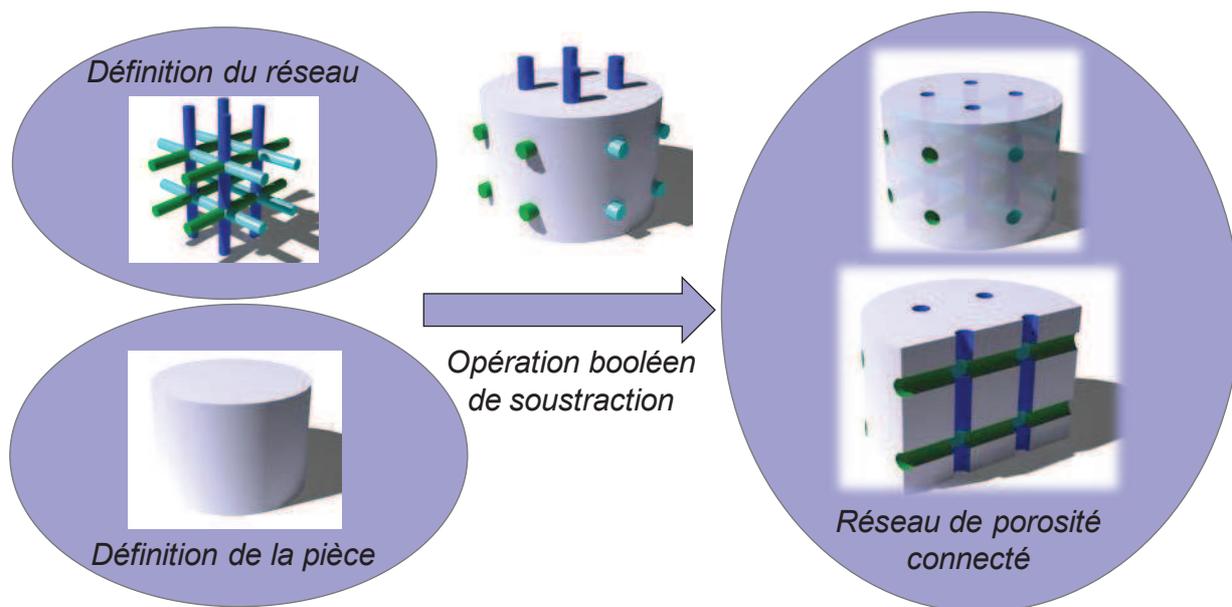


Figure 81 Vue en coupe du modèle 3D incluant les porosités connectées

La Figure 82 présente une observation par microscopie optique d'une structure réalisée par l'interprétation d'un fichier définissant des porosités et leurs répartitions.

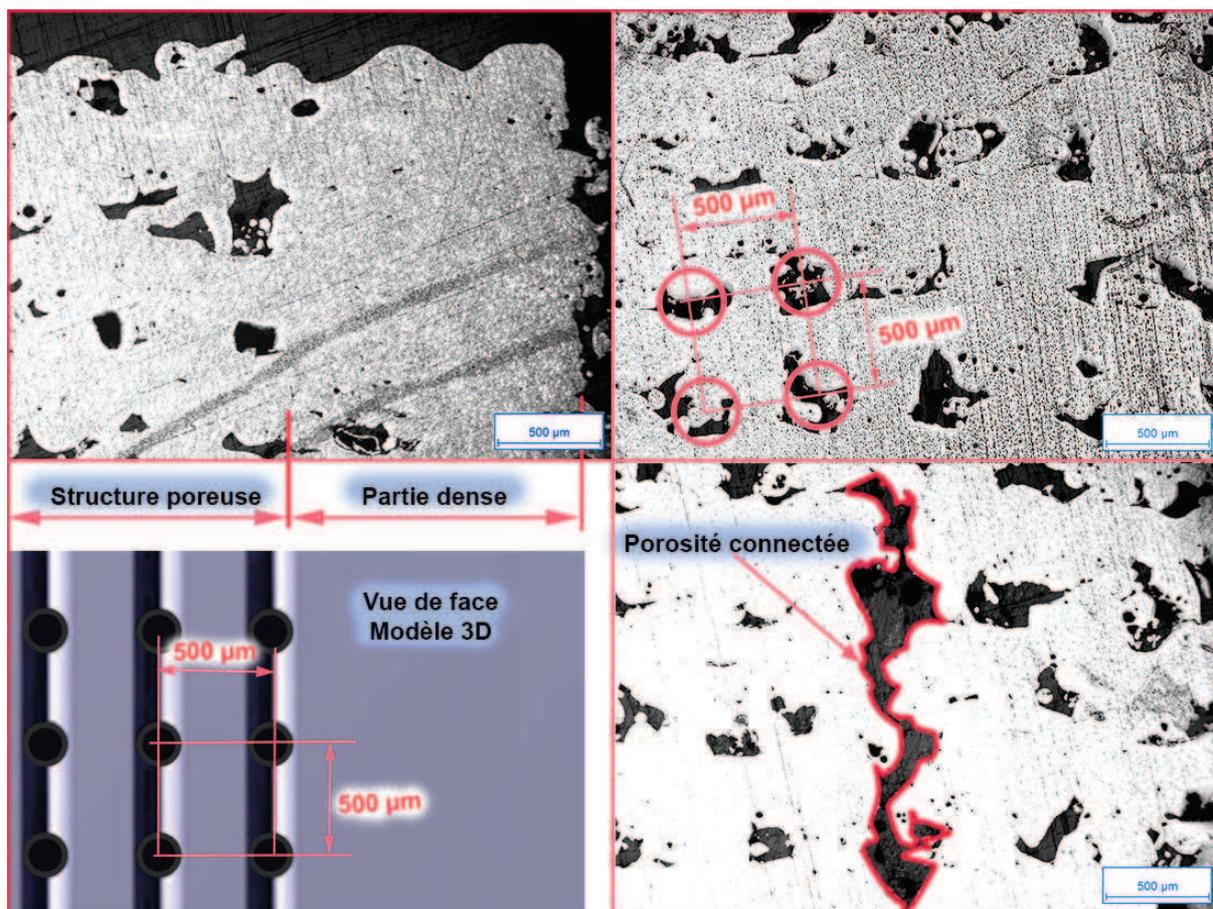


Figure 82 Observations de microscopie optique d'essai préliminaires d'une structure 3D générée à partir du fichier CAO

Au travers de cette application préliminaire il est mis en évidence qu'il est possible de générer des structures poreuses connectées dont la taille peut être contrôlée. Ainsi, il apparaît possible d'obtenir des structures variables, mixant différentes gammes de paramètres afin de réaliser de nouvelles pièces mieux adaptées aux sollicitations. Bien entendu chaque zone devra être définie avec précision par un cahier des charges qui sectorisera les zones selon leurs rôles. Dans le cas d'un implant par exemple, les différentes parties correspondant à la surface, la zone extérieure ou encore la zone intérieure présentent des contraintes spécifiques qu'il est important de définir avec précision pour une conception la plus adaptée possible au besoin. Se distinguent ainsi la surface par son affinité chimique et rugosité, la partie extérieure se rapprochant de l'os cortical et la partie intérieure associée à la partie spongieuse.

Conclusion

Après la réalisation de structures denses et poreuses, une caractérisation mécanique est réalisée et démontre que ces propriétés sont directement liées au taux de porosité. Ainsi, lorsque le taux de porosité augmente, la fragilité suit la même tendance au regard du module de Young qui se voit diminué et se rapproche de la complaisance de l'os cortical. Quoiqu'il en soit, l'effet du taux de porosité semble nettement plus efficace pour le titane que pour le CoCrMo. Les propriétés mécaniques d'élongation expliquent bien que la complaisance à la déformation est meilleure pour le CoCrMo que pour le titane [132]. Ainsi, l'objectif de stimulation du corps humain peut être atteint par des implants qui sous la contrainte réagissent de la même façon et sollicitent donc un renforcement immédiat de l'hôte. Des études mécaniques permettent ainsi de générer des structures répondant au mieux au cahier des charges pour chaque partie présentant des exigences structurales et mécaniques particulières.

Conclusions et perspectives

La mise en forme de biomatériaux pour la réalisation d'implants nécessite de nombreuses études pour contrôler et comprendre toutes les interactions entre les implants et l'hôte. Les propriétés chimiques et mécaniques régissent les phénomènes d'acceptation ou de rejet d'un corps étranger, c'est pourquoi ces caractéristiques doivent être prises en compte dès la conception des implants. Pour cela, tenir compte de tous ces paramètres avec une méthode de fabrication additive est possible en alliant les structures, la chimie et un large panel de matériaux.

C'est précisément l'objet de cette étude qui a donc porté sur la réalisation d'implants métalliques (tels que le titane et CoCrMo) de type scaffold par fabrication additive. Le contrôle des propriétés mécaniques de la pièce (module de Young et limite à la rupture) au travers du taux de porosité de la structure a donc été nécessaire. C'est pourquoi, une maîtrise du procédé s'impose.

Afin d'identifier et de quantifier l'impact des paramètres influant, la compréhension du procédé a tout d'abord été développée en utilisant une méthode statistique de type TAGUCHI. Au travers de l'analyse paramétrique des variables, trois paramètres opératoires, (temps d'exposition t_{expo} , distance entre points P_{dist} et pas de balayage) expliquent à eux seuls près de 70% du procédé pour le contrôle du taux de porosité. Ainsi l'énergie transmise sur le lit de poudre et le taux de recouvrement des spots lasers apparaissent comme importants pour contrôler la fusion de la matière. Cependant, la gestion des phases cristallographiques et de la structure métallographique du matériau (porosité) est difficilement contrôlable par la seule énergie transmise et donc la température atteinte. Elle joue certes un rôle essentiel mais la cinétique de refroidissement que le matériau subit durant ces changements d'états est certainement le paramètre le plus important pour favoriser certaines phases. Afin de tenter d'observer les champs de températures atteints durant les essais, une caméra thermique a été utilisée. Cependant, des données insuffisantes en résultent car la résolution de la caméra ne permet pas d'observer la plume du faisceau mais une valeur moyenne de la température. Ainsi, pour comprendre et évaluer ces températures, une modélisation intégrant les paramètres opératoires a été réalisée. Celle-ci a mis en évidence le fait que le flux thermique reste localisé dans le lit de poudres et que les champs de températures observés par la caméra thermique correspondent plutôt à la traînée du spot qu'à la zone irradiée.

Ainsi, il apparaît que sous l'effet des paramètres opératoires et donc les phénomènes thermiques associés qu'**il est alors possible de contrôler avec précision le taux de porosité**. Les propriétés mécaniques telles que le module de Young et la résistance à la

rupture, sont bien évidemment directement liées au taux de porosité. Ces caractéristiques, peuvent donc être modifiées d'une structure à l'autre. De la même façon, une structure poreuse définie par un fichier CAO permet de contrôler la taille et la répartition des pores mais aussi de réaliser des porosités interconnectées. En revanche, le fait de travailler sur un lit de poudre devient une contrainte importante car lors de l'élaboration d'une architecture fermée, la poudre peut rester piégée au sein même de la structure et la propreté des pièces apparaît alors difficile à garantir. **Toutes ces caractéristiques peuvent donc être définies en amont lors de la conception d'implants par fabrication additive.** Ainsi, il peut être envisagé une structure complexe alliant différentes parties de morphologie spécifique pour atteindre un objectif global.

En perspective, les outils laser offrent de nombreuses possibilités et ne cessent d'évoluer [133]–[137]. La fusion laser sur lit de poudre donne une grande souplesse malgré des contraintes inhérentes telles que le rayonnement et sa longueur d'onde qui peut limiter l'élaboration de pièces selon la nature même du matériau envisagé (interaction laser matière).

Des structures multi-matériaux semblent aussi possibles mais nécessitent des procédures d'élaboration complexes en particulier sur la mise en place de la poudre et son traitement par laser.

De plus, il apparaît que la morphologie des poudres soit un paramètre important qui doit être étudié, aussi bien du point de vue de sa coulabilité, de son interaction avec le rayonnement laser que de son impact sur les caractéristiques des pièces élaborées. Des études seraient donc intéressantes pour mettre en valeur ces effets. De la même manière, l'impact de la température peut aussi faire l'objet d'investigations pour un meilleur contrôle des flux thermiques (chauffage + refroidissement) laissant envisager alors de nouvelles structures voire même le traitement de nouveaux matériaux (céramique). Cet axe de recherche permettrait alors d'étendre le champ d'applications de la fabrication additive par fusion laser.

Références

- [1] C. H. Turner, « Three rules for bone adaptation to mechanical stimuli », *Bone*, vol. 23, n° 5, p. 399-407, nov. 1998.
- [2] C. Denis et R. A. Menidjel, « Patentability searching for biomaterial and related polymers », *World Patent Information*, n° 0.
- [3] M. F. Morks, « Plasma spraying of zirconia–titania–silica bio-ceramic composite coating for implant application », *Materials Letters*, vol. 64, n° 18, p. 1968-1971, sept. 2010.
- [4] J. L. Xu, D. Joguet, J. Cizek, K. A. Khor, H. L. Liao, C. Coddet, et W. N. Chen, « Synthesis and characterization on atomospheric plasma sprayed amorphous silica doped hydroxyapatite coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, n° 22, p. 4659-4665, juin 2012.
- [5] M. Kurikchy, N. Al-Rawi, R. Ayoub, et S. Mohammed, « Histological evaluation of bone healing using organic bovine bone in combination with platelet-rich plasma (an experimental study on rabbits) », *Clinical Oral Investigations*, vol. Verlag 2012, p. 1-8.
- [6] I. Gibson, D. W. Rosen, B. Stucker, I. Gibson, D. W. Rosen, et B. Stucker, « Medical Applications for Additive Manufacture », in *Additive Manufacturing Technologies*, vol. 15, Springer US, 2010, p. 385-399.
- [7] E. Atzeni et A. Salmi, « Economics of additive manufacturing for end-usable metal parts », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 62, n° 9, p. 1147-1155, 2012.
- [8] S. Hoeges, M. Lindner, H. Fischer, W. Meiners, et K. Wissenbach, « Manufacturing of bone substitute implants using Selective Laser Melting », in *4th European Conference of the International Federation for Medical and Biological Engineering*, vol. 22, J. Sloten, P. Verdonck, M. Nyssen, et J. Haucisen, Éd. Springer Berlin Heidelberg, 2009, p. 2230-2234.
- [9] B. Asiabanpour, A. Mokhtar, et M. Houshmand, « Rapid Manufacturing », in *Collaborative Engineering*, A. K. Kamrani et E. S. A. Nasr, Éd. Springer US, 2008, p. 127-152.
- [10] S.-M. Hur, H.-C. Kim, et S.-H. Lee, « STL File Generation with Data Reduction by the Delaunay Triangulation Method in Reverse Engineering », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 19, n° 9, p. 669-678, 2002.
- [11] S. Hinduja et L. Li, « Laser Technology: Additive Manufacturing », in *Proceedings of the 37th International MATADOR Conference*, S. Hinduja et L. Li, Éd. Springer London, 2013, p. 337-391.
- [12] X. Li, C. Wang, W. Zhang, et Y. Li, « Fabrication and characterization of porous Ti6Al4V parts for biomedical applications using electron beam melting process », *Materials Letters*, vol. 63, n° 3-4, p. 403-405, févr. 2009.
- [13] D. A. Ramirez, L. E. Murr, E. Martinez, D. H. Hernandez, J. L. Martinez, B. I. Machado, F. Medina, P. Frigola, et R. B. Wicker, « Novel precipitate–microstructural architecture developed

in the fabrication of solid copper components by additive manufacturing using electron beam melting », *Acta Materialia*, vol. 59, n° 10, p. 4088-4099, juin 2011.

[14] M. Fantini, F. De Crescenzo, et L. Ciocca, « Design and Rapid Manufacturing of anatomical prosthesis for facial rehabilitation », *International Journal on Interactive Design and Manufacturing*, vol. 7, p. 1-12, 2012.

[15] I. Gibson, D. W. Rosen, B. Stucker, I. Gibson, D. W. Rosen, et B. Stucker, « The Use of Multiple Materials in Additive Manufacturing », in *Additive Manufacturing Technologies*, Springer US, 2010, p. 423-436.

[16] D. Mohamad Yunos, O. Bretcanu, et A. Boccaccini, « Polymer-bioceramic composites for tissue engineering scaffolds », *Journal of Materials Science*, vol. 43, n° 13, p. 4433-4442, 2008.

[17] W. Zhou, S. Lee, M. Wang, W. Cheung, et W. Ip, « Selective laser sintering of porous tissue engineering scaffolds from poly(L-lactide)/carbonated hydroxyapatite nanocomposite microspheres », *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 19, n° 7, p. 2535-2540, 2008.

[18] J. Tan, C. Chua, et K. Leong, « Fabrication of channeled scaffolds with ordered array of micro-pores through microsphere leaching and indirect Rapid Prototyping technique », *Biomedical Microdevices*, vol. 15, p. 1-14, 2012.

[19] S. Park, G. Kim, Y. Jeon, Y. Koh, et W. Kim, « 3D polycaprolactone scaffolds with controlled pore structure using a rapid prototyping system », *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 20, n° 1, p. 229-234, 2009.

[20] S. Dingal, T. Pradhan, J. Sundar, A. Choudhury, et S. Roy, « The application of Taguchi's method in the experimental investigation of the laser sintering process », *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 38, n° 9, p. 904-914, 2008.

[21] S. Kumar, « Selective laser sintering: A qualitative and objective approach », *JOM Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, vol. 55, n° 10, p. 43-47, 2003.

[22] W. Zhou, D. Heesom, et P. Georgakis, « Enhancing User-Centered Design by Adopting the Taguchi Philosophy », in *Human-Computer Interaction. Interaction Design and Usability*, vol. 4550, J. Jacko, Éd. Springer Berlin / Heidelberg, 2007, p. 350-359.

[23] G. Taguchi, *Introduction to quality engineering: designing quality into products and processes*. 1986.

[24] « SEER Training: Structure of Bone Tissue ». [Online]. Available: <http://training.seer.cancer.gov/anatomy/skeletal/tissue.html>. [Accessed: 27-févr-2012].

[25] L. L. Hench, R. J. Splinter, W. C. Allen, et T. K. Greenlee, « Bonding mechanisms at the interface of ceramic prosthetic materials », *Journal of Biomedical Materials Research*, vol. 5, n° 6, p. 117-141, 1971.

[26] « Le tissu osseux ». [Online]. Available: <http://dossier.univ-st-etienne.fr/lbto/www/tissu-osseux/index.html>. [Accessed: 28-févr-2012].

- [27] K. Kirchhof, K. Hristova, N. Krasteva, G. Altankov, et T. Groth, « Multilayer coatings on biomaterials for control of MG-63 osteoblast adhesion and growth », *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 20, n° 4, p. 897-907, 2009.
- [28] W. J. Boyle, W. S. Simonet, et D. L. Lacey, « Osteoclast differentiation and activation », *Nature*, vol. 423, n° 6937, p. 337-342, mai 2003.
- [29] J. Brinkmann, T. Hefti, F. Schlottig, N. D. Spencer, et H. Hall, « Response of osteoclasts to titanium surfaces with increasing surface roughness: an in vitro study », *Biointerphases*, vol. 7, n° 1-4, p. 34, déc. 2012.
- [30] G. A. Ateshian, B. Morrison III, J. W. Holmes, et C. T. Hung, « Mechanics of cell growth », *Mechanics Research Communications*, vol. 42, n° 0, p. 118-125, juin 2012.
- [31] P. Nassoy et C. Lamaze, « Stressing caveolae new role in cell mechanics », *Trends in Cell Biology*, vol. 22, n° 7, p. 381-389, juill. 2012.
- [32] A. Butscher, M. Bohner, S. Hofmann, L. Gauckler, et R. Müller, « Structural and material approaches to bone tissue engineering in powder-based three-dimensional printing », *Acta Biomaterialia*, vol. 7, n° 3, p. 907-920, mars 2011.
- [33] J. Combes, « Etude de l'adhésion d'ostéoblastes sur substituts apatitiques par microscopie à force atomique », 28-avr-2009. [Online]. Available: http://hal.archives-ouvertes.fr/index.php?halsid=h1gfo5jsu226svqi8t98erm0b0&view_this_doc=tel-00445705&version=1. [Accessed: 27-oct-2010].
- [34] S. Byers, J. D. Nuttall, A. C. Crawley, J. J. Hopwood, K. Smith, et N. L. Fazzalari, « Effect of enzyme replacement therapy on bone formation in a feline model of mucopolysaccharidosis type VI », *Bone*, vol. 21, n° 5, p. 425-431, nov. 1997.
- [35] B. B. Aggarwal et B. Sung, « Pharmacological basis for the role of curcumin in chronic diseases: an age-old spice with modern targets », *Trends in Pharmacological Sciences*, vol. 30, n° 2, p. 85-94, févr. 2009.
- [36] K. Uchida, O. T. Khor, T. Oya, T. Osawa, Y. Yasuda, et T. Miyata, « Protein modification by a Maillard reaction intermediate methylglyoxal: Immunochemical detection of fluorescent 5-methylimidazolone derivatives in vivo », *FEBS Letters*, vol. 410, n° 2-3, p. 313-318, juin 1997.
- [37] D. Magalhães-Padilha, G. Fonseca, K. Haag, A. Wischral, M. Gastal, K. Jones, J. Geisler-Lee, J. Figueiredo, et E. Gastal, « Long-term in vitro culture of ovarian cortical tissue in goats: effects of FSH and IGF-I on preantral follicular development and FSH and IGF-I receptor mRNA expression », *Cell and Tissue Research*, vol. 350, n° 3, p. 1-9, 2012.
- [38] « Données sur le marché des biomatériaux | PSEVS ». [Online]. Available: http://www.psevs.eu/index.php?option=com_k2&view=item&id=6:donnees-marche-biomateriaux&Itemid=18. [Accessed: 29-oct-2012].

- [39] MEEDDM / CGDD, « 2. Filière «BIOMATERIAUX» », MEEDDM / CGDD, Biomasse matériaux, 2009.
- [40] J.-L. Pariente, L. Bordenave, et P. Conort, « Biomatériaux, biomatériels et biocompatibilité », in *Progrès en urologie*, 2005, vol. 15, p. 887-890.
- [41] L. Sedel, D. Hannouche, A. Meunier, D. L. Avramoglou, et H. Petite, « Ingénierie tissulaire en chirurgie orthopédique et traumatologique », *Pathologie Biologie*, vol. 53, n° 3, p. 129-130, avr. 2005.
- [42] « Bio-matériaux (Fr).pdf (Objet application/pdf) ». [Online]. Available: [http://averousl.free.fr/fichiers/Bio-matériaux%20\(Fr\).pdf](http://averousl.free.fr/fichiers/Bio-matériaux%20(Fr).pdf). [Accessed: 11-avr-2012].
- [43] R. . Wyre et S. Downes, « An in vitro investigation of the PEMA/THFMA polymer system as a biomaterial for cartilage repair », *Biomaterials*, vol. 21, n° 4, p. 335-343, févr. 2000.
- [44] S. Drotleff, U. Lungwitz, M. Breunig, A. Dennis, T. Blunk, J. Tessmar, et A. Göpferich, « Biomimetic polymers in pharmaceutical and biomedical sciences », *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, vol. 58, n° 2, p. 385-407, sept. 2004.
- [45] H. I. Kim, S. J. Park, S. I. Kim, N. G. Kim, et S. J. Kim, « Electroactive polymer hydrogels composed of polyacrylic acid and poly(vinyl sulfonic acid) copolymer for application of biomaterial », *Synthetic Metals*, vol. 155, n° 3, p. 674-676, déc. 2005.
- [46] D. G. Anderson, D. Putnam, E. B. Lavik, T. A. Mahmood, et R. Langer, « Biomaterial microarrays: rapid, microscale screening of polymer–cell interaction », *Biomaterials*, vol. 26, n° 23, p. 4892-4897, août 2005.
- [47] Y. S. Lipatov, « Polymer blends and interpenetrating polymer networks at the interface with solids », *Progress in Polymer Science*, vol. 27, n° 9, p. 1721-1801, nov. 2002.
- [48] W. Cao et L. L. Hench, « Bioactive materials », *Ceramics International*, vol. 22, n° 6, p. 493-507, 1996.
- [49] J.-H. Lee, H.-E. Kim, et Y.-H. Koh, « Highly porous titanium (Ti) scaffolds with bioactive microporous hydroxyapatite/TiO₂ hybrid coating layer », *Materials Letters*, vol. 63, n° 23, p. 1995-1998, sept. 2009.
- [50] H. U. Lee, Y. S. Jeong, S. Y. Park, S. Y. Jeong, H. G. Kim, et C. R. Cho, « Surface properties and cell response of fluoridated hydroxyapatite/TiO₂ coated on Ti substrate », *Current Applied Physics*, vol. 9, n° 2, p. 528-533, mars 2009.
- [51] S. Sathish, M. Geetha, S. T. Aruna, N. Balaji, K. S. Rajam, et R. Asokamani, « Studies on plasma sprayed bi-layered ceramic coating on bio-medical Ti–13Nb–13Zr alloy », *Ceramics International*, vol. 37, n° 4, p. 1333-1339, mai 2011.

- [52] N. Omel'yanenko, O. Malakhov, G. Sukhikh, O. Kozhevnikov, I. Karpov, et I. Petrov, « Effect of embryonic bone tissue on bone regeneration », *Bulletin of Experimental Biology and Medicine*, vol. 130, n° 4, p. 1017-1021, 2000.
- [53] K. N. Ekdahl, J. Hong, O. A. Hamad, R. Larsson, et B. Nilsson, « Evaluation of the Blood Compatibility of Materials, Cells, and Tissues: Basic Concepts, Test Models, and Practical Guidelines », in *Complement Therapeutics*, vol. 734, J. D. Lambris, V. M. Holers, et D. Ricklin, Éd. Springer US, 2013, p. 257-270.
- [54] B. Grosogeat et J. Brugirard, « Les essais de corrosion des biomatériaux : leurs usages, leurs limites, leurs fondements », *Matériaux et techniques*, vol. 89, n° 5-6, p. 15-28, 2001.
- [55] N. Raison-Peyron, « Implants et prothèses (hors dentisterie) et allergie aux métaux », *Revue Française d'Allergologie*, vol. 50, Supplement 2, n° 0, p. S23-S28, 2010.
- [56] P. Conort et J. L. Pariente, « Biomatériaux synthétiques et métaux : application aux prothèses urétrales », in *Progrès en urologie*, 2005, vol. 15, p. 925-941.
- [57] F. GUILLEMOT, « Etude métallurgique d'alliages de titane pour applications biomédicales », Thèse, I.N.S.A. de Rennes, 2000.
- [58] A. Breithaupt-Faloppa, W. de Lima, R. Oliveira-Filho, et J. Kleinheinz, « In vitro behaviour of endothelial cells on a titanium surface », *Head & Face Medicine*, vol. 4, n° 1, p. 1-9, 2008.
- [59] K. Schwager, « Titanium as a biomaterial for ossicular replacement: results after implantation in the middle ear of the rabbit », *European Archives of Oto-Rhino-Laryngology*, vol. 255, n° 8, p. 396-401, 1998.
- [60] E. Zhang, H. Chen, et F. Shen, « Biocorrosion properties and blood and cell compatibility of pure iron as a biodegradable biomaterial », *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 21, n° 7, p. 2151-2163, 2010.
- [61] D. A. Puleo et A. Nanci, « Understanding and controlling the bone-implant interface », *Biomaterials*, vol. 20, n° 23-24, p. 2311-2321, déc. 1999.
- [62] M. Mehta, K. Schmidt-Bleek, G. N. Duda, et D. J. Mooney, « Biomaterial delivery of morphogens to mimic the natural healing cascade in bone », *Advanced Drug Delivery Reviews*, vol. 64, n° 12, p. 1257-1276, sept. 2012.
- [63] J. E. Davies, « Bone bonding at natural and biomaterial surfaces », *Biomaterials*, vol. 28, n° 34, p. 5058-5067, déc. 2007.
- [64] T. C. Holmes, « Novel peptide-based biomaterial scaffolds for tissue engineering », *Trends in Biotechnology*, vol. 20, n° 1, p. 16-21, janv. 2002.
- [65] C. Y. Lin, N. Kikuchi, et S. J. Hollister, « A novel method for biomaterial scaffold internal architecture design to match bone elastic properties with desired porosity », *Journal of Biomechanics*, vol. 37, n° 5, p. 623-636, mai 2004.

- [66] F. Dartigues, « La précipitation à la solidification du monoborure de titane dans l'alliage de titane (Ti-6Al-4V) peut-elle modifier sa microstructure et son comportement mécanique ? », Université Sciences et Technologies - Bordeaux I, 2004.
- [67] D. M. Stefanescu et ASM, *ASM Handbook: Volume 15: Casting*, 9^e éd. ASM International, 1988.
- [68] A. I. H. Committee, *ASM Handbook: Volume 7: Powder Metal Technologies and Applications*, 2nd éd. ASM International, 1998.
- [69] P. Bertrand, F. Bayle, C. Combe, P. Goeriot, et I. Smurov, « Ceramic components manufacturing by selective laser sintering », *Applied Surface Science*, vol. 254, n° 4, p. 989-992, déc. 2007.
- [70] D. K. Pattanayak, A. Fukuda, T. Matsushita, M. Takemoto, S. Fujibayashi, K. Sasaki, N. Nishida, T. Nakamura, et T. Kokubo, « Bioactive Ti metal analogous to human cancellous bone: Fabrication by selective laser melting and chemical treatments », *Acta Biomaterialia*, vol. 7, n° 3, p. 1398-1406, mars 2011.
- [71] F. E. Wiria, K. F. Leong, C. K. Chua, et Y. Liu, « Poly-[epsilon]-caprolactone/hydroxyapatite for tissue engineering scaffold fabrication via selective laser sintering », *Acta Biomaterialia*, vol. 3, n° 1, p. 1-12, janv. 2007.
- [72] J. W. Lee, P. X. Lan, B. Kim, G. Lim, et D.-W. Cho, « 3D scaffold fabrication with PPF/DEF using micro-stereolithography », *Microelectronic Engineering*, vol. 84, n° 5-8, p. 1702-1705, mai 2007.
- [73] L. Elomaa, S. Teixeira, R. Hakala, H. Korhonen, D. W. Grijpma, et J. V. Seppälä, « Preparation of poly(ϵ -caprolactone)-based tissue engineering scaffolds by stereolithography », *Acta Biomaterialia*, vol. 7, n° 11, p. 3850-3856, nov. 2011.
- [74] K. A. Mumtaz, P. Erasenthiran, et N. Hopkinson, « High density selective laser melting of Waspaloy® », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 195, n° 1-3, p. 77-87, janv. 2008.
- [75] I. Gibson, D. W. Rosen, et B. Stucker, « Development of Additive Manufacturing Technology », in *Additive Manufacturing Technologies*, Boston, MA: Springer US, 2010, p. 17-39.
- [76] « Micro Stéréolithographie : Le Prototypage Rapide de Haute Précision : Présentation ». [Online]. Available: http://www.stereolithographie.fr/presentation_stereolithographie.htm. [Accessed: 18-juin-2012].
- [77] K. Arcaute, B. Mann, et R. Wicker, « Stereolithography of spatially controlled multi-material bioactive poly(ethylene glycol) scaffolds », *Acta Biomaterialia*, vol. 6, n° 3, p. 1047-1054, mars 2010.
- [78] P. Lan, J. Lee, Y.-J. Seol, et D.-W. Cho, « Development of 3D PPF/DEF scaffolds using micro-stereolithography and surface modification », *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 20, n° 1, p. 271-279, 2009.

- [79] G. Tang, H. Zhang, Y. Zhao, X. Li, X. Yuan, et M. Wang, « Prolonged release from PLGA/HAp scaffolds containing drug-loaded PLGA/gelatin composite microspheres », *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, vol. 23, n° 2, p. 419-429, 2012.
- [80] E. C. Santos, M. Shiomi, K. Osakada, et T. Laoui, « Rapid manufacturing of metal components by laser forming », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 46, n° 12-13, p. 1459-1468, oct. 2006.
- [81] D. K. Pattanayak, A. Fukuda, T. Matsushita, M. Takemoto, S. Fujibayashi, K. Sasaki, N. Nishida, T. Nakamura, et T. Kokubo, « Bioactive Ti metal analogous to human cancellous bone: Fabrication by selective laser melting and chemical treatments », *Acta Biomaterialia*, vol. 7, n° 3, p. 1398-1406, mars 2011.
- [82] Y.-J. Seol, J. Y. Kim, E. K. Park, S.-Y. Kim, et D.-W. Cho, « Fabrication of a hydroxyapatite scaffold for bone tissue regeneration using microstereolithography and molding technology », *Microelectronic Engineering*, vol. 86, n° 4-6, p. 1443-1446, avr. 2009.
- [83] V. Karageorgiou et D. Kaplan, « Porosity of 3D biomaterial scaffolds and osteogenesis », *Biomaterials*, vol. 26, n° 27, p. 5474-5491, sept. 2005.
- [84] U.-J. Kim, J. Park, H. Joo Kim, M. Wada, et D. L. Kaplan, « Three-dimensional aqueous-derived biomaterial scaffolds from silk fibroin », *Biomaterials*, vol. 26, n° 15, p. 2775-2785, mai 2005.
- [85] T. P. Kunzler, T. Drobek, M. Schuler, et N. D. Spencer, « Systematic study of osteoblast and fibroblast response to roughness by means of surface-morphology gradients », *Biomaterials*, vol. 28, n° 13, p. 2175-2182, mai 2007.
- [86] P. N. De Aza, Z. B. Luklinska, C. Santos, F. Guitian, et S. De Aza, « Mechanism of bone-like formation on a bioactive implant in vivo », *Biomaterials*, vol. 24, n° 8, p. 1437-1445, avr. 2003.
- [87] W. Cao et L. L. Hench, « Bioactive materials », *Ceramics International*, vol. 22, n° 6, p. 493-507, 1996.
- [88] « Hydroxyapatite - Properties and Applications », 14-oct-2009. [Online]. Available: <http://www.azom.com/Details.asp?ArticleID=107>. [Accessed: 14-oct-2009].
- [89] I. Gibson, D. W. Rosen, B. Stucker, I. Gibson, D. W. Rosen, et B. Stucker, « Design for Additive Manufacturing », in *Additive Manufacturing Technologies*, Springer US, 2010, p. 283-316.
- [90] T. Jollivet, A. Darfeuille, B. Verquin, et S. Pillot, « Rapid manufacturing of polymer parts by selective laser sintering », *International Journal of Material Forming*, vol. 2, n° 0, p. 697-700, 2009.
- [91] C. J. Jagger, T. J. Chambers, et J. W. M. Chow, « Stimulation of bone formation by dynamic mechanical loading of rat caudal vertebrae is not suppressed by 3-amino-1-hydroxypropylidene-1-bisphosphonate (AHPPrBP) », *Bone*, vol. 16, n° 3, p. 309-313, mars 1995.

- [92] T. Landete-Castillejos, J. D. Currey, J. A. Estevez, E. Gaspar-López, A. Garcia, et L. Gallego, « Influence of physiological effort of growth and chemical composition on antler bone mechanical properties », *Bone*, vol. 41, n° 5, p. 794-803, nov. 2007.
- [93] S. Judex et R. . Zernicke, « Does the mechanical milieu associated with high-speed running lead to adaptive changes in diaphyseal growing bone? », *Bone*, vol. 26, n° 2, p. 153-159, févr. 2000.
- [94] S. J. Mellon et K. E. Tanner, « Bone and its adaptation to mechanical loading: a review », *International Materials Reviews*, vol. 57, n° 5, p. 235-255, 2012.
- [95] « Tolerance tissulaire », 27-oct-2009. [Online]. Available: <http://membres.lycos.fr/atollimplant/tolerance.htm>. [Accessed: 27-oct-2009].
- [96] D. Crépin et R. Robin, *Résolution de problèmes*. Editions d'Organisation, 2001.
- [97] M. Csele, *Fundamentals of Light Sources and Lasers*. Wiley, 2004.
- [98] G. A. Roberts, G. Krauss, et R. L. Kennedy, *Tool Steels, 5th Ed.* ASM International, 1998.
- [99] A. S. for Metals, *Metals Handbook. Volume 2: Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Pure Metals*, 9th éd. Asm Intl, 1989.
- [100] C. L. Yaws, *Handbook of Thermal Conductivity, Volume 4:: Inorganic Compounds and Elements*, 1^{re} éd. Gulf Professional Publishing, 1997.
- [101] D. N. Nikogosyan, *Properties of Optical and Laser-Related Materials: A Handbook*, 1^{re} éd. Wiley, 1997.
- [102] G. Tani, L. Tomesani, G. Campana, et A. Fortunato, « Evaluation of molten pool geometry with induced plasma plume absorption in laser-material interaction zone », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 47, n° 6, p. 971-977, mai 2007.
- [103] R. Rozman, I. Grabec, et E. Govekar, « Influence of absorption mechanisms on laser-induced plasma plume », *Applied Surface Science*, vol. 254, n° 11, p. 3295-3305, mars 2008.
- [104] M. Rahman et V. Cooray, « NO_x generation in laser-produced plasma in air as a function of dissipated energy », *Optics & Laser Technology*, vol. 35, n° 7, p. 543-546, oct. 2003.
- [105] T. H. C. Childs, C. Hauser, et M. Badrossamay, « Mapping and Modelling Single Scan Track Formation in Direct Metal Selective Laser Melting », *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, vol. 53, n° 1, p. 191-194, 2004.
- [106] J. C. Kneip, B. Martin, A. Loredó, S. Mattei, et D. Grevey, « Heat transfer in semi-transparent materials during laser interaction », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 155-156, p. 1805-1809, nov. 2004.
- [107] G. Tani, L. Tomesani, G. Campana, et A. Fortunato, « Evaluation of molten pool geometry with induced plasma plume absorption in laser-material interaction zone », *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, vol. 47, n° 6, p. 971-977, mai 2007.

- [108] J. F. Li, L. Li, et F. H. Stott, « Comparison of volumetric and surface heating sources in the modeling of laser melting of ceramic materials », *International Journal of Heat and Mass Transfer*, vol. 47, n° 6-7, p. 1159-1174, mars 2004.
- [109] M. Pillet, *Les Plans d'expériences pour la méthode TAGUCHI*. Editions d'Organisation, 1997.
- [110] G. Baillargeon, *Méthode Taguchi: Détermination des paramètres*. Smg, 1999.
- [111] P. Souvay, *Plans d'expériences. Méthode Taguchi*. AFNOR, 2002.
- [112] X. Xu, S. Xu, L. Jin, et E. Song, « Characteristic analysis of Otsu threshold and its applications », *Pattern Recognition Letters*, vol. 32, n° 7, p. 956-961, mai 2011.
- [113] I. Yadroitsev, M. Pavlov, et S. I. Bertrand Ph, « Mechanical properties of samples fabricated by selective laser melting », *14èmes Assises Européennes du Prototypage & Fabrication Rapide, Paris*, 2009.
- [114] W. D. Callister et A. Morin, *Science et génie des matériaux*. Modulo, 2001.
- [115] D. Spénlé et R. Gourhant, *Guide du calcul en mécanique : Maîtriser la performance des systèmes industriels*. Hachette, 2003.
- [116] J. D. B. Featherstone et D. Fried, « Fundamental Interactions of Lasers with Dental Hard Tissues », *Medical Laser Application*, vol. 16, n° 3, p. 181-194, 2001.
- [117] J. Delarosette, E. Collins, A. Bachmann, B. Choi, G. Muir, O. Reich, F. Gomezsancho, S. Tabatabaei, et H. Woo, « Historical Aspects of Laser Therapy for Benign Prostatic Hyperplasia », *European Urology Supplements*, vol. 7, p. 363-369, avr. 2008.
- [118] A. G. Paleocrassas et J. F. Tu, « Inherent instability investigation for low speed laser welding of aluminum using a single-mode fiber laser », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 210, n° 10, p. 1411-1418, juill. 2010.
- [119] A. Sinha, *Physical Metallurgy Handbook*, 1^{re} éd. McGraw-Hill Professional, 2002.
- [120] T. B. Massalski, *Binary Alloy Phase Diagrams*, 2nd (3 volumes). Asm Intl, 1990.
- [121] E. Levin et American Ceramic Society., *Phase diagrams for ceramists*. Columbus Ohio: American Ceramic Society, 1964.
- [122] E. M. Levin et et al, *Phase Diagrams for Ceramists: 1969 Supplementt Vol and Vol 2 combined*. American Ceramic Society, 1985.
- [123] R. S. Smith, M. A. Clevinger, D. McKenna, et G. Smith, *Phase Diagrams for Ceramists: Cumulative Index for Volumes I-V*. The American Ceramic Society, 1984.
- [124] E. M. Levin et et al, *Phase Diagrams for Ceramists: Volume III Figures 4150-4999*. American Ceramic Society, 1975.
- [125] Y. Combres et B. Champin, *Traitements Thermiques des Alliges de Titane*. Ed. Techniques Ingénieur, 1991.

- [126] F. PRIMA, « Etude métallurgique d'un nouvel alliage de titane bêta-métastable », Thèse, I.N.S.A de Rennes, 2000.
- [127] B. Soegijono et P. Guiraldenq, « Etude des interfaces métal-céramique sur des alliages Co-Cr-Mo: rôle d'une addition de tungstène (W) et de manganèse(Mn) = The study of metal-ceramic interface for Co-Cr-Mo alloy: role of an addition element of tungstene and manganese ». [Online]. Available: <http://cat.inist.fr/?aModele=afficheN&cpsidt=149004>. [Accessed: 18-mars-2013].
- [128] Y. COMBRES, « Propriétés du titane et de ses alliages », *Techniques de l'Ingénieur*, MB5 M, vol. 557, 1999.
- [129] T. Traini, C. Mangano, R. L. Sammons, F. Mangano, A. Macchi, et A. Piattelli, « Direct laser metal sintering as a new approach to fabrication of an isoelastic functionally graded material for manufacture of porous titanium dental implants », *Dental Materials*, vol. 24, n° 11, p. 1525-1533, nov. 2008.
- [130] W. Bonfield et A. E. Tully, « Ultrasonic analysis of the Young's modulus of cortical bone », *Journal of Biomedical Engineering*, vol. 4, n° 1, p. 23-27, janv. 1982.
- [131] A. Sharir, M. M. Barak, et R. Shahar, « Whole bone mechanics and mechanical testing », *The Veterinary Journal*, vol. 177, n° 1, p. 8-17, juill. 2008.
- [132] E. A. Avallone et T. Baumeister, *Marks' Standard Handbook for Mechanical Engineers*, 10^e éd. McGraw-Hill Professional, 1996.
- [133] R. Donnelly, R. Majithiya, T. Singh, D. Morrow, M. Garland, Y. Demir, K. Migalska, E. Ryan, D. Gillen, C. Scott, et A. Woolfson, « Design, Optimization and Characterisation of Polymeric Microneedle Arrays Prepared by a Novel Laser-Based Micromoulding Technique », *Pharmaceutical Research*, vol. 28, n° 1, p. 41-57, 2011.
- [134] H. El Cheikh, B. Courant, S. Branchu, X. Huang, J.-Y. Hascoët, et R. Guillén, « Direct Laser Fabrication process with coaxial powder projection of 316L steel. Geometrical characteristics and microstructure characterization of wall structures », *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 50, n° 12, p. 1779-1784, déc. 2012.
- [135] E. A. Lavinskaya, S. Martemianov, J. -B. Saulnier, et N. A. Fomin, « Limited-Projection Laser Tomography of Combined Gasdynamic Flows », *Journal of Engineering Physics and Thermophysics*, vol. 77, n° 5, p. 979-989, 2004.
- [136] W. Piekarska et M. Kubiak, « Modeling of thermal phenomena in single laser beam and laser-arc hybrid welding processes using projection method », *Applied Mathematical Modelling*, n° 0.
- [137] M. Kazaryan et Y. Timofeev, « Spectral conversion in projection laser microscopes », *Journal of Russian Laser Research*, vol. 17, n° 5, p. 495-500, 1996.

Liste des figures

Figure 1 Représentation schématique d'une partie compacte et spongieuse d'un os [24]	6
Figure 2 Image MEB d'une partie d'un os compact [26].....	6
Figure 3 Reconstitution d'os trabéculaire selon l'âge des sujets [26].....	7
Figure 4 Schéma des différentes phases du remodelage osseux [33].....	9
Figure 5 Les différentes prothèses du corps humain.....	13
Figure 6 Processus réactionnels à l'interface os-implant (a) l'absorption des protéines à partir du sang et des fluides corporelle, (b) désorption des protéines, (c) changement de la surface, (d) réaction inflammatoire, (e) réalisation d'une matrice de protéine et adsorption de certaines protéines BSP et OPN, (f) formation d'une membrane et adhésion ostéoblastique, (g) croissance de l'os du côté de l'implant et de l'os, (h) remodelage osseux [61]	14
Figure 7 Classification des différents procédés selon leurs phénomènes physiques	17
Figure 8 Etapes de fabrication d'une pièce de la conception à la pièce finie.....	18
Figure 9 Schéma de principe de la microstéréolithographie (StereoLithogrAphy ou SLA) [76]	19
Figure 10 Exemple de réalisation d'une pièce scaffold réalisée par SLS (PPF/DEF) [72]..	19
Figure 11 Structure complexe réalisée en SLM [80].....	20
Figure 12 Structure réalisée par SLM en Titane [81].....	20
Figure 13 Impact de la rugosité sur le développement cellulaire a. nombre d'ostéoblastes (rat) pour différentes rugosités b. nombre de fibroblastes (humain) pour différentes rugosités [85].....	21
Figure 14 Schéma représentant un implant scaffold avec les différents canaux et sites primaires d'ossification.....	21
Figure 15 Propriétés mécaniques des différentes familles de matériaux pour les applications médicales [32]	23
Figure 16 Représentation schématique de la SLM 250 (REALIZER).....	26
Figure 17 Diagramme d'Ishikawa mettant en évidence les points clef d'un procédé fiable	26
Figure 18 Schéma des réglages possible avec la machine de référence (plateau de fabrication, beam waist, référence).....	27
Figure 19 Position du beam waist selon la hauteur du plateau de fabrication.....	28

Figure 20 Définition du profil laser et de la taille du spot pour un diamètre de spot $\varnothing=80\mu\text{m}$	28
Figure 21 Représentation de la densité de puissance par rapport au rayon Sigma théorique du faisceau laser	29
Figure 22 Schéma du déplacement laser avec les paramètres associé.....	30
Figure 23 Schéma des pertes énergétiques lors de l'irradiation laser sur un lit de poudre ...	32
Figure 24 Cliché MEB de la poudre du T40 a. vue générale b. vue en coupe après attaque chimique.....	33
Figure 25 Répartition granulométrique de la poudre de titane T40.....	33
Figure 26 Cliché MEB de la poudre du CoCrMo a. vue générale b. vue en coupe.....	34
Figure 27 Répartition granulométrique de la poudre de CoCrMo.....	34
Figure 28 Etude de variabilité pour la détermination du nombre d'image minimum	40
Figure 29 Exemple de détermination du taux de porosité a) histogramme de l'image b) binarisation par la méthode Otsu c) image de référence d) binarisation avec (moyenne-écart type)	40
Figure 30 Distribution de la taille des pores d'une image	41
Figure 31 Position du barycentre des pores indiquant leurs répartitions spatial.....	41
Figure 32 Eprouvette cylindrique utilisée pour les essais de traction	43
Figure 33 Dispositif de mesure de la déformation.....	43
Figure 34 Représentation du cordon réalisé avec un rayonnement laser définit.....	46
Figure 35 Vue d'ensemble des essais réalisés sur le CoCrMo et T40	48
Figure 36 Observation des surfaces latérale des échantillons du plan L25.....	49
Figure 37 Mesure des rugosités des échantillons du CoCrMo pour les surfaces supérieures et les surfaces latérales.....	49
Figure 38 Mesure des rugosités des échantillons du titane T40 pour les surfaces supérieures et les surfaces latérales.....	50
Figure 39 Répartition du taux de porosité du CoCrMo après application de la table L25 ..	51
Figure 40 Vue en coupe de pièce en CoCrMo la plus poreuse et la plus dense.....	51
Figure 41 Répartition du taux de porosité du T40 après application de la table L25.....	52
Figure 42 Vue en coupe de pièce en T40 la plus poreuse et la plus dense	52
Figure 43 Observation des porosités en détail.....	53

Figure 44 Représentation du taux de porosité selon l'énergie et le rapport P_{dist}/D pour le CoCrMo et le T40.....	53
Figure 45 Répartition des essais selon l'énergie délivrée, le taux de porosité et le rapport P_{dist}/D pour le CoCrMo et le T40.....	54
Figure 46 Graphs des effets du plan L25 appliqué au CoCrMo cas de la rugosité.....	57
Figure 47 Graphs des effets du plan L25 appliqué au CoCrMo cas de la porosité	57
Figure 48 Graphs des effets du plan L25 appliqué au T40 cas de la rugosité	58
Figure 49 Graphs des effets du plan L25 appliqué au T40 cas de la porosité.....	59
Figure 50 Graph des effets du plan L8 appliqué au CoCrMo	63
Figure 51 Image MEB de la surface des échantillons CoCrMo et T40.....	64
Figure 52 Structure observée par microscopie optique du CoCrMo (cube 13 et cube 8) a) dense et b) poreux	64
Figure 53 Structure observée par microscopie optique du T40 (cube 2 et cube 8) a) dense et b) poreux.....	65
Figure 54 Cliché MEB d'une porosité mettant en évidence des agglomérés de poudre.....	65
Figure 55 Diffractogrammes de rayons X de la poudre et de différents échantillons de CoCrMo	66
Figure 56 Diagramme de phase du Co-Cr [120].....	66
Figure 57 Cristallographie du titane [125]	67
Figure 58 Diffractogrammes de rayons X de la poudre et de différents échantillons de titane T40	68
Figure 59 Représentation du flux de chaleur selon le rayon de spot considéré	70
Figure 60 Conditions limite du modèle	71
Figure 61 Définition du maillage du modèle numérique.....	71
Figure 62 Conduction thermique et chaleur spécifique du titane T40 en fonction de la température.....	72
Figure 63 Application du flux de chaleur sans mouvement.....	73
Figure 64 Application du flux de chaleur après 8 cycles	74
Figure 65 Modèle appliqué ($t_{\text{expo}}=300 \mu\text{s}$ et $P_{\text{dist}}=50 \mu\text{m}$) avec une durée de cycle de $1,06 \times 10^{-2} \text{ s}$	75

Figure 66 Modèle appliqué ($t_{\text{expo}}=20 \mu\text{s}$ et $P_{\text{dist}}=65 \mu\text{m}$) avec une durée de cycle de $1,56 \times 10^{-3} \text{ s}$	75
Figure 67 Champs de température atteint durant l'irradiation sur la surface supérieure du modèle	77
Figure 68 Enregistrement de la température d'une couche complète du plan L8	78
Figure 69 Courbes de refroidissement observées par caméra thermique pour les différentes conditions expérimentales testées dans le plan d'expériences L8	79
Figure 70 Définition des éprouvettes élaborées pour déterminer le module de Young	82
Figure 71 Courbe de traction enregistrée du CoCrMo pour les parties denses et poreuses	83
Figure 72 Observation des faciès type de rupture du CoCrMo.....	83
Figure 73 Courbe de traction enregistrée du T40 pour les parties denses et poreuses	84
Figure 74 Observation des faciès type de rupture du T40	84
Figure 75 Droites représentant le déplacement par rapport aux efforts du CoCrMo (dense, poreux)	85
Figure 76 Droites représentant le déplacement par rapport aux efforts du T40 (dense, poreux)	86
Figure 77 Représentation du module de Young par rapport au taux de porosité du CoCrMo et T40.....	87
Figure 78 Histogramme représentant les valeurs des propriétés mécaniques par rapport à l'os cortical du T40 et CoCrMo [130], [131].....	87
Figure 79 Structures mixtes réalisées avec différents taux de porosités	89
Figure 80 Modélisation des déformations d'une structure dense, mixte, poreuse	90
Figure 81 Vue en coupe du modèle 3D incluant les porosités connectées.....	91
Figure 82 Observations de microscopie optique d'essai préliminaires d'une structure 3D générée à partir du fichier CAO.....	91

Liste des tableaux

Tableau 1	Présentation non exhaustive des matériaux métalliques avec leurs applications .	12
Tableau 2	Types d'attachement entre l'implant et les tissus biologiques [48]	14
Tableau 3	Matrice de comparaison des procédés de fabrication additive.....	17
Tableau 4	Caractéristiques physiques et application numérique [100]	35
Tableau 5	Table des paramètres et niveaux de chaque paramètre associé L25 5 ⁶	37
Tableau 6	Table L25 5 ⁶ de la méthode TAGUCHI	37
Tableau 7	Table des paramètres et niveau de chaque paramètre associé L8 2 ⁷	38
Tableau 8	Table L8 2 ⁷ de la méthode TAGUCHI	38
Tableau 9	Table des paramètres avec les énergies correspondantes appliquées au CoCrMo et T40.....	47
Tableau 10	Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le CoCrMo avec objectif de rugosité	55
Tableau 11	Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le CoCrMo avec objectif de porosité	55
Tableau 12	Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le T40 avec objectif de rugosité.....	55
Tableau 13	Tableau des moyennes avec le calcul des effets moyen pour le T40 avec objectif de porosité	56
Tableau 14	Etude de la variance de la rugosité du CoCrMo	60
Tableau 15	Etude de la variance de la porosité du CoCrMo	60
Tableau 16	Etude de la variance de la rugosité du titane T40	60
Tableau 17	Etude de la variance de la porosité du titane T40	61

Liste des équations

Équation 1 Définition de la puissance selon le profil de distribution (gaussienne)	29
Équation 2 Valeur maximale de densité de puissance atteinte	29
Équation 3 Formule générale de l'énergie transmise	30
Équation 4 Temps estimé du traitement	30
Équation 5 Densité d'énergie	31
Équation 6 Energie massique théorique de fusion.....	31
Équation 7 Energie massique de fusion théorique avec $C_p(T)$	31
Équation 8 Estimation du module de Young selon l'effort et le déplacement	44
Équation 9 Estimation du déplacement dû à l'effort tranchant V_t [114], [115]	44
Équation 10 Estimation de la rugosité pour le CoCrMo après analyse de la variance	61
Équation 11 Estimation du taux de porosité pour le CoCrMo après analyse de la variance	61
Équation 12 Estimation de la rugosité pour le T40 après analyse de la variance	62
Équation 13 Estimation du taux de porosité pour le T40 après analyse de la variance	62
Équation 14 Formule générale du flux de chaleur intégrant le coefficient d'absorption	69
Équation 15 Durée d'un cycle de simulation	73

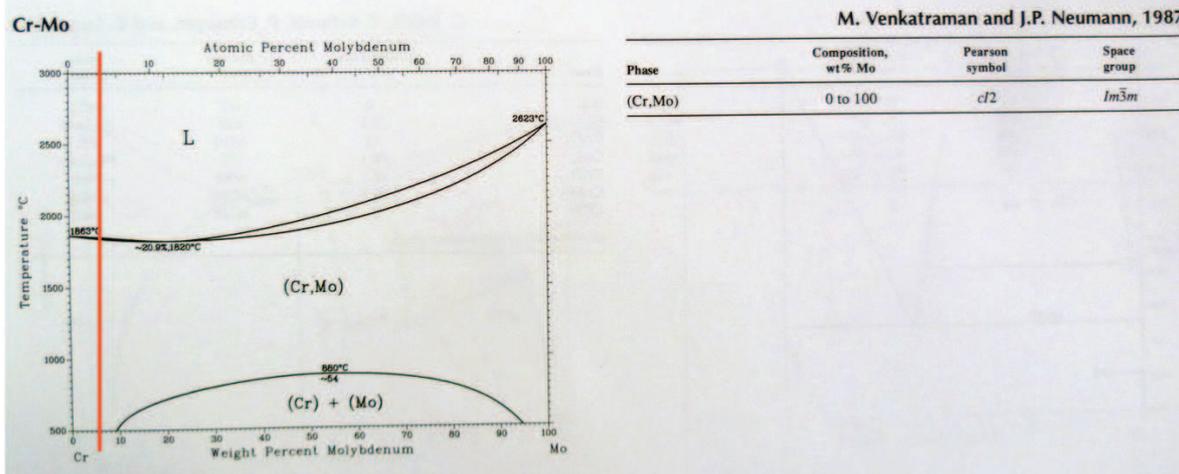
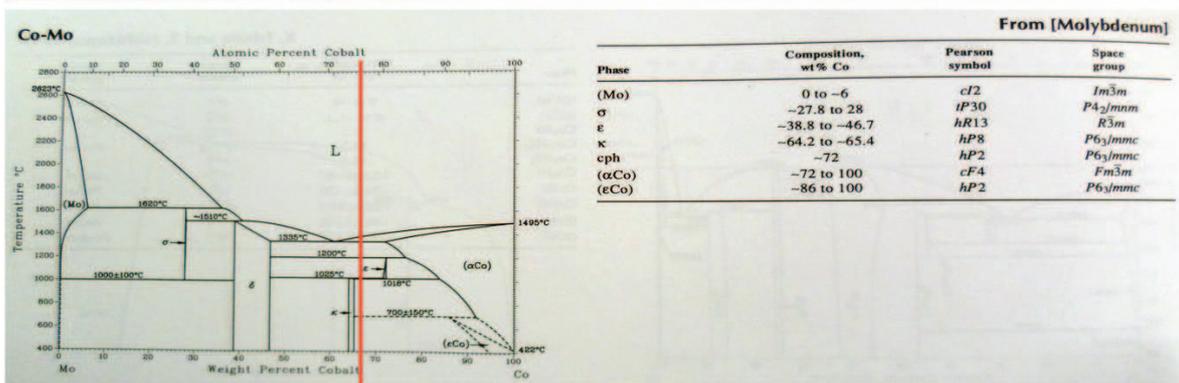
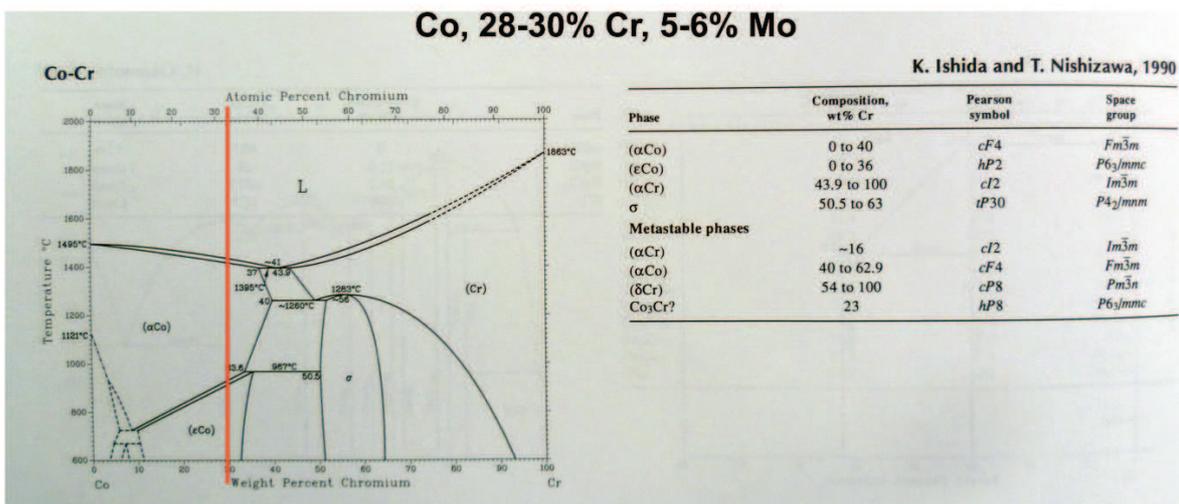
Annexe

Formules utilisées par la méthode Taguchi

Sources	S(i)	%	Ddl	V	F st	F exp
A	$S_A = \frac{N_{exp}}{m_A} \cdot \sum a_i^2$	$\%_{A} = 100 \times \frac{S_A}{S_T}$	$m_A - 1$	S/ddl		V_A/V_{RES}
B	S_B		$m_B - 1$			
AB						
RES	$S_T - S_A + S_B \dots$					
T	$S_T = \sum y_i^2 - \frac{(\sum y_i)^2}{N_{exp}}$					

Diagrammes de phases du CoCrMo

Co, 28-30% Cr, 5-6% Mo



RESUME DE LA THESE

TTRE DE LA THESE : MATTRISE STRUCTURALE DE MATERIAUX PAR FABRICATION ADDITIVE EN VUE D'APPLICATIONS BIO-MEDICALES

De nos jours, le domaine des implants est un des enjeux important pour notre civilisation pour permettre d'améliorer notre quotidien. Pour ce faire, une large offre de matériaux et de technologies existe offrant de nombreuses possibilités afin de répondre aux attentes chirurgicales. Plusieurs familles de matériaux coexistent : les polymères, les céramiques et les matériaux métalliques ainsi que différents procédés de mise en forme. Parmi ceux-ci, le procédé de micro fusion laser sur lit de poudre est un procédé prometteur permettant de réaliser des pièces de géométries complexes. C'est précisément cette technologie qui a été retenue. Pour cela, afin d'approfondir la connaissance du procédé et évaluer l'impact des paramètres sur les structures métallographiques, une orientation se tournant vers des matériaux métalliques tels que le CoCrMo et le titane T40 a été envisagée.

Ainsi, les objectifs de la thèse ont été de générer un matériau possédant de bonnes caractéristiques mécaniques ainsi qu'en faciliter son intégration dans un milieu biologique (implants). Pour ce faire, une structure de porosité contrôlée (pour faciliter le développement tissulaire) avec des propriétés mécaniques adaptées aux sollicitations est nécessaire. Le premier travail effectué fut donc une recherche préliminaire afin d'approfondir la connaissance du procédé, en particulier d'un point de vue énergétique et thermique. Afin d'identifier et d'évaluer l'impact des paramètres sur le taux de porosité et donc les propriétés mécaniques de la pièce, une méthode statistique de type Taguchi a été utilisée. Au travers de cette analyse, il est apparu que 3 paramètres inhérents au procédé (la distance entre tache laser, temps d'exposition et le pas de balayage) expliquent près de 80% des résultats. De plus, il est mis en évidence que les propriétés mécaniques d'une structure (module de Young et résistance à la rupture) peuvent être maîtrisées grâce au taux de porosité de cette dernière et permettre ainsi un rapprochement des propriétés mécaniques de l'os cortical. Pour ce faire, des caractérisations mécaniques ont donc été réalisées pour évaluer le module de Young et la résistance à la rupture des pièces avec différentes structures. Une maîtrise des propriétés peut donc être envisagée et peut même être adaptée en réalisant des structures mixtes alliant partie dense et partie poreuse.