

### Tribologie et vieillissement de prothèses totales de hanche en biocéramique, in vitro = in vivo? Enjeux scientifique et sociétal

Armelle Perrichon

### ► To cite this version:

Armelle Perrichon. Tribologie et vieillissement de prothèses totales de hanche en biocéramique, in vitro = in vivo? Enjeux scientifique et sociétal. Autre. Université de Lyon, 2017. Français. NNT : 2017LYSEM002 . tel-01665193

### HAL Id: tel-01665193 https://theses.hal.science/tel-01665193

Submitted on 15 Dec 2017

**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.





N°d'ordre NNT : 2017LYSEM002

### THESE de DOCTORAT DE L'UNIVERSITE DE LYON opérée au sein de

## l'Ecole des Mines de Saint-Etienne

### Ecole Doctorale N° 488 Sciences, Ingénierie, Santé

Spécialité de doctorat : SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX

Soutenue publiquement le 20/01/2017, par : Armelle Perrichon

## Tribologie et vieillissement de prothèses totales de hanche en biocéramique, *in vitro* = *in vivo* ? Enjeux scientifique et sociétal

Devant le jury composé de :

Boisgard, Stéphane	Professeur, CHU Clermont-Ferrand	Président
Richard, Caroline	Professeur, UFRT, Polytech'Tours, Tours	Rapporteur
Mitton, David	Directeur de Recherche, IFSTTAR, UCBL I, Br	on Rapporteur
Aurelle, Jean-Luc	Directeur Industriel, Directeur Général MENIX GROUP-SERF, Décines-Charpieu	Examinateur
Geringer, Jean	Docteur, Maître-assistant, EMSE, Saint-Etien	ne Directeur de thèse
Reynard, Bruno	Docteur, Directeur de Recherche CNRS ENS Lyon, Université de Lyon	Co-directeur de thèse
Chevalier, Jérôme	Professeur, INSA de Lyon Université de Lyon, Villeurbanne	Co-encadrant de thèse
Farizon, Frédéric	Professeur, CHU Saint-Etienne	Co-encadrant de thèse

Spécialités doctorales	Responsables :	Spécialités doctorales	Responsables
SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX	<ul> <li>K. Wolski Directeur de recherche</li> <li>S. Drapier, professeur</li> <li>F. Gruy, Maître de recherche</li> <li>B. Guy, Directeur de recherche</li> <li>D. Graillot, Directeur de recherche</li> </ul>	MATHEMATIQUES APPLIQUEES	O. Roustant, Maître-assistant
MECANIQUE ET INGENIERIE		INFORMATIQUE	O. Boissier, Professeur
GENIE DES PROCEDES		IMAGE, VISION, SIGNAL	JC. Pinoli, Professeur
SCIENCES DE LA TERRE		GENIE INDUSTRIEL	X. Delorme, Maître assistant
SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT		MICROELECTRONIQUE	Ph. Lalevée, Professeur

#### EMSE : Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'Etat ou d'une HDR)

	steneurs et enereneurs au	ch ch		
ABSI	Nabil	CR	Génie industriel	CMP
AUGUSTO	Vincent	CR	Image, Vision, Signal	CIS
AVRIL	Stéphane	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
BADEL	Pierre	MA(MDC)	Mécanique et ingénierie	CIS
BALBO	Flavien	PR2	Informatique	FAYOL
BASSEREAU	Jean-Francois	PR	Sciences et génie des matériaux	SMS
PATTON ULIPEPT	Miroillo	DD 2	Solonoos et génie de l'environnement	EAVOI
DEIGDEDED	Nil elle		Sciences et genie de renvironnement	FATOL
BEIGBEDER	Michel	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
BLAYAC	Sylvain	MA(MDC)	Microélectronique	СМР
BOISSIER	Olivier	PR1	Informatique	FAYOL
BONNEFOY	Olivier	MA(MDC)	Génie des Procédés	SPIN
BORBELY	Andras	MR(DR2)	Sciences et génie des matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	PR2	Génie Industriel	FAYOL
BRODHAG	Christian	DB	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
PRUCHON	Indian	MA(MDC)	Méaninus et incénierie	SMC
DUDLAT	Detrick	MA(MDC)	Chiefe Industrial	5M3
BURLAI	Patrick	PRI	Genie Industriel	FAYOL
CHRISTIEN	Frédéric	PR	Science et génie des matériaux	SMS
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR1	Génie Industriel	CMP
DEBAYLE	Johan	CR	Image Vision Signal	CIS
DELAFOSSE	David	PR0	Sciences et génie des matériaux	SMS
DELORME	Xavier	MA(MDC)	Génie industriel	FAYOL
DESPAVAUD	Christopha	DD 1	Mécanique et ingénierie	SMS
DESKATAUD	Thistophe	r Ki		SMS
DJENIZIAN	Thierry	PR	Science et génie des matériaux	СМР
DOUCE	Sandrine	PR2	Sciences de gestion	FAYOL
DRAPIER	Sylvain	PR1	Mécanique et ingénierie	SMS
FAVERGEON	Loïc	CR	Génie des Procédés	SPIN
FEILLET	Dominique	PR1	Génie Industriel	CMP
FOREST	Valérie	MA(MDC)	Génie des Procédés	CIS
FOURNIER	Jacques	Ingénieur chercheur CEA	Microélectronique	CMP
ED ACZEVIEWICZ	Anne	DD	Sciences et a fais des met faisers	CMI
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences et genie des materiaux	5M5
GARCIA	Daniel	MR(DR2)	Génie des Procédés	SPIN
GAVET	Yann	MA(MDC)	Image Vision Signal	CIS
GERINGER	Jean	MA(MDC)	Sciences et génie des matériaux	CIS
GOEURIOT	Dominique	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
GONDRAN	Natacha	MA(MDC)	Sciences et génie de l'environnement	FAYOL
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et génie de l'environnement	SPIN
CROSSEAU	Dhilings	DR	Cérie des Procédée	SDIN
GROSSEAU	Philippe	DR	Genie des Procedes	SPIN
GRUY	Frédéric	PR1	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	DR	Sciences de la Terre	SPIN
HAN	Woo-Suck	MR	Mécanique et ingénierie	SMS
HERRI	Jean Michel	PR1	Génie des Procédés	SPIN
KERMOUCHE	Guillaume	PR2	Mécanique et Ingénierie	SMS
KLOCKER	Helmut	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
LAEOPEST	Valária	MR(DP2)	Sciences et génie de l'anvironnement	EAVOI
LAPOREST	valetie De de bele	(DR2)	Manimum et ins faissie	FATOL
LEKICHE	Rodolphe	CR	Mecanique et ingenierie	FATOL
MALLIARAS	Georges	PR1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	PR2	Mécanique et ingénierie	CIS
MOUTTE	Jacques	CR	Génie des Procédés	SPIN
NIKOLOVSKI	Jean-Pierre	Ingénieur de recherche	Mécanique et ingénierie	CMP
NORTIER	Patrice	PR1		SPIN
OWENS	Rosin	MA(MDC)	Microélectronique	CMP
DEDES	Wénomiawa	MP	Cária das Pressádás	CDIN
FERES	Veronique	MIK NA A A A A A A A A A A A A A A A A A A	Genie des Frocedes	SFIN
PICARD	Gauthier	MA(MDC)	Informatique	FAYOL
PIJOLAT	Christophe	PR0	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean Charles	PR0	Image Vision Signal	CIS
POURCHEZ	Jérémy	MR	Génie des Procédés	CIS
ROBISSON	Bruno	Ingénieur de recherche	Microélectronique	CMP
ROUSSY	A anàs	MA(MDC)	Microélectropique	CMP
DOUGT ANT	Agrics		Mathématicas and	UNIF
KUUSTANI	Univier	MA(MDC)	Mathematiques appliquees	FAYOL
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et génie des matériaux	SMS
TRIA	Assia	Ingénieur de recherche	Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	PR2	Sciences et génie des matériaux	SMS
VIRICELLE	Jean Paul	DR	Génie des Procédés	SPIN
WOLSKI	Krzystof	DR	Sciences et génie des matériaux	SMS
XIE	Viaolan	DD 1	Génie industriel	CIS
AIL	C-W	f K1		
YUGMA	Gallian	CR	Genie industriel	CMP

A Fabienne

## Remerciements

Je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont aidée, guidée, supportée, de près comme de loin, durant ces trois et quelques années de thèse. Ces pages marquent le point final d'un accomplissement professionnel et personnel. Elles font un peu peur aussi, car l'oubli est une erreur humaine...

Je remercie tout d'abord les membres 'externes' du jury pour leur participation à ma soutenance de thèse. En premier lieu, le *Professeur Stéphane Boisgard*, qui a officié en tant que président de ce jury. Les rapporteurs *Caroline Richard* et *David Mitton*, pour leur lecture attentive du manuscrit et leurs remarques précieuses en vue de la soutenance. Enfin, *Jean-Luc Aurelle*, qui a aussi été un partenaire industriel important et qui a toujours été très accessible.

Je remercie vivement mon directeur de thèse, *Jean Geringer*, pour m'avoir tout d'abord parfaitement guidée et accompagnée dès mon premier jour de thèse, en me mettant directement les mains dans le cambouis (ou dans l'huile, serait plus approprié !), puis en me laissant une progressive autonomie, gage de confiance. Nos longues discussions (ou débats, parfois ?) furent efficaces, enrichissantes et pour ma part une source de motivation. Et encore et surtout merci pour avoir organisé et supporté cette mobilité à Taiwan, point culminant de ces trois années de thèse. Je remercie mon co-directeur de thèse, *Bruno Reynard*, pour le regard extérieur très précieux apporté tout au long de ce travail. Mais aussi, pour m'avoir aidée à développer une rigueur, clarté et efficacité professionnelles. Je remercie le *Professeur Frédéric Farizon* qui a co-encandré cette thèse et a apporté son expertise clinique. Je remercie enfin *Jérôme Chevalier* qui a également co-encandré ce travail. Ton enthousiasme, optimiste et expérience ont bien souvent enclenché un regain de motivation à la suite de nos rencontres.

Un grand merci à *Albert Boyer*, technicien EMSE, sans qui une bonne partie de ce travail n'aurait jamais existé, en tous cas pas sous cette forme. Conception des montages, coup de main au cours des manips, et toujours de nouvelles solutions ingénieuses pour rendre ce travail, comme je te l'ai dit, le plus 'smooth' possible. Sans oublier nos nombreuses discussions footballistiques, non pas autour d'un verre mais plutôt dans une atmosphère bien trop (mal) parfumée que l'on connait trop bien ! Je remercie *Laurent Gremillard* de l'INSA de Lyon pour avoir partagé son expérience sur les biocéramiques tout au long de cette thèse, et même bien avant ; *Gilles Montagnac* de l'ENS de Lyon pour son expertise en spectroscopie Raman et pour son accueil chaleureux ; *Bertrand Boyer* du CHU de Saint-Etienne pour son suivi clinique et pour l'approvisionnement des explants ; *Maryline Mondon* de l'EMSE pour son aide lors des analyses MEB.

I would like to thank *Ronald J-D. Liao* for arranging my travel to Taiwan and allowing the collaboration between NCKU and EMSE; *Bernard H. Liu* for his warm welcome in his laboratory and his help with the experiments and analyses. Those four months in Tainan have been an unique experience thanks to my lab-mates who took well care of me, helped me around the laboratory facilities, brought me to delicious and new food every lunch and showed me the Taiwanese culture : *Alice*, the confidant ; *Sy*u, my guide around Tainan ; *August*, my favorite scooter-driver ; *Wayne*, the sportsman and neo-american ; *Benson*, the traveler ; *Vicky*, the smilest one ; and *Rick*, my lab-savior. I would also like to thank *Lou* and her family for their welcome on the chinese new year ; *Kat* and *Mavinia* for their happiness and optimism.

Trois ans de travail mais aussi trois ans de rencontre à Saint-Etienne, je remercie : *Pierre*, ancien co-bureau, l'ultra-sportif et surtout le forézien ; *Omar*, chanteur de bureau malgré lui (et ses écouteurs) ; *Boris*, l'autre local et écrivain dans l'âme ; *Fanny*, la féministe ; *David*, le

patron ; *Baptiste P*, le campagnard ; *Baptiste C*, ou l'art de terminer ses remerciements de thèse ; copine *Klervi*, en souvenir de nos longues confidences d'un été ; *Fanette*, l'ultraactive-sportive, l'enthousiaste et l'optimiste, ou l'art de la joie de vivre ; *Sareh*, ma confidente et mon un peu semblable ; *Thierry*, le 'papa' (quoique) de tout ce précédent monde ; je n'ai pas été la plus présente et assidue mais j'ai tellement apprécié tous les moments passés avec vous ; et surtout merci de m'avoir fait découvrir et de m'avoir accompagnée dans ce formidable sport qu'est la course à pied. Je n'oublie pas ma voisine de bureau *Claire* et nos infinies conversations. Mais aussi : les italiennes *Cristina* et *Francesca*, le danseur *Mikhaël*, les lyonnais *Witold* et *Romain*, l'ancien co-bureau-labo *Ahmad*, les sportifs *Clémentine*, *Pierre B* et *Jérôme*, les footeuses *Coralie* et *Gwendoline*, *Nicolas*, *Sabri*, *Martin*, *Olfa*, *Victor*, et surtout, *Amélie* et *Françoise*, les 'mamans' de tout ce monde. Je remercie aussi *Samuel* pour nos voyages partagées et cette amitié créée ; *Lucile* pour ces bons moments au CR ; et *Patrick G* pour ton optimisme et ta légèreté.

Trois ans et bien plus, je remercie les anciennes et toujours fidèles footeuses : la première, *Justine* ; *Nath*, la pleureuse (souvenirs...RIRES) ; *Cha*, la tête (un peu) en l'air ; *Emilie* : comme Laurel ne doit pas se séparer d'Hardy, je te suis ; *Morgane*, parce que tu étais là pour moi. Je remercie aussi *Ninon*, pour ta gentillesse, ton écoute et tes histoires loufoques ; *Lucie*, parce que la vie est dure, et c'est pour ça qu'elle est belle... ; et sans oublier mes Insaliens, *Simon* mon boy et *Fifi*.

Les derniers seront les premiers (ahah JJG), la famille... Mais je ne trouverai jamais les bons mots. *Romain*, mon grand frère, je suis si fier de toi et de ce que tu as accompli ces dernières années. *Guylène*, ma grande sœur avec qui j'ai tant partagé, ma première confidente, ma partenaire de foot (et de soirée) préférée... *Clément*, mon beau-frère. Je ne pourrai jamais assez remercier mes parents, pour m'avoir toujours fait confiance sur mon choix de parcours, sans vraiment ne trop savoir où j'allais, pour m'avoir soutenue tout au long de mes études ; et tout particulièrement pour votre hospitalité, notamment cette dernière année, vous m'avez mis dans les meilleurs dispositions pour cette dernière ligne droite et je vous en suis très reconnaissante. Je n'oublie pas *Fabienne*, parce que la vie est dure, et c'est pour ça qu'elle est belle : mon rayon de soleil, *Océane* ; puis le second qui est arrivé, *Alban*, je suis fière d'être ta marraine.

*Ich danke dir mein Schatz*, pour tellement, mais tu le sais déjà... Merci d'avoir été à mes côtés, de m'avoir accompagnée et souvent réconfortée, notamment lors de ces derniers mois, pendant lesquels je sais que je n'ai pas vraiment été la plus facile. Oui, tu mérites toi aussi des félicitations ! *Bis zu den sternen...* 

# Table des matières

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART	5
1. Les prothèses totales de hanche	5
1.1. Articulation de la hanche	5
1.1.1. Anatomie	5
1.1.2. Fonction et mouvements	6
1.1.3. Douleurs articulaires, perte de mobilité et solutions	
1.2. Evolution et description des PTH	9
1.2.1. Historique	9
1.2.2. Les PTH modernes	
1.2.3. Chiffres clefs actuels	
1.3. Complications et révision	15
1.3.1. Les principales causes de révision	15
1.3.2. L'usure du couple prothétique	15
2. Les matériaux céramiques dans le couple prothétique	
2.1. Les céramiques dans les couples CoC : généralités	
2.1.1. Comportement mécanique	
2.1.2. Comportement tribologique	
2.2. Alumine	
2.3. Zircone	
2.3.1. Généralités	
2.3.2. Mécanisme de renforcement	
2.3.3. Phénomène de vieillissement à basse température	
2.4. Composites alumine-zircone	
3. Prédire la performance des couples céramique/céramique	
3.1. Réponse aux sollicitations mécaniques en condition standard	
3.1.1. Evaluation des forces internes de l'articulation in vivo	
3.1.2. Développement de tests d'usure in vitro sur simulateur de marche	
3.2. Le phénomène de décoaptation	
3.2.1. Mise en évidence et description	
3.2.2. Introduction dans les tests expérimentaux	
3.3. Autres phénomènes	
3.3.2. Vieillissement à basse température	
3.3.3. Le « squeaking »	
CHAPITRE 2 : TECHNIQUES ET PROCEDURES EXPERIMENTALES	
1 Tests exnérimentaux · les équinements	49
1.1. La machine de chocs	<b>49</b>
1.2 Le simulateur de marche	
1.3. L'autoclave	
2. Méthodes de caractérisation des matériaux	
2.1. Méthodes non destructives	53
2.1.1. Profilométrie optique 3D	
2.1.2. Spectroscopie micro-Raman	56
2.1.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)	

2.2 Méthodes destructives	60
2.2.1 Nano indeptation	60 60
2.2.2. Microscopio à force atomique (AEM)	
2.2.3. Sonde ionique focalisée (FIB)	
3. Les procédures expérimentales	
3.1. Objectifs du projet de recherche	
3.2. Développement des procédures expérimentales	
3.2.1. Combinaisons de tests	
3.2.2. Equivalences in vitro et in vivo	
3.2.3. Problématiques techniques et solutions	
3.3. Analyse d'explants	
CHAPITRE 3: EFFETS DES CHOCS ET DU VIEILLISSEMEN	T A BASSE TEMPERATURE
SUR LA DEGRADATION D'UN COUPLE PROTHETIQUE EN	N ZTA 73
1. Résumé	
2. Article: Effects of in vitro shocks and hydrothermal degradation on we	ar of ceramic hip joints: towards
better experimental simulation of <i>in vivo</i> ageing	
2.1. Introduction	
2.2. Materials and methods	
2.2.1. Test specimens	
2.2.2. Shock machine device	
2.2.3. Hydrothermal ageing tests	
2.2.4. Conditions of tests	
2.2.5. Protocol for measuring the wear volume	80
2.2.6. Analysis of the zirconia phase transformation	
2.2.7. Analysis of the surface roughness	
2.3. Results	
2.3.1. Surface morphology and wear stripes	
2.3.2. Wear quantification and characterization	
2.3.3. Zirconia phase transformation	
2.3.4. Characterization of retrieved implants	
2.4. Discussion	
2.4.1. Wear quantification and mechanisms	
2.4.2. Influence of shocks and wear on the zirconia phase transforma	tion
2.4.3. Comparison between in vivo and in vitro	
2.5. Conclusion	
CHAPITKE 4 : COMBINAISON DE TESTS INCLUANT LE TI I ES CHOCS ET I E VIEILIISSEMENT A BASSE TEMPERAT	LST D USUKE STANDARD, HRF 99
LLS CHOCS LT LL VILILLISSLULIVI A DASSE TEMI ERAT	URL
1. Résumé	
2. Article: A testing protocol combining shocks, hydrothermal ageing and	friction, applied to Zirconia
Toughened Alumina (ZTA) hip implants	
2.1. Introduction	
2.2. Materials and methods	
2.2.1. Test specimens and devices	
2.2.2. Experimental set up	
2.2.3. Examination of explanted bearings	
2.3. Results	

2.3.1.1. Wear mechanisms and quantification1072.3.1.2. Zirconia phase transformation1092.3.2. Correlation between experimentally tested and retrieved components1112.3.2.1. Wear damage observation1112.3.2.2. Zirconia phase transformation1132.4. Discussion1142.4.1. The new testing procedure1142.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.3.1. New testing procedure: effects of different degradation mechanisms	107
2.3.1.2. Zirconia phase transformation1092.3.2. Correlation between experimentally tested and retrieved components1112.3.2.1. Wear damage observation1112.3.2.2. Zirconia phase transformation1132.4. Discussion1142.4.1. The new testing procedure1142.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.3.1.1. Wear mechanisms and quantification	107
2.3.2. Correlation between experimentally tested and retrieved components.1112.3.2.1. Wear damage observation.1112.3.2.2. Zirconia phase transformation1132.4. Discussion1142.4.1. The new testing procedure1142.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.3.1.2. Zirconia phase transformation	109
2.3.2.1. Wear damage observation1112.3.2.2. Zirconia phase transformation1132.4. Discussion1142.4.1. The new testing procedure1142.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.3.2. Correlation between experimentally tested and retrieved components	111
2.3.2.2. Zirconia phase transformation1132.4. Discussion1142.4.1. The new testing procedure1142.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.3.2.1. Wear damage observation	111
2.4. Discussion1142.4.1. The new testing procedure1142.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.3.2.2. Zirconia phase transformation	113
2.4.1. The new testing procedure1142.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.4. Discussion	114
2.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator1152.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.4.1. The new testing procedure	114
2.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation1162.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors1172.5. Conclusion118	2.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator	115
2.4.2. Correlation with <i>in vivo</i> behaviors	2.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation	116
2.5. Conclusion	2.4.2. Correlation with in vivo behaviors	117
	2.5. Conclusion	118

#### CHAPITRE 5 : COMPREHENSION DES MECANISMES DE DEGRADATION ET PREDICTION DU COMPORTEMENT A LONG TERME DU MATERIAU ZTA ......121

Le contenu de ce chapitre est confidentiel.

DISCUSSION GENERALE	141
CONCLUSION GENERALE	147
ANNEXE A : SYNTHESE DE L'ANALYSE DES EXPLANTS	151
ANNEXE B : PRODUCTIONS SCIENTIFIQUES	157
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	

# Liste des figures

Figure 1.1: Articulation coxo-fémorale de la hanche, vue latérale (Moore and Dalley, 2001)5
Figure 1.2: Ligaments du bassin et de l'articulation coxo-fémorale, vues postérieure (à
gauche) et antérieure (à droite) (Moore and Dalley, 2001)6
Figure 1.3: Principe de la balance de Pauwels (Hertogh, 2013)7
Figure 1.4: Mouvements de la hanche : abduction et adduction (The Hospital for Sick
Children, Toronto, Canada, © 2004-2012)
Figure 1.5: Mouvements de la hanche : flexion et extension (The Hospital for Sick Children,
Toronto, Canada, © 2004-2012)
Figure 1.6: Mouvements de la hanche : rotations médiale et latérale (The Hospital for Sick
Children, Toronto, Canada, © 2004-2012).
Figure 1.7: La prothèse totale de hanche de type Charnley, métal/polyéthylène haute densité
(Caton and Papin, 2012)
Figure 1.8: La prothèse totale de hanche moderne (Pellier et al., 2011)
Figure 1.9: Le système de double mobilité dans le couple prothétique (Omni, 2016)
Figure 1.10: Projection du nombre de premières interventions (à gauche) et de révisions (à
droite) pour l'arthroplastie totale de la hanche et du genou entre 2005 et 2030 aux Etats-Unis
(Kurtz et al., 2007)
Figure 1.11: Répartition des couples de frottement implantés en France (HAS, 2014)
Figure 1.12: Réactions immunitaires liées à la libération de débris d'usure et à l'origine de
réactions inflammatoires favorisant l'ostéolyse (Cobelli et al., 2011)
Figure 1.13: Comparaison des taux d'usure linéaires mesurés in vivo pour différents couples
prothétiques (Piconi and Streicher, 2013)
Figure 1.14: Contrainte de tension ( $\sigma$ ) appliquée sur un matériau contenant une fissure de
profondeur a (Anderson, 2005)
Figure 1.15: Diagramme V- $K_l$ : relation entre la vitesse de propagation d'une fissure et le
facteur d'intensité de contrainte (De Aza et al., 2002) 20
Figure 1.16: Effet de l'environnement sur l'ensemble d'une courbe V-K <sub>I</sub> (Chevalier et al.,
2009a)
Figure 1.17: Contacts qui agissent sur les aspérités à l'interface de deux systèmes en
contact lors de l'application d'une force F (Di Puccio and Mattei, 2015).
Figure 1.18: Régimes de lubrification limite, mixte et hydrodynamique (Holzwarth and
Cotogno, 2012)
Figure 1.19: Coefficients de friction des principaux couples prothétiques déterminés à partir
d'un test de type pendule (Brockett et al., 2007)
Figure 1.20: Image de la microstructure d'une alumine 3 <sup>ème</sup> génération (Piconi et al., 2003).26
Figure 1.21: Image de la microstructure d'un matériau Y-TZP (Piconi et al., 2003)
Figure 1.22: Mécanisme de renforcement lié à la transformation de phase de la zircone à
l'origine du ralentissement de la propagation d'une fissure (Butler, 1985)
Figure 1.23: Phénomènes associés à la transformation de phase de la zircone en surface
(Deville et al., 2005a)
Figure 1.24: Courbes V-K, d'une alumine, d'une zircone et d'un composite ZTA (10 %
volumique) (De Aza et al., 2002)
Figure 1.25: Image de la microstructure d'un matériau ZTA Biolox <sup>®</sup> delta (Chevalier et al.,
2009b)
Figure 1.26: Forces de contact mesurées in vivo sur 4 patients implantés (la courbe en gras
représente la valeur moyenne) (Bergmann et al., 2001)
Figure 1.27: Forces de contact mesurées in vivo sur un patient au cours de la marche et d'un
trébuchement (Bergmann et al., 2004)

Figure 1.28: Comparaison des taux d'usure obtenus sur différents simulateurs de marche pour des couples CoC ; MTS-Bionix, SW 12ST (Shore Western 12 stations), SW 9ST (9 stations) : machines commercialisées ; Mark II Durham : machine personnalisée, non standardisée (Affatato et al., 2008)
Figure 1.29: <i>Phénomène de décoaptation au cours de la marche (Tipper et al., 2002)</i> 37 Figure 1.30: <i>Image d'une bande d'usure causée par le phénomène de « edge-loading » sur</i> un explant en alumine (Walter et al., 2006)
Figure 1.31: Le simulateur Leeds Mark II ; la décoaptation consiste en une translation latérale de 0,5 mm (Al-Hajjar et al., 2016)
Figure 1.32: Force, distance de séparation latérale et vitesse relative entre la tête et la cupule au cours d'un cycle de marche sur le simulateur Leeds Mark II (Sariali et al., 2010a). 20
Figure 1.33: Le simulateur SM/M-orbital (Shore Mestern Manufacturing): la décoantation
consiste en une translation latérale de 0,5 mm et verticale de 1 mm (Manaka et al., 2004). 40 Figure 1.34: Vieillissement accéléré d'un implant en zircone (Prozvr®) et d'un implant en
composite ZTA (Biolox <sup>®</sup> delta) (Pezzotti et al., 2010)
Figure 2.1: La machine de chocs et le positionnement du couple prothétique
Figure 2.2: Mouvements relatifs des composants du couple prothétique lors d'un cycle de choc en condition de décoaptation (Hausselle, 2007)
Figure 2.3: Mouvements angulaires de la cupule et force appliquée sur le couple prothétique
lors d'un cycle de marche en condition standard (ISO standard 14242-1, 2012)
Figure 2.4: Le simulateur de marche utilisé en condition standard
Figure 2.5: L'autoclave et le positionnement du couple prothétique
Figure 2.6: Principe de fonctionnement du profilométre optique (Veeco, 2010)
Figure 2.7: <i>Filtres sphérique et cylindrique appliqués sur une image topographique obtenue</i> <i>dans une bande d'usure</i> 55
Figure 2.8: Profilomètre optique, support de tête, franges d'intensité maximale au plus haut point de l'échantillon
Figure 2.9: Spectre d'intensité des raies en fonction du décalage Raman
Figure 2.10: Principe de fonctionnement du micro-spectroscope Raman (ICMPE, CNRS)58
Figure 2.11: Spectres Raman brut (acquisition) et corrigé
Figure 2.12: <i>Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage (Bradbury et al., 2008).</i>
Figure 2.13: Courbe charge-déplacement lors d'un test de nano indentation instrumentée et
empreinte de la pointe sur la surface du matériau (Oliver and Pharr, 2004)61
Figure 2.14: Principe de fonctionnement du microscope à force atomique (Arinero, 2005) 62
Figure 2.15: <i>Principe d'usinage et d'observation de coupes transversales par FIB.</i>
Figure 2.16: Vue globale des combinaisons de tests mises en œuvre et apport de l'état de
l'art (Al-Hajjar et al., 2010, 2013, 2016; Clarke et al., 2006, 2009; Douillard et al., 2012; Orean, 2005: Oreanilland et al., 2010; Clarke et al., 2000)
Green, 2005; Gremiliard et al., 2013; Stewart et al., 2003).
Figure 2.17. Montage des elements du couple prothetique lors de la combinaison des tests
Eigure 3.1: Loft: tunical load-profile applied between the femoral head and cup on the shock
device Right: details of a damping stage illustrating the elastic response of the device after
imnact
Figure 3.2: Two main stages for measuring the wear volume resulting from wear stripe
patterns on ceramic femoral heads. First, several 3D images are taken regularly in order to
take into account stripe heterogeneity. Second, wear areas are calculated from averaged 2D
profiles and interpolation of the unworn femoral head spherical profile shape
Figure 3.3: Raman spectrum of a ZTA femoral head; arrows indicate the four characteristics
peaks used to distinguish monoclinic (m) and tetragonal (t) zirconia phases and whose
intensities are employed to calculate the monoclinic volume fraction, $V_m$

Figure 3.4: <i>Micro Raman spectroscopy and surface roughness analysis carried out at several locations outside of stripe; visualization of the mean location of the wear stripe obtained on the shock device.</i>
Figure 3.5: A typical upper wear stripe obtained on a femoral head after performing test on the shock machine; the stripe width reached almost 4 mm
Figure 3.6: Images obtained by 3D profilometry for surface roughness evaluation; a) outside of stripe, i.e. pristine ZTA, $S_a = 11.76$ nm b) within stripe, $S_a = 46.25$ nm
Figure 3.7: Image of an isolated wear debris produced during in vitro tests on the shock
Figure 3.8: Wear volumes evolution for the three ZTA bearings tested on the shock machine (9 kN). Two distinct phases were defined from 0 to 0.5 M shocks and from 0.5 to 1.5 M
shocks. Identified experimental accidents occurred on cases #a and #b
Figure 3.10: Monoclinic fraction plotted vs. exposure time of hydrothermal ageing in an
autoclave and measured by micro Raman spectroscopy on two ZTA femoral heads (cases $\#d$ and $\#e$ ). A log scale was applied in order to visualize the evolution of $V_m$ during the first alteration cycles
Figure 3.11: Evolution of the monoclinic content $(V_{\rm e})$ as a function of the number of shocks
Averaged values obtained on worn (i.e. within the wear stripes) and unworn areas of the two ZTA bearings tested only on the shock machine at 9 kN (cases #a and #b)
Figure 3.12: Evolution of the monoclinic content measured along the stripe width by micro
Raman spectroscopy and the corresponding stripe depth profile obtained from 3D
profilometry. The increase of the monoclinic content was spatially well limited within the
Stripe, i.e., worn areas
detected by optical inspection (case #1)
Figure 3.14: Monoclinic content (%) plotted vs. surface roughness parameter S. (nm) and
measured separately on the worn and unworn areas. Four ZTA and one vttria stabilized
zirconia clinically retrieved femoral heads were studied. The average values obtained from in
vitro tests on the shock machine (9 kN) are indicating for comparison
Figure 4.1: Difference of axial mechanical load applied between femoral head and cup on the hip-walking simulator and the shock device
Figure 4.2: Sequence chosen for testing ceramic hip joints: bearings are successively subjected to a hip-walking simulator, a shock machine and hydrothermal ageing in an
autoclave. The procedure allows analyzing the femoral head surfaces by non-destructive techniques between each step. Each cycle represents an estimated 6 months of use, for a
total of 6-year equivalent over the 12 cycles performed
(right) a step on the hip-walking simulator show no increase of surface damage
after each round on the hip-walking simulator and the shock machine: wear volume evolution with increasing in vivo simulated time
Figure 4.5: Evaluation of the worn volume released from the wear stripes during transitions
after each round on the hip-walking simulator and the shock machine: average wear rates calculated for each device and for the whole procedure
Figure 4.6: Long-term hydrothermal ageing of ZTA femoral head: evolution of the zirconia monoclinic phase volume content $V_m$ (%) and the surface roughness parameter $S_a$ (nm) with increasing in vivo simulated time.
Figure 4.7: Surface zirconia monoclinic phase volume content V (0/) measured after the
sequences on the hip-walking simulator and the shock machine leither inside wear strines or
on the unworn area

Figure 4.8: Optical images of wear patterns on ceramic femoral head surfaces: experimentally formed during sequences on the shock machine (left) and observed on a retrieved head (right)	112
Figure 4.9: SEM images of wear patterns on ceramic femoral head surfaces: experimental formed during sequences on the shock machine (left) and observed on a retrieved head (right).	<i>lly</i> 113
Figure 4.10: Averaged zirconia monoclinic phase volume content relative differences measured between the interior of the wear stripes and other areas after performing shocks 9 kN and 6 kN. Comparison with the averaged value obtained on retrieved femoral heads. Figure 4.11: Average wear rates obtained from various tests performed on the shock	s <i>at</i> 114
machine: mechanical load varying from 6 to 9 kN	117
Figure A.1: Rugosité de surface (paramètre S <sub>a</sub> ) des explants	152
Figure A.2: Dimensions caractéristiques des bandes d'usure : grand axe (en noir) et petit a (en gris) ; à gauche l'image d'un explant en ZTA (#4) et à droite celle d'un explant en	axe
alumine (#6)	153
Figure A.3: <i>Dimensions des bandes d'usure (petit axe et grand axe) sur les explants</i>	153

## Liste des tables

Table 1.1: Comparaison des taux d'usure moyens mesurés in vitro pour différents couplesprothétiques (Essner et al., 2005; Fisher et al., 2006; Lee and Goodman, 2008).Table 1.2: « Clearance » moyenne rapportée pour les différents couples prothétiques sur le	.8
marché (Di Puccio and Mattei, 2015) 2	2
Table 1.3: Caractéristiques et propriétés mécaniques moyennes d'une alumine de 3 <sup>eme</sup> génération, d'une zircone stabilisée à l'yttrium (3% molaire) et d'un composite ZTA (Biolox <sup>®</sup> delta) (CeramTec, 2010; Clarke, 2006; Clarke et al., 2006; Piconi et al., 2003; Zietz et al.,2011)	25
Table 1.4: Volumes d'usure in vitro rapportés pour différentes combinaisons de matériaux céramiques en condition de décoaptation (Al-Hajjar et al., 2010, 2013a, 2016; Clarke et al., 2006, 2009; Green, 2005; Manaka et al., 2004; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2001, 2003a, 2003b).	12
Table 1.5: Taux de phase monoclinique mesurés sur différents matériaux composites ZTAaprès 40 heures en autoclave (Deville et al., 2005b; Gutknecht et al., 2007; Pezzotti et al.,2010; Reyes-Rojas et al., 2012)	13
Table 2.1: Equivalences in vitro et in vivo pour chaque type de test	6
Table 2.2: Liste des explants analysés et leurs principales caractéristiques	58
Table 3.1: Material and design characteristics and first observation of wear conditions of the five clinically retrieved implants under study.         7	'8
Table 3.2: Summary of the in vitro tests performed on ZTA prosthetic components. Shocks are performed at 9 kN on the shock device and hydrothermal ageing in an autoclave is	
performed at 134 °C and 2 bars in water steam	0
I able 4.1: For each experimental device, estimation of in vivo simulated time as a function of in vitro actual testing time	)f )6

# Liste des acronymes

**%P** : % du poids du corps

- **AFM**: atomic force microscopy (microscopie à force atomique)
- ATZ : alumina toughened zirconia (composite matrice de zircone renforcée en alumine)
- **CoC** : Ceramic-on-Ceramic (couple prothétique tête fémorale/cupule céramique/céramique)
- CoCr : alliage de cobalt-chrome
- **CoP** : Ceramic-on-Polymer (céramique/polymère)
- DB-FIB : dual-beam focused ion beam (sonde ionique focalisée à double faisceau)
- E : module d'élasticité de Young
- H : hardness (dureté)

**ISO** : international organization for standardization (organisation internationale de normalisation)

- K<sub>I</sub> : facteur d'intensité de contrainte
- KIC : facteur d'intensité de contrainte critique ou ténacité
- $\mathbf{K}_{IO}$  : seuil d'initiation de la propagation de fissures
- LTD : low temperature degradation (vieillissement à basse température)
- m : monoclinique
- **MEB** : microscopie électronique à balayage
- MoM : Metal-on-Metal (métal/métal)
- **MoP** : Metal-on-Polymer (métal/polymère)
- PMMA : poly(methyl methacrylate) (poly(méthacrylate de méthyle))
- PTH : prothèse totale de hanche
- **q** : quadratique
- R<sub>a</sub> : paramètre de rugosité en 2D
- S<sub>a</sub> : paramètre de rugosité en 3D
- **SEM** : scanning electron microscopy (MEB)

t : tetragonal (quadratique)

**TZP** : tetragonal zirconia polycristal (zircone poly cristalline quadratique)

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

V : vitesse de propagation d'une fissure

V<sub>m</sub> : taux de phase monoclinique volumique

XPE : crossed-linked polyethylene (polyéthylène réticulé)

**Y-TZP** : yttria stabilized tetragonal zirconia polycristal (zircone poly cristalline quadratique stabilisée à l'yttrium)

**ZTA** : zirconia toughened alumina (composite matrice d'alumine renforcée en zircone)

# Introduction générale

L'arthroplastie totale de la hanche, parfois considérée comme l'intervention chirurgicale orthopédique « du siècle », est en continuel développement depuis son introduction, au milieu du siècle dernier. On estime qu'aujourd'hui plus de 150 000 prothèses totales de hanche sont posées chaque année en France (HAS, 2014) et entre 1 et 2 millions dans le monde (Holzwarth and Cotogno, 2012). Leur rôle est de redonner mobilité et stabilité à l'articulation de la hanche et de traiter les douleurs qui lui sont associées. Des patients de plus en plus jeunes, et actifs, aspirent ainsi à retrouver une certaine qualité de vie grâce à cette intervention, forte de son succès. Celui-ci s'est construit grâce à une multitude de développements technologiques, de la fabrication de l'implant jusqu'aux techniques opératoires. Toutefois, la durée de vie des implants, limitée à en moyenne 10-20 ans, reste une problématique majeure. L'intervention de révision d'un implant est plus complexe et plus coûteuse que celle subie lors de la première intervention : l'éviter constitue un enjeu de santé publique, via les différents organismes de remboursement de soins médicaux. Ainsi, se dresse un défi au monde de la recherche orthopédique : poser un implant pour la vie.

Les prothèses totales de hanche modernes se différencient en premier lieu par la nature des matériaux formant leur couple prothétique. Composé d'une tête fémorale en articulation dans une cupule, ce couple assure une liberté de mouvement nécessaire pour marcher, courir, prendre des escaliers, etc. Les premiers couples prothétiques massivement implantés, à partir des années 1960, étaient constitués d'une tête en métal et d'une cupule en polyéthylène à très haut poids moléculaire (UHMWPE pour « ultra high molecular weight polyethylene »). Des couples de matériaux alternatifs ont ensuite été développés : aujourd'hui, les têtes fémorales sont en métal ou en céramique ; les cupules sont en métal, en céramique ou en polymère. L'une des complications majeures et cause de révision d'une prothèse totale de hanche est son descellement (perte de fixation avec l'os); il est aseptique lorsqu'il est induit par une ostéolyse (résorption de l'os) initiée par une réaction inflammatoire aux débris d'usure. Ces débris d'usure sont, en général, libérés par les composants du couple prothétique, en contact et en mouvement relatif l'un contre l'autre. Les propriétés tribologiques de ce couple sont donc un des points clefs quant au succès d'une prothèse et c'est à cet effet que les couples céramique/céramique attirent notre attention.

L'alumine a été le premier matériau céramique employé et présente une excellente biocompatibilité, dureté et stabilité chimique. Sa sensibilité à la rupture fragile, symbolisée par des cas de ruptures catastrophiques *in vivo*, a conduit à l'introduction de la zircone. Ce matériau présente une ténacité et une contrainte à la rupture particulièrement élevées qui s'expliquent par un mécanisme de renforcement associé à une transformation de phase quadratique-monoclinique. Cette transformation de phase est aussi responsable de l'instabilité chimique (ou vieillissement à basse température) du matériau lorsqu'elle a lieu en sa surface sous l'effet de l'environnement (typiquement dans un milieu aqueux) et a été attribuée à l'origine de plusieurs cas de ruptures *in vivo*. Au début des années 2000, un nouveau matériau a ainsi vu le jour sur le marché : le composite ZTA (pour « zirconia toughened alumina »), constitué d'une matrice en alumine renforcée par des grains de zircone. Son potentiel est élevé : l'ajustement de la composition du matériau permet de combiner les avantages de l'alumine et de la zircone monolithiques tout en réduisant leurs

défauts et par conséquent le risque de rupture. Avec ce type de matériau, le contrôle de l'usure du couple prothétique reste donc *a priori* la principale préoccupation.

Dans l'environnement *in vivo*, le couple prothétique est soumis à une multitude de sollicitations mécaniques. Expérimentalement, un test d'usure sur simulateur de marche (test normalisé ISO) a été développé afin de reproduire les mouvements et les forces internes mis en jeu lors de la marche, et à l'origine du frottement de la tête contre la cupule. Cependant, des explants en céramique ont montré des zones d'usure caractéristiques, les bandes d'usure, que ce test standard n'est pas capable de reproduire. Ces bandes ont été cliniquement associées à l'existence d'une séparation entre la tête et la cupule (la décoaptation) qui entraîne le choc entre ces deux composants au contact talon-sol. Des simulateurs de marche ont ainsi été modifiés pour introduire cette décoaptation et reproduire plus justement l'usure créée *in vivo*. Outre les sollicitations mécaniques, le couple prothétique est aussi soumis *in vivo* à un environnement physiologique susceptible d'entraîner le vieillissement à basse température des matériaux ; des tests expérimentaux en autoclave sous vapeur d'eau permettent d'évaluer la stabilité chimique à long terme des matériaux.

On identifie donc trois principaux modes de dégradation pour un couple céramique/céramique : le frottement, le choc et le vieillissement à basse température. Toutefois, peu d'études expérimentales se sont intéressées aux interactions de ces modes les uns avec les autres, qui pourtant ont lieu *in vivo*. Dans cette thèse, l'utilisation d'une machine de chocs, développée pour reproduire uniquement le phénomène de décoaptation, offre une certaine liberté dans le développement de protocoles expérimentaux : trois modes de dégradation sont reproduits distinctement par trois équipements expérimentaux (machine de choc, simulateur de marche standard et autoclave).

L'objectif de cette thèse est ainsi de réaliser plusieurs combinaisons de tests expérimentaux afin de déterminer le degré de dégradation engendré par chaque mode et d'identifier une possible influence d'un mode sur un autre. Ces renseignements sont essentiels pour répondre au but final qui est celui d'affiner des procédures de tests *in vitro* permettant de reproduire au mieux les conditions de l'environnement *in vivo*. La réponse du matériau Biolox<sup>®</sup> *delta*, le principal matériau composite ZTA présent depuis peu sur le marché, permet de prédire ses performances à long terme.

Ce projet de thèse a été réalisé dans un cadre multidisciplinaire :

- Le Centre Ingénierie et Santé des Mines de Saint-Etienne, laboratoire hôte de ce projet, fournit une grande partie du parc expérimental, dont la machine de chocs, équipement unique et conçu au laboratoire.
- Le laboratoire de Géologie de Lyon de l'Ecole Normale Supérieure de Lyon apporte son savoir-faire sur l'analyse par spectroscopie Raman.
- Le laboratoire MATEIS de l'INSA de Lyon apporte son expérience sur les matériaux biocéramiques implantables.
- Le CHU de Saint-Etienne apporte son expertise clinique et permet de créer le lien *in vitro in vivo* grâce à une analyse d'explants.

• Le département Materials Science and Engineering de l'université nationale de Cheng Kung à Tainan (Taïwan) apporte son savoir-faire sur la caractérisation des matériaux aux échelles micro et nano métriques (mobilité de 4 mois).

Le **premier chapitre** de cette thèse est consacré à une revue de la littérature. Une description de l'articulation de la hanche naturelle permet d'introduire le concept de la prothèse totale de hanche et son évolution. L'analyse des chiffres clefs actuels et des principales causes de révision mettent en valeur l'intérêt des couples céramique/céramique. La description des matériaux céramiques permet d'introduire le matériau Biolox<sup>®</sup> *delta* étudié. Enfin, les moyens expérimentaux développés pour prédire la performance des couples céramiques sont décrits ; l'analyse des diverses études rapportées dans la littérature est donnée.

Le **second chapitre** constitue une description de l'ensemble des outils expérimentaux employés au cours de cette thèse : équipements de tests et outils de caractérisation des matériaux. Le déroulement et l'objectif des différents protocoles de tests élaborés sont ensuite détaillés.

Les **chapitres 3 et 4** décrivent les résultats principaux obtenus à la suite de la mise en œuvre de ces protocoles. Les dégradations engendrées par les chocs, le frottement et le vieillissement à basse température sont évaluées et discutées. En parallèle, l'analyse d'explants permet de valider le travail réalisé et d'établir les corrélations *in vitro – in vivo* utiles afin d'ajuster les procédures expérimentales.

Le **chapitre 5** se consacre à la caractérisation (micro et nano échelles) des implants précédemment testés *in vitro*. Cette caractérisation apporte un second regard sur les dégradations causées par chacun des modes de dégradation étudiés. Des analyses, pour certaines inédites sur ce matériau, permettent de prédire sa performance à long terme.

Cette thèse se termine par une **discussion générale** et une **conclusion générale** qui ouvrent la voie aux perspectives de cette étude.

# Chapitre 1 : Etat de l'art

Ce chapitre d'introduction constitue une analyse de la littérature portant sur les prothèses totales de hanche en céramique. Il se décompose en trois parties : la première porte sur le concept général de la prothèse totale de hanche (PTH) ; la seconde présente les principaux matériaux céramiques et leurs propriétés utilisés pour former le couple prothétique d'une PTH ; la dernière partie décrit la performance des couples céramiques et ses moyens de prédiction.

### 1. Les prothèses totales de hanche

### 1.1. Articulation de la hanche

### 1.1.1. Anatomie

L'articulation de la hanche, ou articulation coxo-fémorale, établie la jonction entre les os du bassin et le fémur. Cette articulation portante est de type rotule à trois degrés de liberté. La tête fémorale, reliée à l'extrémité supérieure du fémur par le col du fémur, représente une portion de sphère (environ 2/3 d'une sphère de 45 mm de diamètre) et s'articule dans la cavité hémisphérique du bassin, le cotyle ou acétabulum (Figure 1.1). La surface de contact entre la tête et l'acétabulum est légèrement supérieure à la surface d'une demi-sphère et est déterminée par la profondeur de l'acétabulum. Celle-ci est accrue par la présence du bourrelet acétabulaire (fixé sur le bord de l'acetabulum) et du ligament transverse. Les surfaces osseuses de la tête fémorale et de la cavité acétabulaire du bassin sont recouvertes d'une couche de cartilage articulaire lisse d'environ 3 à 6 mm d'épaisseur. Ce cartilage amortit les efforts et absorbe les chocs entre les os, facilitant leur glissement les uns contre les autres.



Figure 1.1: Articulation coxo-fémorale de la hanche, vue latérale (Moore and Dalley, 2001).

L'articulation de la hanche est une articulation stable, robuste et flexible. Elle contient un réseau de puissants ligaments qui la soutiennent mécaniquement, contribuent au maintien de la tête dans l'acétabulum (la coaptation) et empêchent les mouvements excessifs tels que l'hyperextension. Les ligaments principaux sont les ligaments ilio-fémoral, ischio-fémoral et pubo-fémoral (Figure 1.2). Ils renforcent les tissus fibreux de la capsule articulaire (capsule fibreuse) qui entoure globalement l'articulation. La face profonde de cette capsule est doublée par la membrane synoviale qui assure la lubrification de l'articulation. La membrane synoviale revêt également une partie du col du fémur, de la zone non articulaire de l'acétabulum et le ligament de la tête fémorale (ou ligament rond). Ce dernier relie la tête fémorale au fond de l'acétabulum et contribue à sa vascularisation à partir d'une petite artère ; il ne présente en revanche pratiquement aucun rôle mécanique.



**Figure 1.2:** Ligaments du bassin et de l'articulation coxo-fémorale, vues postérieure (à gauche) et antérieure (à droite) (Moore and Dalley, 2001).

La stabilité de l'articulation est aussi garantie par la profondeur de l'acétabulum qui permet le maintien de la tête et son centrage dans l'acétabulum. Les muscles peri-articulaires y contribuent également et permettent d'apporter la puissance à la hanche et à la jambe pour assurer la mobilité.

#### **1.1.2. Fonction et mouvements**

La hanche est une articulation flexible qui permet, après celle de l'épaule, la plus grande amplitude de mouvement. Elle est sollicitée au cours de la plupart des activités quotidiennes chez l'humain. Parce qu'elle est excentrée par rapport au centre de gravité du corps, la hanche supporte des charges décuplées pour assurer le maintien en équilibre. Le principe de la balance de Pauwels (Figure 1.3) illustre ce phénomène : lors d'un appui monopodal, le court bras de levier du côté de l'appui doit compenser le poids du corps pour prévenir la perte d'horizontalité. La résultante des forces qui s'applique alors sur l'articulation atteint jusqu'à 4 fois le poids du corps. C'est le cartilage qui permet la répartition de la transmission des forces pour que la balance soit respectée.

Les mouvements de la hanche sont assurés par plusieurs groupes de muscles rattachés aux os de l'articulation par les tendons. Les plus sollicités sont les muscles fessiers, les muscles psoas-iliaques et les muscles de la cuisse. Ils opèrent sur trois axes perpendiculaires conférant à la hanche trois degrés de liberté de mouvement, dont le centre est la tête



Figure 1.3: Principe de la balance de Pauwels (Hertogh, 2013).

fémorale. Les trois familles de mouvements les plus courantes sont décrites ci-dessous :

 Abduction et adduction (Figure 1.4) : la jambe bouge rectilignement vers le côté (jusqu'à environ 35 degrés) lors de l'abduction. Elle est ramenée en position initiale lors de l'adduction.



**Figure 1.4:** Mouvements de la hanche : abduction et adduction (The Hospital for Sick Children, Toronto, Canada, © 2004-2012).

- Flexion et extension (Figure 1.5) : la jambe bouge vers l'avant lors de la flexion, le degré de flexion dépend de la position du genou (jusqu'à environ 120 et 90 degrés pour un genou plié et tendu, respectivement). Lors de l'extension, le mouvement de la jambe vers l'arrière est limité (jusqu'à 10-20 degrés).
- Rotations médiale et latérale (Figure 1.6) : la cuisse est tournée vers l'intérieur lors de la rotation médiale (jusqu'à 35-40 degrés) et vers l'extérieur lors de la rotation latérale (jusqu'à 45-60 degrés).



**Figure 1.5:** *Mouvements de la hanche : flexion et extension (The Hospital for Sick Children, Toronto, Canada,* © 2004-2012).



**Figure 1.6:** Mouvements de la hanche : rotations médiale et latérale (The Hospital for Sick Children, Toronto, Canada, © 2004-2012).

### 1.1.3. Douleurs articulaires, perte de mobilité et solutions

L'articulation de la hanche se dégrade naturellement avec l'âge et la répétition d'activités physiques. Maladies dégénératives et traumatismes violents peuvent aussi être la cause de multiples symptômes tels que douleurs (aiguës et chroniques), instabilités, raideurs, craquements, blocages, jusqu'à la perte des fonctions motrices. Différentes solutions sont ainsi à envisager : traitements médicamenteux, supports de marche, et en dernier recours l'intervention chirurgicale et la pose d'une prothèse de hanche.

L'arthrose de la hanche, ou coxarthrose, est l'une des causes les plus courantes de douleurs articulaires et explique environ 2/3 des poses de prothèses de hanche (Merx et al., 2003). Il s'agit d'une maladie inflammatoire d'origine mécanique qui conduit à l'altération et la dégénérescence du cartilage par usure, pouvant atteindre jusqu'à l'os. Aussi fréquemment reportée, l'arthrite rhumatoïde est une maladie auto-immune à l'origine d'une dégradation du cartilage provoquée par l'inflammation de la membrane synoviale. Ces maladies dégénératives sont en général favorisées par le vieillissement mais aussi par des facteurs génétiques et environnementaux. Parmi les traumatismes pouvant conduire à la pose d'une prothèse de hanche, le plus fréquent est la rupture du col du fémur qui intervient le plus souvent consécutivement à une chute et est favorisée par l'ostéoporose (fragilité accrue du squelette et diminution de la masse osseuse avec le vieillissement).

Historiquement limitée aux patients âgés, infirmes ou ayant des fonctions locomotrices excessivement limitées et couplées à d'autres comorbidités, la pose d'une prothèse de hanche est aujourd'hui indiquée plus commodément après évaluation du rapport risque/bénéfice de l'intervention chirurgicale. Les indications d'une prothèse de hanche sont évaluées lors d'un examen clinique : la douleur, l'amplitude articulaire, l'état de l'interligne articulaire (espace entre les deux os), la limitation ou la perte des fonctions motrices, etc. L'étude de Mancuso et al. (Mancuso et al., 1996) présente les facteurs pouvant potentiellement affecter la décision finale d'une intervention. Des facteurs physiques (âge, santé physique générale, surpoids, comorbidité) mais aussi psychologiques (motivation) et sociaux (indépendance, vie professionnelle) sont reportés. Aujourd'hui, des facteurs relatifs à l'amélioration de la qualité de vie incluant par exemple l'accomplissement d'activités récréatives seraient également à considérer et motivent le développement de prothèses toujours plus performantes (Learmonth et al., 2007).

### 1.2. Evolution et description des PTH

### 1.2.1. Historique

Bien avant le développement du concept de la prothèse totale de hanche, diverses interventions chirurgicales ont été tentées, notamment dans le traitement de l'arthrose sévère. Les plus ancestrales impliquaient l'excision de ou d'une partie de l'articulation. A partir du XX<sup>ième</sup> siècle, l'arthroplastie d'interposition s'est développée : divers matériaux ont été interposés entre la tête du fémur et l'acétabulum, par exemple pour combler la perte de cartilage. La réussite de cette arthroplastie était variable et impliquait très souvent un compromis entre la stabilité et la mobilité de l'articulation (Gomez and Morcuende, 2005). Smith-Peterson fut le premier a posé un moule d'interposition (une cupule) en grand nombre (500) ; ce moule était constitué d'un alliage métallique de cobalt-chrome, le Vitallium<sup>®</sup>.

L'arthroplastie totale de la hanche débute véritablement au milieu du XX<sup>ième</sup> siècle avec le développement d'une procédure qui consiste à remplacer complètement la tête fémorale par une prothèse fixée mécaniquement à l'os du fémur. Austin Moore connu un large succès en utilisant cette procédure pour la pose d'une prothèse fémorale métallique en alliage de cobalt-chrome ; les frères Judet en France ont également attiré l'attention avec leur composant prothétique en acrylique.

Une avancée majeure est connue avec l'introduction d'une prothèse totale de hanche par Sir John Charnley en Angleterre au début des années 1960 (Charnley, 1961). Cette prothèse
est constituée d'une tige fémorale en acier inoxydable monobloc avec une tête fémorale de 22.2 mm de diamètre qui s'articule dans un composant acétabulaire (cupule) en polyéthylène haute densité (Figure 1.7). Le poly méthacrylate de méthyle (PMMA), un ciment acrylique, est utilisé pour assurer la fixation des composants sur les os du bassin et du fémur. Ce concept de remplacement total de l'articulation est à la base des prothèses modernes. Il a apporté trois contributions majeures quant à l'évolution des prothèses totales de hanche : (1) utilisation d'un couple prothétique (ensemble tête/cupule) à faible frottement (2) fixation des composants sur les os par un ciment acrylique et (3) introduction du polyéthylène haute densité. La prothèse de type Charnley métal/polyéthylène haute densité (MoP pour « Metal-on-Polymer ») connait un large succès à long terme : plusieurs études ont rapporté des taux de réussite (c'est-à-dire sans la nécessité d'une révision) d'environ 80 % après 25 ans (Berry et al., 2002; Callaghan et al., 2000; Caton and Papin, 2012).



**Figure 1.7:** La prothèse totale de hanche de type Charnley, métal/polyéthylène haute densité (Caton and Papin, 2012).

Dans les années 1960, les couples de frottement métal/métal (MoM pour « Metal-on-Metal ») ont été introduits sur ce concept de remplacement total de l'articulation. La prothèse de McKee-Farrar (McKee and Watson-Farrar, 1966) a été largement implantée et constitue la première génération des prothèses MoM. Les propriétés de résistance mécanique et la durabilité du métal (alliages de cobalt-chrome) ont permis le développement de têtes fémorales plus larges assurant stabilité et mobilité. Cependant des premiers taux de descellement élevés, les conséquences inconnues de la libération de débris métalliques et les bons résultats cliniques des prothèses de type Charnley ont considérablement freiné le développement des couples MoM, malgré des taux de réussite supérieurs à 30 ans parfois reportés.

A la fin des années 1980, les couples MoP ont souffert de l'accumulation des problèmes d'ostéolyse causés par la libération de débris en polyéthylène. Ceci a fait renaître l'intérêt pour les couples MoM qui présentent théoriquement un coefficient de friction plus faible. La seconde génération des prothèses MoM a ainsi été développée et réintroduite massivement dans les années 1990. Elle comporte des améliorations notables relatives au design

(optimisation de la sphéricité de la tête et de la « clearance », c'est-à-dire le jeu existant entre la tête et la cupule en contact), à la fixation et à l'état de surface des différentes parties de l'implant (Dumbleton, 2005). Dans le même temps, les prothèses de type Charnley ont également été optimisées avec l'introduction du polyéthylène à très haut poids moléculaire (UHMWPE), potentiellement hautement réticulé (souvent abrégé par XPE pour « crosslinked polyethylene ») (Geerdink et al., 2006; McKellop et al., 1999).

En parallèle, les céramiques, qui présentent d'excellentes propriétés tribologiques et de biocompatibilité, ont été introduites dans les années 1970. Le français Pierre Boutin fut le premier à insérer cliniquement un couple de frottement céramique/céramique (CoC pour « Ceramic-on-Ceramic ») avec l'utilisation de l'alumine (Boutin, 1971). Une dizaine d'années plus tard, la zircone fut également employée (Christel et al., 1988), principalement en configuration céramique/UHMWPE (CoP pour « Ceramic-on-Polymer »), jusqu'au développement récent de composites alumine-zircone (Kurtz et al., 2014). L'implantation de prothèses en céramiques, dites « techniques », est souvent limitée aux patients les plus jeunes et actifs dans un souci économique.

#### **1.2.2. Les PTH modernes**

La prothèse totale de hanche moderne est constituée de trois parties principales : le cotyle, la tête fémorale et la tige fémorale. Le cotyle est la partie supérieure de la prothèse, fixée dans la cavité acétabulaire du bassin. Elle contient souvent deux composants : le métalback, une partie métallique hémisphérique dont la surface convexe assure le contact avec l'os ; et la cupule (ou insert) en céramique ou en UHMWPE qui s'encastre dans la partie concave du métal-back, Figure 1.8. Dans les couples de frottement métal/métal, la cupule métallique est directement fixée à l'os. La partie inférieure de la prothèse comporte une tige fémorale métallique (ou pivot) qui se place à l'intérieur du fémur. A son extrémité supérieure, la tête fémorale en métal ou en céramique s'emboîte sur le col, solidaire ou non (cas des tiges dites modulaires) de la tige. L'articulation de la tête dans la cupule crée le lien entre les parties supérieure et inférieure de la prothèse.



Figure 1.8: La prothèse totale de hanche moderne (Pellier et al., 2011).

Une variante au concept classique de la prothèse totale de hanche a été développée au milieu des années 70 par le Professeur Gilles Bousquet à Saint-Etienne, en France : il s'agit de la double mobilité (Figure 1.9). L'originalité provient de la mobilité de la cupule (en UHMWPE) dans la concavité polie du métal-back. La tête fémorale (métal ou céramique) étant elle-même en mouvement dans la cupule, cette dernière contient ainsi deux interfaces en articulation. Cette innovation a permis d'améliorer l'amplitude de mouvement tout en réduisant considérablement le nombre de dislocations (Boyer et al., 2011). Le principal désavantage de ce système par rapport à une prothèse conventionnelle est le risque de luxation intra-prothétique : la tête est délogée de la cupule après usure du listel de rétention (Fessy, 2006). Il est principalement indiqué chez les patients âgés et au risque de luxation majoré par la répétition de certaines activités.



Figure 1.9: Le système de double mobilité dans le couple prothétique (Omni, 2016).

Lors de l'intervention chirurgicale, on pratique l'ablation de la tête et du col fémoraux ; les parties abîmées de l'articulation sont retirées et les zones qui vont recevoir l'implant sont nettoyées. Le cotyle est inséré dans le bassin puis la tige prothétique est impactée en force dans le fémur. La tête est assemblée à l'extrémité de la tige avant réduction de la prothèse, c'est-à-dire la mise en place de l'articulation. Les techniques chirurgicales sont nombreuses et en développement : les chirurgies mini-invasives et assistées par ordinateur substituent peu à peu les techniques classiques (Lee and Goodman, 2008).

La fixation des implants aux os est un facteur déterminant dans le succès d'une prothèse totale de hanche. Deux types de fixation sont possibles : les prothèses sont cimentées ou non cimentées. Introduit par Charnley, le PMMA est toujours le ciment le plus communément utilisé pour réaliser l'interface os/implant. Les techniques de mise en œuvre ont en revanche évolué : préparation et nettoyage de la surface des os, pressurisation du ciment, etc. La cimentation est en général préconisée chez les patients âgées ayant une qualité de l'os amoindrie et des activités physiques limitées : le ciment se dégrade (fracture, libération de débris d'usure) lorsqu'il est contraint mécaniquement ce qui peut entraîner le descellement ou la rupture de l'implant. Cette dégradation a conduit au développement des implants non cimentés qui sont directement rattachés à l'os. L'optimisation du traitement de surface des matériaux (rugosité, revêtement mince poreux) favorise la repousse de l'os sur ou dans l'implant pour conduire à son ostéointégration. Malgré un temps de consolidation parfois long (plusieurs semaines), ce type de fixation est en général aujourd'hui privilégié lorsque la qualité de l'os le permet. Il permet, notamment chez les sujets actifs, une amélioration de la transmission des forces à travers l'articulation ce qui réduit la dégradation mécanique de l'implant et des os environnants (Holzwarth and Cotogno, 2012).

Le choix des matériaux dépend de leur fonction dans la prothèse ce qui conduit à privilégier certaines caractéristiques. La tige fémorale et le métal-back, formant les contacts directs avec les os et assurant la transmission des forces dans l'articulation, sont en métal : les alliages de cobalt-chrome (CoCr), de titane ( $Ti_6AI_4V$ ) et les aciers inoxydables austénitiques (316L et 316LN) sont utilisés. Les composants du couple prothétique sont sélectionnés afin de limiter l'usure par frottement tout en assurant une résistance mécanique adéquate (résistance à la rupture, fatigue et déformation). Les principales combinaisons en application clinique aujourd'hui sont : métal/polymère (MoP) et céramique/polymère (CoP), dites combinaisons mou/dur; par opposition aux combinaisons dur/dur, métal/métal (MoM) et céramique/céramique (CoC). Le polyéthylène à très haut poids moléculaire (UHMWPE) est le polymère le plus largement employé et est éventuellement réticulé (XPE) ; l'alumine, la zircone et les composites alumine-zircone constituent les principaux céramiques en application ; les alliages de cobalt-chrome et les aciers inoxydables les principaux métaux. Tous les matériaux employés requièrent évidemment une excellente résistance à la corrosion et biocompatibilité. Le choix des matériaux dépend de nombreux facteurs : prix, expérience et pratique fréquente du chirurgien, activités postopératoires attendus, âge et santé générale du patient.

#### **1.2.3. Chiffres clefs actuels**

L'arthroplastie totale de la hanche est considérée comme l'une des interventions chirurgicales les plus abouties en chirurgie orthopédique. Elle permet de diminuer voire supprimer totalement les douleurs articulaires et redonne une mobilité satisfaisante à la hanche pour une amélioration de la qualité de vie : plus de 80 % des patients seraient satisfaits de leur intervention (Caton and Papin, 2012). Il est difficile d'extraire un taux de réussite moyen à long terme ou une durée de vie moyenne des prothèses totales de hanche puisqu'ils dépendent de nombreux facteurs de variabilité : liés au patient (morphologie, activités physiques, santé générale), chirurgicaux (mode opératoire, positionnement) et liés à l'implant (design, matériaux, fixation). En général, les études cliniques sont focalisées sur un ou quelques-uns de ces facteurs.

On estime qu'entre 1 et 2 millions de prothèses totales de hanche sont posées annuellement dans le monde (Holzwarth and Cotogno, 2012). Dans les pays industrialisés, l'Organisation de Coopération et de Développement Economique (OCDE) a évalué à la fin des années 2000 une incidence moyenne de 150 procédures annuelles pour 100 000 habitants et un nombre de procédures ayant augmenté de 25 % entre 2000 et 2009 (OECD, 2011). Kurtz et al. (Kurtz et al., 2007) ont estimé une croissance de 174 % et de 137 % respectivement du nombre de premières interventions et de révisions entre 2005 et 2030 aux Etats-Unis (Figure 1.10). Le gradient positif observé n'est pas surprenant compte tenu du vieillissement de la population, du succès de l'intervention et du niveau croissant de qualité de vie attendu. Individuellement, certains pays tels que les pays scandinaves (Malchau et al., 2002) ont mis en place des registres nationaux afin de suivre précisément le nombre de procédures réalisées et d'évaluer leur taux de réussite. En France, l'Haute Autorité de Santé (HAS) compte aujourd'hui environ 150 000 poses réalisées annuellement (HAS, 2014) alors que le taux de révision stagne à environ 12 % (Caton and Papin, 2012).



**Figure 1.10:** Projection du nombre de premières interventions (à gauche) et de révisions (à droite) pour l'arthroplastie totale de la hanche et du genou entre 2005 et 2030 aux Etats-Unis (Kurtz et al., 2007).

L'arthroplastie totale de la hanche englobe un ensemble de procédures (modes opératoires) et de types d'implants. Le choix du couple de frottement est l'un des principaux facteurs de différenciation entre une prothèse de hanche et une autre. On estime que le couple prothétique MoP (CoCr/UHMWPE) est le plus utilisé mondialement. En France, l'HAS a récemment publié la répartition des couples de frottement implantés dans les secteurs public et privé, représentant respectivement environ 60 et 40 % des interventions (HAS, 2014). La répartition globale positionne les couples MoP en première position (45 %), suivis par les couples CoC (36 %), Figure 1.11.



Figure 1.11: Répartition des couples de frottement implantés en France (HAS, 2014).

#### 1.3. Complications et révision

#### 1.3.1. Les principales causes de révision

La révision de la prothèse totale de hanche consiste en une seconde intervention chirurgicale qui intervient lorsque l'apport de l'implant n'est plus bénéfique et est même dangereux à long terme. Même si la performance des implants s'est améliorée, les patients sont dans un même temps de plus en plus jeunes (< 60 ans) et actifs : les révisions partielles ou totales restent inévitables. Ces opérations de révision posent deux problèmes majeurs : leur coût est plus élevé (le temps de séjour hospitalier est notamment plus long) (Bozic et al., 2009) et leur taux de réussite est plus faible (Mahomed et al., 2003) par rapport aux chirurgies de première intervention.

Les raisons d'une révision sont très variables au sein d'une population et évoluent dans le temps (variation de la durée et de la qualité de vie des patients). Les trois causes de révision les plus souvent rapportées dans la littérature sont le descellement, l'instabilité (luxation) et l'infection ; leur proportion varie d'une étude à une autre. Par exemple, Ulrich et al. (Ulrich et al., 2008) associe la révision au descellement aseptique pour 51,9 %, à l'instabilité pour 16,9 % et à l'infection pour 5,5 %. L'étude de Bozic et al. (Bozic et al., 2009) rapporte 22,5 % d'instabilité, 19,7 % de descellement mécanique et 14,8 % d'infection. De manière générale, l'instabilité et l'infection sont responsables de la majeure partie des révisions à court terme (< 5 ans) et le descellement (d'origine mécanique ou aseptique) des révisions à long terme (> 5 ans).

La luxation correspond à l'extraction, ou le déboitement, de la tête fémorale par rapport à la cupule. Elle intervient souvent dans les premiers mois après l'intervention, lorsque les tissus environnants ne sont pas encore totalement reconstruits, et est principalement influencée par des facteurs liés au patient et chirurgicaux (Werner and Brown, 2012). L'infection est une complication rare (moins d'1 % des patients sont concernés) mais grave, nécessitant presque systématiquement une intervention de révision (Ong et al., 2009). Le descellement traduit une mobilité de la prothèse dans l'os (fémur ou bassin). D'origine mécanique, il est favorisé par une mauvaise transmission et/ou distribution des contraintes. Par exemple, un positionnement désajusté tel qu'un mauvais alignement de la cupule provoque une augmentation locale des contraintes mécaniques ; un contact insuffisant os/implant induit un saut de contrainte (« stress shielding ») conduisant à la résorption locale de l'os alors non sollicité (Holzwarth and Cotogno, 2012). Le descellement aseptique, causé par une réaction inflammatoire aux débris d'usure, est décrit dans la prochaine partie.

D'autres causes de révision, moins récurrentes, sont aussi reportées, telles que : douleurs chroniques, dues à un endommagement nerveux ou musculaire provoqué par l'implant ; conflit (« impingement ») persistant entre le col du fémur et la périphérie du cotyle ; non-ostéointégration des prothèses non cimentées ; fracture de l'implant ; etc.

#### 1.3.2. L'usure du couple prothétique

Le descellement aseptique est la principale complication liée à l'usure du couple prothétique, qui est en partie causée par le frottement de la tête contre la cupule. La libération de débris d'usure et leur migration dans les tissus environnants provoquent une réaction immunitaire symbolisée par l'activation des macrophages, cellules ostéoclastiques et cellules dendritiques, dont le rôle est d'ingérer (ou phagocyter) ces corps étrangers d'échelle micrométrique. Les plus volumineux (> 20 µm) entraînent la création de cellules géantes par fusion de macrophages. La bio-inertie des matériaux formant les débris d'usure met à mal les processus de phagocytose : une réaction inflammatoire apparaît et est caractérisée par la libération de cytokines et autres enzymes (Figure 1.12). Ces dernières favorisent involontairement l'ostéolyse, c'est-à-dire la résorption du tissu osseux, et par conséquent la désolidarisation de l'interface os/implant (Cobelli et al., 2011).



**Figure 1.12:** Réactions immunitaires liées à la libération de débris d'usure et à l'origine de réactions inflammatoires favorisant l'ostéolyse (Cobelli et al., 2011).

L'incidence d'une réaction inflammatoire dépend principalement de la taille, la forme, la nature chimique et l'abondance des débris. Ces caractéristiques sont déterminées par le design de l'implant, les matériaux le constituant et les sollicitations environnementales (essentiellement mécaniques) auxquelles il est soumis. Cliniquement, la détection du risque d'ostéolyse est généralement réalisée par des méthodes radiographiques : la mesure de l'usure linéaire des composants prothétiques permet d'estimer la quantité de matériaux libérée. Dumbleton et al. (Dumbleton et al., 2002) ont préconisé un seuil maximal de 0,05 mm/an. Ingham et al. (Ingham and Fisher, 2000) ont insisté sur l'influence de la taille des débris : une taille critique comprise entre 0,2 et 0,8 µm favorisait davantage l'activation des ostéoclastes. Des études *in vivo* ont permis de caractériser la taille et la forme des débris ayant migrés dans les tissus péri-prosthétiques. Cependant, il est difficile d'en donner des caractéristiques moyennes tant les facteurs de variabilité sont nombreux : plusieurs revues bibliographiques attestent des différences observées (Cobelli et al., 2011; Ingham and Fisher, 2000; Nine et al., 2014). De façon très générale, on peut raisonnablement considérer que :

- La taille des débris en polyéthylène est principalement comprise entre 0,1 et 10 μm et les débris sont de formes irrégulières.
- Les couples MoM et CoC produisent davantage des débris de taille nanométrique et sphériques.
- Les réactions inflammatoires sont moins fréquentes pour les couples CoC et MoM que pour les couples MoP.

Ce dernier point s'explique d'une part par la plus faible réponse biologique engendrée par les débris en céramique et en métal, par rapport au polyéthylène ; et d'autre part parce que les couples MoP présentent un taux d'usure, donc une libération de débris d'usure, plus élevé. Piconi et al. (Piconi and Streicher, 2013) ont comparé les taux d'usure linéaires *in vivo* (études cliniques et analyses d'explants) des principaux couples de matériaux après plusieurs années en application, Figure 1.13. Le couples CoP ont un comportement intermédiaire, en matière d'usure, entre les couples MoP et MoM-CoC ; la réticulation du polyéthylène (UHMWPE) améliore la réponse tribologique dans les couples MoXPE et CoXPE.



**Figure 1.13:** Comparaison des taux d'usure linéaires mesurés in vivo pour différents couples prothétiques (Piconi and Streicher, 2013).

Outre les problèmes liés à l'ostéolyse, la dégradation par usure est aussi un frein à l'utilisation des couples MoM parce qu'elle engendre la libération d'ions métalliques. Plusieurs études ont rapporté un niveau d'ions métalliques dans le sang élevé chez les patients porteurs de couples MoM. Les conséquences biologiques à long terme, notamment sur la reproduction, les systèmes rénal et nerveux, et les risques cancérigène et toxicologique, sont encore inconnues et discutées (Bozic et al., 2012; Keegan et al., 2007). En 2011 puis en 2013, la FDA (agence de santé nord-américaine, « US Food and Drug Administration ») a émis des recommandations concernant la surveillance des couples MoM

Drug Administration, 2013). Les couples CoC sont ainsi aujourd'hui l'alternative la plus populaire aux couples traditionnels MoP, de type Charnley. Expérimentalement, des tests d'usure *in vitro* sur simulateur de marche ont confirmé le meilleur comportement tribologique de ces couples (Essner et al., 2005; Fisher et al., 2006; Lee and Goodman, 2008), même si le risque d'ostéolyse n'est pas nul (Yoon et al., 1998). La Table 1.1 donne à titre indicatif les volumes d'usure moyens mesurés *in vitro*; nous verrons dans la prochaine partie que ces volumes d'usure sont très sensibles aux conditions expérimentales des tests.

**Table 1.1:** Comparaison des taux d'usure moyens mesurés in vitro pour différents couples prothétiques (Essner et al., 2005; Fisher et al., 2006; Lee and Goodman, 2008).

Couple prothétique	MoP	MoXPE	MoM	CoP	CoC
Taux d'usure (mm <sup>3</sup> /million de cycles)	10 - 100	1 - 10	0,1 - 10	10 - 50	< 0,1

# 2. Les matériaux céramiques dans le couple prothétique

# 2.1. Les céramiques dans les couples CoC : généralités

Les matériaux formant le couple prothétique d'une prothèse totale de hanche doivent répondre à plusieurs critères d'exigence en matière d'intégrité structurelle, de tribologie et d'interaction biologique. Les céramiques, matériaux bio-inertes, ont une interaction minime avec la matière biologique environnante. L'usure et la rupture fragile sont en revanche deux modes de dégradation connus pour ce type de matériau et constituent les points clefs de leur développement.

## 2.1.1. Comportement mécanique

Les matériaux céramiques sont caractérisés par une bonne résistance mécanique, une faible densité et une forte dureté. Ils ont un comportement mécanique fragile : ils ne se déforment pas (ou très peu) plastiquement et sont donc susceptibles de se casser brutalement, sous l'effet de contraintes. La rupture fragile est souvent initiée par les défauts du matériau tels que joints de grains, porosités, microfissures, voire phases vitreuses qui concentrent localement les contraintes mécaniques. L'amplitude des contraintes au voisinage d'un défaut (par exemple au fond de fissure) est définie par le facteur d'intensité de contrainte, K<sub>I</sub> (Anderson, 2005):

$$K_I = Y \times \sigma \times \sqrt{a}$$

où Y est une constante proche de l'unité caractérisant la géométrie et la localisation du défaut ;  $\sigma$  est la contrainte appliquée en tension (ce mode de sollicitation est le plus dangereux) ; a est la dimension maximale du défaut (profondeur d'une fissure, rayon d'une porosité), Figure 1.14. Cette relation classique de la mécanique de la rupture a été obtenue à partir du critère de Griffith (Griffith, 1921) qui relie l'énergie de déformation à l'énergie nécessaire à la création de nouvelles surfaces dans un matériau. Elle permet de déterminer

la résistance à la rupture d'un matériau. La rupture fragile a lieu lorsque  $K_I$  excède  $K_{IC}$ , le facteur d'intensité de contrainte critique ou ténacité du matériau, tel que :

$$K_{IC} = Y \times \sigma_R \times \sqrt{a_C}$$

où  $a_c$  est la taille critique du défaut à la rupture et  $\sigma_R$  est la contrainte à rupture. La prévention de la rupture fragile implique donc une amélioration de la ténacité, par exemple grâce à une réduction de la taille des défauts (affinement de la microstructure) (De Aza et al., 2002). La méthode généralement utilisée pour déterminer expérimentalement la ténacité d'un matériau consiste en l'introduction d'une fissure de géométrie connue et supérieure à celles des défauts naturels du matériau puis en la mesure de la contrainte à la rupture (essai de flexion par exemple). Une méthode basée sur l'introduction de fissures par indentation permet de relier les caractéristiques géométriques des fissures et la charge appliquée aux propriétés mécaniques des matériaux, dont la ténacité.



**Figure 1.14:** Contrainte de tension ( $\sigma$ ) appliquée sur un matériau contenant une fissure de profondeur a (Anderson, 2005).

Les matériaux céramiques sont aussi susceptibles de se dégrader pour des valeurs de K<sub>I</sub> inférieures à K<sub>IC</sub> (ou des contraintes appliquées  $\sigma$  inférieures à  $\sigma_R$ ). Il s'agit du phénomène de propagation lente des fissures (pour des vitesses comprises entre  $10^{-12}$  m.s<sup>-1</sup> et  $10^{-2}$  m.s<sup>-1</sup>), aussi appelé propagation sous-critique. Ce phénomène est caractérisé par une propagation progressive des fissures, en dessous du seuil critique (K<sub>IC</sub>) et jusqu'à rupture brutale du matériau. Il dépend de plusieurs variables : charge mécanique appliquée, température, concentration des espèces chimiques du milieu, etc. La vitesse de propagation d'une fissure (V) est reliée au facteur d'intensité de contrainte (K<sub>I</sub>) de façon unique pour un matériau et un environnement donnés ; un diagramme V-K<sub>I</sub> permet d'illustrer cette relation, Figure 1.15.

Sur un diagramme V-K<sub>I</sub>, la présence de trois stades de propagation (et donc trois vitesses de propagation) s'explique par l'effet de l'environnement. Un modèle assimilé à celui de la corrosion sous contrainte permet de décrire la propagation de fissures dans chaque stade. Le stade I est caractérisé par l'adsorption des molécules corrosives du milieu, ou plus spécifiquement les molécules polaires du milieu telles que des molécules d'eau, en fond de fissure. Ces molécules provoquent une chute de l'énergie de surface par réaction chimique avec les liaisons fortes du matériau céramique, ce qui favorise l'ouverture de la fissure ; la vitesse de propagation est contrôlée par la vitesse de réaction. Dans le stade II, le processus

de transport des molécules jusqu'au fond de fissure devient plus lent que la vitesse de réaction ; la vitesse de propagation est déterminée par la vitesse de diffusion de ces molécules. Ces deux phénomènes de transport et de réaction chimique progressent en série et sont liés : le processus le plus lent contrôle la vitesse de propagation. Le stade III correspond à la rupture brutale du matériau induite par la charge mécanique appliquée. Ce stade n'est pas sensible à l'environnement et représente la rupture dans les conditions du vide. Les stades II et III progressent en parallèle puisqu'il n'y a pas d'interaction entre le transport des molécules du milieu et la rupture d'origine mécanique du matériau : le processus le plus rapide contrôle la vitesse de propagation ; les molécules n'ont pas le temps d'atteindre le fond de fissure avant rupture brutale, à  $K_{IC}$  (Gremillard, 2009).



**Figure 1.15:** Diagramme V- $K_l$ : relation entre la vitesse de propagation d'une fissure et le facteur d'intensité de contrainte (De Aza et al., 2002).

L'environnement affecte donc l'ensemble d'un diagramme V-K<sub>1</sub> (Figure 1.16). Dans les conditions du vide, la propagation sous-critique est limitée et seul le stade III est observé. Dans un environnement contenant une certaine concentration d'espèces polaires distribuées de façon homogène, tel qu'un milieu aqueux, il est possible d'observer uniquement le stade I; il n'y a pas de facteur limitant concernant le transport des molécules qui réagissent avec les liaisons du matériau (stade II). Certaines conditions environnementales (température et nature chimique du milieu) conduisent à un décalage horizontal des courbes V-K<sub>1</sub>: la résistance d'un matériau à la rupture fragile est donnée dans un environnement donné. Les courbes V-K<sub>I</sub> sont en revanche toutes caractérisées par l'existence d'un seuil d'initiation de la propagation de fissures, K<sub>IO</sub>, qui définit un état d'équilibre en dessous duquel, théoriquement, aucune propagation de fissure ne peut avoir lieu. Outre les conditions du milieu, le type de chargement est aussi susceptible de modifier l'allure des courbes V-K<sub>I</sub> et par conséquent les valeurs de K<sub>IO</sub>. En particulier, Chevalier et al. (Chevalier et al., 1997) ont montré que les lois V-K<sub>1</sub> se décalent vers les basses valeurs de K<sub>1</sub> sous chargement cyclique, ce qui correspond a priori davantage, par rapport à un chargement statique, aux conditions mécaniques auxquelles l'articulation de la hanche est soumise. Pour une application donnée, le facteur d'intensité de contrainte doit idéalement être inférieur à K<sub>IO</sub> : à cet effet les propriétés du matériau sont à ajuster. Bien que les mécanismes de rupture et de propagation sous-critique des matériaux céramiques aient déjà été largement étudiés, leurs interactions avec d'autres mécanismes de dégradation (usure, chocs, dissolution, vieillissement à basse température, etc.) sont, elles, moins connues (Gremillard et al., 2012).



**Figure 1.16:** Effet de l'environnement sur l'ensemble d'une courbe V- $K_i$  (Chevalier et al., 2009a).

### 2.1.2. Comportement tribologique

Le couple prothétique est formé d'une tête fémorale (sphère) qui s'articule dans une cupule (cavité hémisphérique). Le comportement tribologique de ces deux surfaces en contact et en mouvement relatif l'une par rapport à l'autre joue un rôle majeur sur la durée de vie d'un implant. L'étude des interfaces, de la lubrification, du frottement et de l'usure sont quatre domaines majeurs de la tribologie.

L'interface entre deux composants en contact est en premier lieu caractérisée par le degré de conformité des surfaces (Di Puccio and Mattei, 2015). Les surfaces en articulation sur la hanche naturelle sont généralement considérées comme conformes, c'est-à-dire qu'elles s'emboîtent géométriquement, puisque les rayons nominaux externe de la tête et interne de l'acétabulum sont équivalents. Pour des raisons de fabrication et d'intérêt tribologique, on note en revanche l'existence d'une faible distance entre la tête et la cupule d'un couple prothétique en contact. Cette « clearance », généralement de l'ordre de dizaines de microns, est proprement définie par le fabricant ; des caractéristiques moyennes sont données pour différents couples prothétiques dans la Table 1.2. Elle définit en partie les caractéristiques géométriques de l'interaction : plus la « clearance » est faible, plus les surfaces sont conformes et plus la surface de contact est élevée ; ce qui implique dans un second temps une meilleure lubrification et une plus grande distribution des contraintes de surface.

L'état des surfaces (rugosité, rondeur ou encore ondulation) est aussi un facteur déterminant quant à la conformité des surfaces et la qualité de l'interface. En particulier, la rugosité implique l'existence d'aspérités de surface à l'échelle micro ou nanoscopique (Figure 1.17). Ces aspérités définissent l'aire de contact réelle entre les deux composants, par opposition à

 Table 1.2: « Clearance » moyenne rapportée pour les différents couples prothétiques sur le marché (Di Puccio and Mattei, 2015).

Couple prothétique	MoP	МоМ	CoP	CoC
« Clearance » (µm)	160 - 400	50 - 150	160 - 400	20 - 100

l'aire de contact apparente (l'aire totale de la face des corps considérés). Les contacts ont ainsi lieu sur ces aspérités qui subissent alors des contraintes mécaniques locales pouvant être supérieures à la résistance à la rupture du matériau (les contraintes sont définies inversement proportionnelles à la surface sur laquelle elles sont appliquées). Déformations et microfissures se créées localement participant à la dégradation des matériaux. Les matériaux céramiques, très durs, permettent d'obtenir un état de surface faiblement rugueux (paramètre de rugosité, R<sub>a</sub>, de l'ordre du nanomètre) par rapport aux métaux (dizaine de nanomètre) et au polyéthylène (centaine de micron) (Di Puccio and Mattei, 2015).



**Figure 1.17:** Contacts qui agissent sur les aspérités à l'interface de deux systèmes en contact lors de l'application d'une force F (Di Puccio and Mattei, 2015).

Les conditions de lubrification d'une interface influencent les phénomènes de frottement et d'usure entre deux matériaux solides en contact et en mouvement relatif. Trois régimes de lubrification, illustrés Figure 1.18, ont été définis à partir de l'épaisseur relative du film de lubrifiant et de la rugosité des surfaces en contact:

- Le régime hydrodynamique (« fluid-film lubrication ») : le film séparant les surfaces en contact est suffisamment épais pour supporter la pression de contact à l'interface et éviter tout contact entre les aspérités des deux surfaces qui peuvent alors aisément glisser l'une contre l'autre ; ce régime est caractérisé par un niveau de frottement faible.
- Le régime limite (« boundary lubrication ») : l'épaisseur du film de lubrifiant est très faible voire localement nulle ; ce sont les aspérités de surface qui supportent la quasitotalité de la pression de contact.

 Le régime mixte (« mixed lubrication ») : ce régime est intermédiaire aux régimes hydrodynamique et limite ; la pression de contact est répartie sur le film lubrifiant et sur les aspérités de surface.



Figure 1.18: Régimes de lubrification limite, mixte et hydrodynamique (Holzwarth and Cotogno, 2012).

Le régime de lubrification hydrodynamique est le plus favorable dans un couple prothétique. soumis à d'importantes contraintes mécaniques. Des modèles théoriques et expérimentaux ont montré que les couples MoM, MoP et CoP fonctionnent à la frontière entre les régimes mixte et limite alors que les couples CoC sont caractérisés par un régime hydrodynamique (Brockett et al., 2007; Di Puccio and Mattei, 2015; Scholes and Unsworth, 2000). La rugosité et la « clearance » jouent un rôle majeur dans l'établissement du régime de lubrification. Dans les couples dur/mou, tels que MoP et CoP, le matériau mou est sensible à une dégradation par usure à l'origine d'une élévation conséquente de la rugosité et des aspérités de surface. Dans les couples MoM, les difficultés liées à l'usinage de surface des matériaux métalliques (par rapport aux matériaux céramiques caractérisés par une forte dureté) ne permettent pas d'atteindre une qualité de surface finie optimale : les aspérités résiduelles favorisent le développement des régimes mixte et limite. La réduction de la «clearance » favorise quant à elle le régime hydrodynamique dans les couples CoC. En revanche, dans des conditions anormales de pression de contact élevée, ces couples sont susceptibles de fonctionner en régimes mixte ou limite : par exemple lors du phénomène de « edge-loading » où les contraintes mécaniques sont fortement concentrées sur le bord de la cupule, interrompant localement le film de lubrification (Di Puccio and Mattei, 2015).

Il est possible d'évaluer les propriétés tribologiques d'un couple prothétique en partie grâce à son coefficient de frottement (ou friction). Le frottement correspond à l'interaction qui s'oppose au mouvement relatif entre deux systèmes en contact. Il est influencé par l'état de surface (aspérités), la géométrie et les caractéristiques mécaniques des matériaux, le régime de lubrification et les contraintes mécaniques appliquées lors du mouvement (amplitude et cinétique). Différents tests expérimentaux permettent d'évaluer le coefficient de frottement entre deux matériaux solides, du traditionnel tribomètre pion-disque jusqu'à l'utilisation, pour les composants d'un couple prothétique, de simulateurs de marche simplifiés (de type pendule, charge verticale et mouvements de flexion/extension seulement considérés). Puisque le frottement dépend fortement des conditions du système (environnement et

mécanique), l'étude comparative des différents couples de matériaux doit impliquer strictement les mêmes conditions expérimentales. Brockett et al. (Brockett et al., 2007) ont ainsi comparé les coefficients de frottement de couples MoM, MoP, CoP, CoC et d'un autre couple alternatif CoM à partir d'un test de type pendule (flexion/extension ±25°, charge 2 kN, oscillation 25-300 N, solution de sérum bovin concentrée à 25 %) : le plus faible coefficient a été mesuré pour le couple CoC, Figure 1.19. La même observation a été rapportée par Scholes et Unsworth (Scholes and Unsworth, 2000). A l'échelle microscopique, les phénomènes de frottement sont dominés par la déformation élastique des aspérités pour les matériaux céramiques ; cette déformation est davantage plastique et viscoélastique pour les métaux et le polyéthylène respectivement (Di Puccio and Mattei, 2015).



**Figure 1.19:** Coefficients de friction des principaux couples prothétiques déterminés à partir d'un test de type pendule (Brockett et al., 2007).

Les contacts mécaniques entre la tête et la cupule d'un couple prothétique impliquent un endommagement par usure de la surface de ces deux composants. Trois mécanismes d'usure principaux caractérisent les couples CoC : adhésion, abrasion et fatique (Gremillard et al., 2012). L'usure par adhésion est caractérisée par un transfert de matière (microsoudure) d'une surface sur l'autre lorsqu'elles sont comprimées l'une contre l'autre : un arrachement mécanique de ou causé par ces particules soudées a lieu lors du mouvement relatif entre ces deux surfaces. L'abrasion intervient en présence de particules dures dans le contact : elles s'encastrent dans l'une des surfaces ou restent confinées entre les deux surfaces qu'elles frottent. L'endommagement des surfaces par fatigue est lié à l'action de contraintes mécaniques répétées et se manifeste par la création de fissures, pigûres ou écailles. De façon générale, l'usure dépend de trois facteurs principaux : la pression de contact qui détermine les contraintes en surface ; la cinétique du mouvement relatif qui modifie la position et l'étendue de la surface de contact ; la lubrification qui prévient le contact direct entre les deux surfaces (Holzwarth and Cotogno, 2012). Les caractéristiques géométriques (« clearance », conformité), matériaux (dureté et rugosité), le régime de lubrification hydrodynamique et le faible coefficient de frottement des couples céramiques sont étroitement liés et apportent une explication aux plus faibles taux d'usure observés in *vivo* par rapport aux autres couples prothétiques. Ces différents aspects montrent bien que le choix des conditions expérimentales *in vitro* (lubrification, sollicitations mécaniques) est primordial lors de l'évaluation du comportement tribologique d'un couple prothétique.

#### 2.2. Alumine

L'oxyde d'alumine, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a été le premier matériau céramique massivement distribué en orthopédie. Il a été introduit dans le couple prothétique des prothèses totales de hanche dans les années 1970 (Boutin, 1971). Il s'agit d'une céramique dense poly cristalline obtenue à partir d'une poudre d'oxyde d'aluminium compressée à haute température. Elle possède une intéressante combinaison de résistance mécanique, résistance à l'usure (matériau dur et mouillable), biocompatibilité, résistance à la corrosion et stabilité chimique. Cependant, son principal désavantage est sa ténacité modérée (Table 1.3) qui la rend susceptible à la rupture fragile. Des taux de rupture *in vivo* très variés ont été rapportés depuis son introduction jusqu'à son utilisation actuelle (Lee and Garino, 2011; Rahaman et al., 2007). Les données fournies par le plus grand fabricant de couples prothétiques en céramique (CeramTec) donnent une tendance sur l'évolution de ces taux de rupture au fil du développement du matériau (Willmann, 2000).

Table	1.3:	Caractér	ristiques e	et propriétés	mécaniques	moyennes	d'une a	lumine	de 3 <sup>ème</sup>
généra	ation,	d'une zir	cone stab	ilisée à l'yttri	ium (3% mola	aire) et d'un	composit	te ZTA	(Biolox <sup>®</sup>
delta)	(Cera	amTec, 2	010; Clark	ke, 2006; Cla	arke et al., 20	006; Piconi	et al., 20	03; Ziei	tz et al.,
2011).									

Matériau Caractéristique	Alumine (3 <sup>ème</sup> generation)	Zircone yttriée (3Y-TZP*)	ZTA* (Biolox <sup>®</sup> <i>delta</i> )
Densité (g/cm <sup>3</sup> )	> 3,97	6,04	4,37
Taille de grains (µm)	< 2	< 0,6	D <sub>al2o3</sub> <1 et D <sub>zro2</sub> <0,5
Module de Young (GPa)	380-450	200-250	350
Résistance à la flexion (MPa)	580-630	1000-1500	1150-1400
Dureté Vickers (Hv)	2000-2300	1200-1250	1750-2000
Ténacité, K <sub>IC</sub> (MPa/m <sup>1/2</sup> )	4-5	6-12	6,5-8,5

\*3Y-TZP: 3 mol % Yttrium-Tetragonal Zirconia Polycristal; \*\*ZTA: Zirconia Toughened Alumina.

La première génération de matériau alumine a été caractérisée par un taux de rupture moyen de 0,026 %. Les causes de rupture impliquaient généralement une concentration anormale des contraintes mécaniques (mauvais positionnement, système de fixation non adapté) associée à une microstructure peu fine (taille des grains,  $D_{al2O3} \approx 4-7 \ \mu m$ ) et poreuse (densité,  $d_{al2O3} \approx 3,85-3,95 \ g/cm^3$ ) à l'origine de la présence de micro-défauts résiduels. Dans les années 1980, une seconde génération d'alumine (dont Biolox<sup>®</sup> de CeramTec) présentant une microstructure affinée ( $D_{al2O3} \approx 4 \ \mu m$  et  $d_{al2O3} \approx 3,95 \ g/cm^3$ ) a été introduite sur le marché (Piconi and Streicher, 2013): le taux de rupture moyen est abaissé à 0,014 %. L'amélioration des procédés de fabrication telle que l'optimisation du pressage isostatique à chaud (HIP pour « hot isostatic pressing ») (Rieger, 2001) a conduit à une troisième et dernière

génération d'alumine (dont Biolox<sup>®</sup> forte depuis 1995). Elle présente une haute pureté (contenu en alumine > 99,8 %), une faible porosité ( $d_{al2O3} \approx 3,97 \text{ g/cm}^3$ ) et une taille de grains réduite ( $D_{al2O3} < 2 \mu m$ ) (Figure 1.20). Le taux de rupture moyen a diminué d'environ un ordre de grandeur, moyennant à 0,004 %. Au fil des générations, l'optimisation de la microstructure et des procédés de fabrication a aussi permis d'élever considérablement les propriétés mécaniques de l'alumine telles que sa résistance à la flexion, dureté ou module de Young. En 2005, on a estimé à plus de 5 millions le nombre de têtes fémorales et 500 000 le nombre de cupules en matériau alumine implantées dans le monde (Rahaman et al., 2007).



Figure 1.20: Image de la microstructure d'une alumine 3<sup>ème</sup> génération (Piconi et al., 2003).

## 2.3. Zircone

## 2.3.1. Généralités

L'oxyde de zircone, ZrO<sub>2</sub>, a été introduit en orthopédie dans les années 1980 comme une alternative aux céramiques en alumine. Caractérisée par une ténacité et une contrainte à la rupture particulièrement élevées (Table 1.3), la zircone est un matériau plus adapté que l'alumine pour constituer des implants potentiellement soumis à de forts chargements mécaniques. Ses caractéristiques ont permis l'introduction de nouvelles géométries telle que la tête fémorale de diamètre 22 mm. Comme l'alumine, la zircone montre une excellente résistance à l'usure et biocompatibilité. Son principal désavantage est son instabilité chimique caractérisée par un phénomène de dégradation à basse température (LTD pour « Low Temperature Degradation ») ou vieillissement (Kobayashi et al., 1981). Il a été associé à l'origine d'une série de ruptures de têtes fémorales *in vivo* sans précédent (environ 400 prothèses en zircone Prozyr<sup>®</sup> moins de deux ans après implantation) au début des années 2000. Cet évènement a drastiquement freiné le succès de ces prothèses : les ventes sur le marché ont chuté de 90 % entre 2000 et 2001 (Chevalier, 2006). Des analyses *a posteriori* ont mis en évidence qu'une modification dans le procédé de frittage était à l'origine de l'accélération du vieillissement des prothèses en présence des fluides biologiques, ce qui

a conduit à leur rupture prématurée par propagation sous-critique ou catastrophique à la suite d'un choc.

La zircone pure présente trois phases cristallines à pression atmosphérique : la phase cubique est stable à haute température (2360-2680°C), la phase quadratique (ou « tetragonal ») est stable entre 1170 et 2360°C et la phase monoclinique est stable à basse température (< 1170°C). La transformation de phase martensitique quadratiquemonoclinique (q-m) est un élément primordial dans le matériau zircone : elle est responsable de sa ténacité élevée, grâce à un mécanisme de renforcement, mais aussi de sa sensibilité au phénomène de vieillissement qui limite sa durabilité. La transformation q-m est caractérisée par des contraintes de cisaillement et une expansion volumique de l'ordre de 4 % qui sont à l'origine de contraintes mécaniques internes pouvant limiter l'intégrité structurale du matériau (Chevalier et al., 2007). Il est donc essentiel d'éviter cette transformation lors de l'élaboration du matériau (en particulier au cours du refroidissement après frittage) : l'idée est de stabiliser les phases quadratique et (ou) cubique à température ambiante puisqu'elles présentent des propriétés mécaniques bien plus intéressantes que la phase monoclinique ; plus précisément la phase quadratique est souvent la plus désirable (Piconi and Maccauro, 1999). La technique la plus utilisée est la stabilisation par des éléments d'alliage que sont les oxydes d'yttrium, cérium, magnésium et calcium. La zircone stabilisée à l'yttrium, Y-TZP (« Yttria stabilized Tetragonal Zirconia Polycristal »), constitue des monolithes de phase quadratique (la phase cubique est minoritaire). Elle a été l'alternative la plus développée à partir des années 1990 avec plus de 600 000 têtes fémorales implantées, principalement dans le couple zircone/UHMWPE (Chevalier et al., 2007). Une teneur optimale d'yttrium a été évaluée à 2-3 % molaire pour l'obtention de la meilleure combinaison de propriétés mécaniques et stabilité chimique, ce qui a conduit à l'utilisation massive de la zircone 3Y-TZP (3 % molaire) (Chevalier et al., 2004; Piconi and Maccauro, 1999). Lawson (Lawson, 1995) a montré que le vieillissement du matériau dépend fortement de la taille des grains, de la teneur en stabilisant et des caractéristiques de la poudre initiale ; une taille de grain inférieure à 0,6 µm a été normalisée (ISO standard 13356, 2008). Par rapport à l'alumine, cette microstructure plus fine (Figure 1.21) limite la formation de défauts critiques susceptibles d'engendrer une rupture sous-critique.



Figure 1.21: Image de la microstructure d'un matériau Y-TZP (Piconi et al., 2003).

#### 2.3.2. Mécanisme de renforcement

Le mécanisme de renforcement par transformation de phase q-m est à l'origine de la résistance à la propagation de fissures élevée de la zircone (Garvie et al., 1975). A température ambiante, le matériau se présente en phase métastable quadratique. La transformation en phase monoclinique (stable) est provoquée par tout apport suffisant d'énergie (mécanique, chimique ou thermique). En particulier, la propagation d'une fissure apporte suffisamment d'énergie pour induire localement la transformation sous l'action des contraintes mécaniques en fond de fissure (Figure 1.22). L'expansion volumique qui accompagne la transformation crée un champ de contraintes de compression qui s'oppose aux contraintes de tension favorisant l'ouverture de la fissure. La propagation de la fissure est ainsi ralentie voire stoppée par dissipation de l'énergie dans le processus de transformation de phase et dans l'opposition aux contraintes de compression (Butler, 1985).



**Figure 1.22:** Mécanisme de renforcement lié à la transformation de phase de la zircone à l'origine du ralentissement de la propagation d'une fissure (Butler, 1985).

#### 2.3.3. Phénomène de vieillissement à basse température

La durabilité de la céramique est caractérisée par sa résistance au phénomène de vieillissement à basse température. Celui-ci est symbolisé par une transformation de phase défavorable en surface induite par la présence d'une atmosphère humide. La pénétration d'ions hydroxyles dans le réseau cristallin de la zircone quadratique métastable entraîne l'apparition de contraintes de traction sur les grains de surface susceptibles de provoquer la transformation q-m (Gremillard, 2009). L'état de finition de la surface du matériau contrôle en partie sa sensibilité au vieillissement puisque les porosités et autres défauts favorisent une concentration des contraintes (Deville et al., 2006). Dans un premier temps localisée sur les grains les plus instables, la transformation s'étend ensuite sur la surface du matériau par un processus de germination-croissance (Chevalier et al., 1999): la transformation d'un grain

isolé induit des contraintes mécaniques sur les grains voisins favorisant leur propre transformation et ainsi la croissance des zones transformées ; dans le même temps d'autres grains isolés continuent de se transformer. La propagation de la transformation dans le volume est facilitée par l'apparition de microfissures au niveau des joints de grains, qui sont affectés par les contraintes mécaniques associées à la transformation. Ces microfissures facilitent la diffusion de l'eau dans le volume. La décohésion et l'expansion volumique des grains sont susceptibles de provoquer l'apparition de rugosités en surface, ce qui influence directement les propriétés tribologiques du matériau ; des grains peuvent aussi être libérés de la surface, Figure 1.23 (Deville et al., 2005a). Le vieillissement de la zircone est étroitement lié à la rupture fragile du matériau puisque l'extension de zones transformées et microfissurées peut conduire à la création de défauts de taille suffisante pouvant induire la rupture (Gremillard, 2009).



**Figure 1.23:** *Phénomènes associés à la transformation de phase de la zircone en surface (Deville et al., 2005a).* 

Les principales caractéristiques de la dégradation à basse température ont été synthétisées par Swab (Swab, 1991):

- Elle est plus rapide entre 200 et 300°C et est accélérée par l'eau ou la vapeur d'eau.
- Elle est causée par la transformation q-m qui s'accompagne de microfissuration.
- La microfissuration est à l'origine d'une baisse de la résistance mécanique, ténacité et densité.
- La transformation progresse de la surface vers l'intérieur du matériau.
- Elle est favorisée par une augmentation de la taille des grains ou une diminution de la teneur en stabilisant.

#### 2.4. Composites alumine-zircone

Les composites alumine-zircone ont été développés avec l'idée de profiter de l'expérience acquise sur chacun de ces matériaux et de leurs avantages : la dureté et l'inertie chimique de l'alumine, et le mécanisme de renforcement par transformation de phase de la zircone. La combinaison de ces deux matériaux est à ajuster pour atténuer leurs inconvénients que sont les phénomènes de rupture fragile et de vieillissement à basse température, respectivement. Différents compromis sur le plan de la résistance mécanique, ténacité, dureté et stabilité chimique ont été explorés. On distingue deux classes majeures de composites, différenciées

par le type de constituant majoritaire : l'alumine renforcée en zircone, ZTA (pour « Zirconia Toughened Alumina ») et la zircone renforcée en alumine, ATZ (pour « Alumina Toughened Zirconia »). Dans le cas d'un composite ATZ, le constituant majoritaire est la zircone (environ 80 % volumique) et l'addition de particules d'alumine permet d'améliorer la dureté par rapport à une zircone monolithique, tout en conservant une bonne ténacité et résistance à la flexion. La sensibilité au vieillissement à basse température est parfois discutée même si un certain niveau de stabilité est apporté par les particules d'alumine (Schneider et al., 2008).

L'attention s'est davantage portée sur les composites ZTA, introduits en application clinique dans les années 2000 (Kuntz, 2006). Ces composites sont formés d'une matrice d'alumine renforcée par des particules de zircone. L'apport de la zircone, présente sous forme métastable quadratique, donne au composite une meilleure résistance à la rupture et une meilleure ténacité par rapport à l'alumine monolithique ; une faible réduction de la dureté et du module de Young est rapportée (Table 1.3). La stabilité du matériau est en partie assurée grâce à la matrice d'alumine, très rigide, qui contraint les particules de zircone en phase quadratique. La teneur en zircone est généralement comprise entre 5 et 30 % volumique (Kurtz et al., 2014) et a un rôle déterminant sur les propriétés mécaniques et la stabilité du composite; tout comme la distribution et la taille des grains de la zircone, et de ceux d'alumine (Deville et al., 2003). L'idée est de se positionner au plus proche du seuil de percolation de la zircone dans la matrice d'alumine, évalué à environ 16 % volumique (Pecharromán et al., 2003), et d'éviter les agglomérats de particules de zircone afin d'enraver la propagation de la transformation de phase de grain en grain. Dans le même temps, la quantité de zircone doit être suffisante pour assurer localement un renforcement par transformation de phase. Cela permet au composite de présenter des valeurs élevées de ténacité ( $K_{IC}$ ) et de seuil d'initiation de la propagation de fissures ( $K_{IC}$ ). La Figure 1.24 permet de comparer les courbes V-K<sub>I</sub> d'une alumine, d'une zircone et d'un composite ZTA (10 % volumique) (De Aza et al., 2002) :

- L'alumine est moins sensible aux espèces chimiques polaires (molécules d'eau) que la zircone (la pente de la courbe au stade I est plus élevée) ; ceci favorise l'élévation du seuil K<sub>IO</sub>.
- La zircone connaît le mécanisme de renforcement par transformation de phase ; ceci favorise l'élévation de la ténacité K<sub>IC</sub>.
- Le composite ZTA profite de ces deux avantages puisque la propagation de fissures a essentiellement lieu dans la matrice d'alumine et que la zircone est introduite en quantité suffisante pour assurer le mécanisme de renforcement ; ceci favorise le déplacement de la courbe V-K<sub>I</sub> vers les valeurs élevées de K<sub>IO</sub> et K<sub>IC</sub>.

Deux matériaux composites ZTA dominent aujourd'hui le marché: Biolox<sup>®</sup> *delta* de CeramTec (Allemagne) depuis 2003 et AZ209 de Kyocera Medical (Japon) depuis 2011 (Kurtz et al., 2014) ; notre attention se porte sur le premier matériau puisqu'il est à l'étude dans cette thèse. Le matériau Biolox<sup>®</sup> *delta* est composé d'une matrice d'alumine à 80 % (volumique), de particules de zircone stabilisée à l'yttrium (1,3 % molaire) à 17 % et d'oxyde de strontium à 3 % (Chevalier et al., 2009b). Les grains de zircone, de taille nanométrique, sont dispersés de façon homogène dans la matrice d'alumine, dont la taille des grains est inférieure au micron ; l'oxyde de strontium est présent sous la forme de cristaux lamellaires

(ou plaquettes) pouvant atteindre 3 µm de longueur, Figure 1.25. La forme de ces derniers permet d'assurer un second mécanisme de renforcement mécanique par dispersion de l'énergie de propagation des fissures qui les interceptent. Dix ans après leur introduction, on estime à plus de 3,8 millions le nombre de composants prothétiques (têtes fémorales et cupules) en Biolox<sup>®</sup> delta implantés dans le monde (Piconi and Streicher, 2013).



**Figure 1.24:** Courbes V-K<sub>1</sub> d'une alumine, d'une zircone et d'un composite ZTA (10 % volumique) (De Aza et al., 2002).



**Figure 1.25:** *Image de la microstructure d'un matériau ZTA Biolox<sup>®</sup> delta (Chevalier et al., 2009b).* 

# 3. Prédire la performance des couples céramique/céramique

L'évaluation de la performance des couples prothétiques repose principalement sur deux types d'études : les études cliniques, *in vivo*, et les tests expérimentaux, *in vitro*. Les premières permettent de donner le comportement moyen d'un couple prothétique à long terme, après plusieurs années de suivi postopératoire. Les tests expérimentaux permettent eux de prédire la performance des implants de façon accélérée et participent à leur validation préclinique. Ces tests doivent donc reproduire l'environnement *in vivo* de l'implant. En parallèle, l'analyse des explants est utile pour identifier et comprendre les causes de révision mais aussi pour ajuster les procédures de tests expérimentaux.

## 3.1. Réponse aux sollicitations mécaniques en condition standard

## 3.1.1. Evaluation des forces internes de l'articulation in vivo

La connaissance des forces internes de l'articulation de la hanche est primordiale puisque ces forces déterminent les chargements mécaniques auxquels les implants sont susceptibles d'être soumis en application. Les forces mises en jeu dans une hanche naturelle (Duda et al., 1997; Paul, 1966; Sutherland et al., 1980) sont à différencier de celles d'une hanche implantée. Bien que le rôle de l'implant soit de reproduire l'ensemble des mouvements et de supporter les charges d'une hanche naturelle, son introduction peut conduire à une modification des sollicitations mécaniques : l'implant à ses propres propriétés mécaniques, différentes de celles de l'os ; les degrés de flexibilité sont parfois plus limités, notamment peu de temps après l'intervention ; l'appréhension du patient à porter son poids sur une hanche implantée peut faire varier la distribution des sollicitations sur chaque hanche. Stansfield et al. (Stansfield and Nicol, 2002) ont montré qu'en moyenne, les forces de contact au cours d'un cycle de marche sont moins élevées sur une hanche implantée que sur une hanche naturelle ; les vitesses, cadences et longueurs de pas moins élevées des sujets implantés en sont une possible explication.

Il existe deux méthodes principales pour évaluer les forces au sein d'une articulation implantée : le calcul, à partir de la modélisation en dynamique inverse, et la mesure in vivo, à partir d'implants instrumentés et de transmission de données télémétriques. La première connaît des limites puisqu'elle implique une simplification des modèles musculosquelettiques mais elle permet aussi une comparaison directe avec une hanche naturelle et est non invasive. La seconde méthode est la plus usuelle bien qu'elle n'est applicable que sur un nombre limité de sujets. Les implants instrumentés ont permis l'acquisition des forces de contact, notamment au cours de la marche (Brand et al., 1994; English and Kilvington, 1979; Kotzar et al., 1991; Rydell, 1966). La base de données la plus complète a été fournie par Bergmann et al. (Bergmann et al., 1993, 2001) et permet de comparer les forces mises en jeu au cours de différents types d'activité : marcher (marche lente, normale et rapide), prendre des escaliers (montée et descente), se mettre debout, s'assoir, courir, ou encore trébucher. Par exemple, prendre des escaliers conduirait à des forces 20 % plus élevées que celles engendrées au cours de la marche. En parallèle, Morlock et al. (Morlock et al., 2001) ont estimé la fréquence de certaines de ces activités (et positions statiques) au cours d'une journée : être assis (44 % du temps), être debout (24 %), marcher (10 %), être allongé (6 %) et prendre des escaliers (<1 %).

La marche normale est l'activité quotidienne de référence pour l'évaluation des sollicitations mécaniques de la hanche. Par convention, le cycle de marche (de chaque membre inférieur) débute par le contact talon-sol du pied et se termine lorsque ce même contact se répète. Le cycle se divise en une phase d'appui (60 % du cycle), lorsque le pied est en contact avec le sol, et une phase de balancement (40 %), lorsque la jambe est en l'air et se déplace vers l'avant. La phase d'appui est souvent caractérisée par la présence d'un double maximum de force (Duda et al., 1997): au contact talon-sol et lors du décollement des orteils (phase de poussée), Figure 1.26. Le nombre de pas moyen réalisés par an, pour un sujet implanté, a été estimé à environ un million (Morlock et al., 2001; Schmalzried et al., 1998). L'analyse des maximums de force au cours de la marche rend compte d'une grande variabilité inter-sujets (Figure 1.26). Celle-ci s'explique par de nombreux facteurs, principalement liés au patient. Par exemple, la taille des jambes influence directement la longueur de pas et donc les caractéristiques d'un cycle de marche (Stansfield and Nicol, 2002). Bergmann et al. (Bergmann et al., 1993, 2001) ont rapporté des pics de force de l'ordre de 230 à 480 % du poids du corps (P). A titre de comparaison, Kotzar et al. (Kotzar et al., 1991) et Brand et al. (Brand et al., 1994) ont rapporté des pics de force compris entre 210 et 280 %P et 250 et 350 %P, respectivement.



**Figure 1.26:** Forces de contact mesurées in vivo sur 4 patients implantés (la courbe en gras représente la valeur moyenne) (Bergmann et al., 2001).

Les études de Bergmann et al. ont aussi permis d'analyser les directions dans lesquelles les forces de contact sont appliquées. En général, la force normale contribue majoritairement à la résultante des forces et les forces tangentielles sont négligeables. Cette distribution varie très peu quel que soit le type d'activité considéré. Par exemple, la Figure 1.27 illustre la force résultante et ses composantes mesurées lors de la marche et lors d'un trébuchement

(Bergmann et al., 2004). On note l'élévation drastique des forces de contact au cours du trébuchement (de 450 %P lors de la marche à 900 %P lors du trébuchement pour ce patient) ; toutefois ce type d'activité accidentelle reste rare. Bergmann et al. (Bergmann et al., 2001) ont ainsi suggéré que les implants doivent être testés lors de la marche et de la prise d'escalier, les activités quotidiennes qui induisent les sollicitations mécaniques les plus élevées.



**Figure 1.27:** Forces de contact mesurées in vivo sur un patient au cours de la marche et d'un trébuchement (Bergmann et al., 2004).

#### 3.1.2. Développement de tests d'usure in vitro sur simulateur de marche

La connaissance des sollicitations mécaniques et des mouvements mis en jeu dans l'articulation de la hanche a permis le développement de tests expérimentaux qui reproduisent au mieux les conditions auxquelles les implants sont soumis *in vivo*. En particulier, ces tests *in vitro* ont pour but de répliquer l'usure du couple prothétique, sa principale source de complication. En principe, les conditions de la marche sont simulées, on parle donc de tests d'usure sur simulateur de marche. L'avantage de ce type de test (par exemple par rapport au test d'usure pion-disque) est que l'on teste ici un implant dans sa forme (design, caractéristiques géométriques) réelle, celle qu'il a en application. Affatato et al. (Affatato et al., 2008) ont donné une revue historique des différents types de simulateurs ayant été développés. Ils se différencient notamment par le nombre d'axes de rotation (ou degrés de liberté, de 1 à 3) qu'ils comportent (les mouvements de flexion/extension, abduction/adduction et rotations médiale/latérale sont déterminés par chacun de ces axes).

L'intérêt de la simulation de l'ensemble de ces mouvements a souvent été discuté, alors que la suppression d'un ou de plusieurs degrés de liberté permet une diminution considérable du coût et de la complexité des tests (Viceconti et al., 1996). Bragdon et al. (Bragdon et al., 1996) ont défendu l'importance de la prise en considération de l'ensemble des trois mouvements sur la reproduction de l'usure de couples MoP. Ces mouvements induisent en effet les frottements de la tête contre la cupule. Le nombre de station, le type de chargement imposé, le respect ou non de la position anatomique et les conditions de lubrification sont d'autres paramètres susceptibles de varier d'un simulateur à un autre. La Figure 1.28 illustre la variabilité des taux d'usure mesurés sur des couples CoC à partir de tests sur différents simulateurs et souligne l'importance du choix de l'équipement à employer (Affatato et al., 2008). Il est donc difficile de comparer quantitativement des couples de matériaux avec des équipements différents. La norme internationale ISO 14242-1 (ISO standard 14242-1, 2012) a été élaborée afin de travailler dans les conditions expérimentales les plus proches et reproductibles. Elle définit notamment l'amplitude des trois mouvements angulaires et les conditions de force, avec la présence d'un double maximum de force à 3 kN. Le test d'usure sur simulateur de marche, en condition standard, est l'un des tests requis pour la validation préclinique. Il permet une quantification de la dégradation par usure grâce à la mesure de la perte de masse. La comparaison des taux d'usure obtenus in vitro et ceux mesurés in vivo est assez délicate puisque différentes méthodes de mesure sont employées (gravimétrique vs radiographique). La caractérisation de l'état de la surface et des débris d'usure libérés durant les tests in vitro permet, elle, une comparaison davantage qualitative avec l'état de surface des explants et les débris d'usure présents dans les tissus environnants.



# Volumetric wear rate [mm<sup>3</sup>/Mc]

**Figure 1.28:** Comparaison des taux d'usure obtenus sur différents simulateurs de marche pour des couples CoC; MTS-Bionix, SW 12ST (Shore Western 12 stations), SW 9ST (9 stations) : machines commercialisées ; Mark II Durham : machine personnalisée, non standardisée (Affatato et al., 2008).

Les matériaux céramiques sont très peu sensibles aux sollicitations mécaniques appliquées durant un test d'usure en condition standard. Des taux d'usure inférieurs à 0,1 mm<sup>3</sup>/million

de cycles ont été rapportés (Manaka et al., 2004; Oonishi et al., 1999; Stewart et al., 2001; Tipper et al., 2002) ; parfois l'usure en surface est même trop faible pour être quantifiée (Saikko and Pfaff, 1998). La précision des méthodes de mesure gravimétrique est donc un frein pour différencier les différents types de céramiques (alumine, zircone et composites) (Clarke et al., 2009). L'introduction des conditions de décoaptation a permis cette différenciation et explique certaines dissemblances observées entre les implants testés *in vitro* et les explants analysés.

## 3.2. Le phénomène de décoaptation

## 3.2.1. Mise en évidence et description

L'usure observée sur les explants est parfois différente de celle induite par les simulateurs de marche. En général, l'usure créée in vitro est moins conséquente, que ce soit pour des matériaux en UHMWPE (Clarke et al., 1997) que pour des matériaux en céramique (Nevelos et al., 1999). En particulier, des explants en céramique ont montré la présence de zones ou bandes d'usure localement très prononcées, et a priori cliniquement associées à une mauvaise inclinaison de la cupule (verticalisation). Toutefois, une variation de ce paramètre dans les tests expérimentaux n'a pas permis de reproduire la formation de ces bandes (Nevelos et al., 1999). Des études par vidéofluoroscopie, une technique qui permet de réaliser des images des structures internes (squelettiques ou musculaires par exemple) au cours d'un mouvement, ont été réalisées afin de préciser la cinématique des implants. Elles ont mis en évidence la présence d'une séparation entre la tête fémorale et la cupule du couple prothétique, appelée décoaptation (« micro-separation » en anglais). La décoaptation a d'abord été observée sur des couples MoP puis CoP lors des mouvements d'abduction/adduction et lors de la marche (Dennis et al., 2001; Komistek et al., 2004, 2002; Lombardi et al., 2000). Pour cette activité de référence, une valeur de décoaptation moyenne de 1,2 mm a été mesurée (Lombardi et al., 2000) ; elle augmente et atteint plusieurs mm en abduction/adduction. Il est important de noter que les premières études par vidéofluoroscopie avaient une faible précision de mesure qui ne permettait pas de déceler une décoaptation inférieure à 0,8 mm. Une étude plus récente a ainsi permis de révéler la présence de ce phénomène également sur des couples MoM et CoC ; les couples MoP ont en général la valeur de décoaptation la plus élevée (Glaser et al., 2008).

Au cours de la marche, le phénomène de décoaptation est décrit en trois temps : durant la phase de balancement, la translation de la tête crée la distance de séparation avec la cupule ; ce mauvais positionnement est à l'origine d'un choc entre ces deux composants lors du contact talon-sol ; lors de la phase d'appui, la tête reprend finalement sa position normale dans la cupule, Figure 1.29. La présence d'un choc expliquerait en partie les forces de contact plus élevées parfois rapportées lors du contact talon-sol par rapport à la phase de poussée (décollement des orteils) (Bergmann et al., 1993, 2001; Taylor et al., 1997). Une forte concentration des contraintes a lieu localement au niveau du bord supérieur de la cupule puisque la surface de contact est largement diminuée : on parle de « edge-loading ». Mak et al. (Mak et al., 2002) ont développé un modèle d'éléments finis en 3D afin de préciser dans quelles conditions la décoaptation conduit au phénomène de « edge-loading ». Il a été démontré qu'une faible distance de séparation suffit à causer le « edge-loading » dans les couples durs/durs (MoM et CoC) puisqu'ils présentent une conformité des surfaces plus élevée et une « clearance » plus faible que les couples dur/mou. De plus l'utilisation d'un

matériau rigide pour constituer la cupule favorise la concentration des contraintes. L'angle d'inclinaison de la cupule semble aussi avoir un rôle déterminant, conformément à ce qui avait d'abord été observé cliniquement (Hausselle, 2007; Uribe et al., 2011). La conséquence principale de la décoaptation est l'usure prématurée des composants du couple prothétique, avec notamment la formation des bandes d'usure au niveau de la ligne de contact (là où le choc a lieu et où les contraintes se concentrent) entre le bord supérieur de la cupule et la surface de la tête en opposition, Figure 1.30 (Walter et al., 2006) ; elle peut également affecter la durabilité de la fixation des implants (Dennis et al., 2001; Lombardi et al., 2000; Nevelos et al., 2000).



Figure 1.29: Phénomène de décoaptation au cours de la marche (Tipper et al., 2002).

Cliniquement, la décoaptation est en général associée à la laxité des tissus mous environnants. Lors de l'intervention chirurgicale, certaines structures de soutien telles que les ligaments formant la capsule fibreuse ou le ligament rond sont sectionnées et/ou réséquées. Cela rend l'articulation artificielle moins stable que l'articulation naturelle ; la tête sort plus aisément de son logement acétabulaire. Récemment, d'autres explications possibles ont été données : mal positionnement (décalage des centres de la tête et de la cupule), affaissement de la tige fémorale, « impingement » (Al-Hajjar et al., 2013a). Depuis sa mise en évidence, l'introduction de la décoaptation dans les tests expérimentaux a été suggérée afin de reproduire plus justement les conditions cinématiques de l'environnement *in vivo* (Dennis et al., 2001; Lombardi et al., 2000).



**Figure 1.30:** *Image d'une bande d'usure causée par le phénomène de « edge-loading » sur un explant en alumine (Walter et al., 2006).* 

#### 3.2.2. Introduction dans les tests expérimentaux

Nevelos et al. (Nevelos et al., 2000) ont été les premiers auteurs à rapporter des tests expérimentaux simulant des conditions de décoaptation grâce à la modification d'un simulateur de marche. L'idée est d'appliquer une force latérale (400 N), par le biais d'un ressort, sur le couple prothétique : son relâchement (200 à 50 N) lors de la phase de balancement provoque une séparation entre la tête et la cupule ; lors de la phase d'appui, les deux composants s'entrechoquent (Figure 1.31). L'amplitude de cette séparation dépend de la force appliquée et des conditions cinématiques. En moyenne, le centre de la cupule est translaté latéralement de 0,5 mm par rapport à celui de la tête. Cette décoaptation se superpose à un cycle de marche classique, Figure 1.32. Le développement de ce type de test a permis de former in vitro des bandes d'usure. Dans ces bandes, l'alumine a montré une élévation de la rugosité qui atteint plusieurs centaines de nm ainsi que la présence majoritaire de fractures inter-granulaires (Al-Hajjar et al., 2013a; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2001); des caractéristiques similaires à celles observées sur les explants (Affatato et al., 2012; Magnissalis et al., 2001; Nevelos et al., 2000; Shishido et al., 2006; Walter et al., 2006; Yamamoto et al., 2005). Stewart et al. (Stewart et al., 2003a) ont aussi mis en évidence expérimentalement une rugosité élevée (jusqu'au µm) dans les bandes d'usure de la zircone, accompagnée d'une augmentation du taux de phase monoclinique. Les bandes d'usure créées sur les composites alumine-zircone ont été caractérisées par une plus faible élévation de la rugosité (jusqu'à la centaine de nm) et du taux de phase monoclinique (non systématique), et toujours la dominance de fractures inter-granulaires (Al-Hajjar et al., 2010, 2013a, Clarke et al., 2006, 2009; Stewart et al., 2003b). Peu d'analyses d'explants sont à ce jour disponibles pour ces récents matériaux (Affatato et al., 2012; Boffelli et al., 2016; Clarke et al., 2009; Lombardi et al., 2009) ; elles confirment cependant l'ordre de grandeur des valeurs de rugosité. Quel que soit le matériau considéré, les bandes

d'usure formées expérimentalement sont généralement plus fines et moins profondes par rapport à celles qui sont observées sur les explants.



**Figure 1.31:** Le simulateur Leeds Mark II ; la décoaptation consiste en une translation latérale de 0,5 mm (Al-Hajjar et al., 2016).



**Figure 1.32:** Force, distance de séparation latérale et vitesse relative entre la tête et la cupule au cours d'un cycle de marche sur le simulateur Leeds Mark II (Sariali et al., 2010a).

L'introduction de la décoaptation dans les tests expérimentaux permet de comparer quantitativement la résistance à l'usure des différentes combinaisons de matériaux céramiques dans le couple prothétique. Puisque l'usure augmente dans ces conditions de tests, la précision des méthodes de mesure gravimétrique n'est plus un facteur limitant dans l'évaluation des volumes d'usure. Plusieurs séries de tests ont été réalisées sur deux simulateurs, modifiés pour reproduire la décoaptation. Une description du simulateur Leeds Mark II a déjà été donnée au paragraphe précédent puisqu'il s'agit du tout premier introduit par Nevelos et al. (Nevelos et al., 2000). Pour l'ensemble des études rapportées, l'amplitude de séparation se situe entre 0.2 et 0.8 mm ; les pics de forces appliqués au cours du cycle de marche atteignent le plus souvent 3 kN. Le second simulateur, SWM-orbital (Shore Western Manufacturing), a été développé sur la base du simulateur Leeds Mark II. II comporte le même système de ressort permettant de réaliser une translation latérale de 0,5 mm auguel s'ajoute l'application d'une force négative conduisant à un déplacement supplémentaire vertical de 1 mm, Figure 1.33 (Manaka et al., 2004). Cette translation verticale permet notamment la formation d'une seconde bande d'usure correspondant au contact entre le bord inférieur de la cupule et la tête. En général, la force appliquée sur ce simulateur est imposée à 2 kN.



**Figure 1.33:** Le simulateur SWM-orbital (Shore Western Manufacturing); la décoaptation consiste en une translation latérale de 0,5 mm et verticale de 1 mm (Manaka et al., 2004).

Les volumes d'usure rapportés dans la littérature présentent une certaine variabilité (Table 1.4) mais permettent toutefois de classer les différentes combinaisons de matériaux en fonction de leur résistance à l'usure. En général, deux phases d'évolution sont observées : la première est caractérisée par un taux d'usure plus important (phase de rodage) que la seconde, *a priori* caractéristique du comportement à long terme. La combinaison zircone/alumine est la moins favorable dans des conditions de décoaptation ; des ruptures fragiles ont d'ailleurs été observées (Stewart et al., 2003a). Les diverses combinaisons mettant en jeu au moins un matériau composite alumine-zircone (ZTA ou ATZ) conduisent à des taux d'usure significativement moins élevés par rapport aux combinaisons

alumine/alumine. En particulier, la combinaison ATZ/ATZ a présenté le taux d'usure le plus faible (Al-Hajjar et al., 2013a). Une récente étude d'Al-Hajjar et al. (Al-Hajjar et al., 2016) a mis en évidence le comportement de combinaisons mixtes (la tête et la cupule ne sont pas constituées par le même matériau) incluant les récents matériaux composites ; ces combinaisons sont particulièrement intéressantes dans le cas d'une intervention de révision. A titre de comparaison, les couples MoM qui sont aussi sensibles au phénomène de décoaptation ont révélé des taux d'usure entre 4 et 9 mm<sup>3</sup>/million de cycles dans des conditions d'essais similaires (Al-Hajjar et al., 2013b; Leslie et al., 2009).

Un équipement alternatif aux simulateurs de marche présentés ci-dessus a été développé afin de ne simuler que les chocs dus à la décoaptation (sans le cycle de marche) (Uribe et al., 2012). Cette machine de chocs, à l'étude dans cette thèse, est décrite dans le prochain chapitre. Elle permet de reproduire les bandes d'usure supérieures et inférieures du couple prothétique (Hausselle, 2007). Les essais précédents ont mis en avant des taux d'usure de 0,18 et 0,12 mm<sup>3</sup>/million de cycles respectivement pour des couples alumine/alumine et ZTA/ZTA dans les conditions d'une amplitude de décoaptation de 1 mm et d'une force appliquée de 9 kN (Uribe et al., 2013).

# 3.3. Autres phénomènes

# 3.3.2. Vieillissement à basse température

La durabilité des implants en céramique contenant de la zircone est affectée par le phénomène de vieillissement à basse température responsable de la transformation de phase q-m. Les cinétiques de vieillissement sont décrites par une loi de Mehl-Avrami-Johnson, qui dépend notamment du temps, de la température et de l'énergie d'activation apparente du processus de germination-croissance, propre à chaque matériau. La connaissance de ces trois paramètres permet de prédire le taux de phase monoclinique à la surface d'un matériau pour un temps et une température donnés. Cette théorie est à la base des tests expérimentaux en autoclave développés pour prédire la stabilité à long terme des implants en application, donc à 37°C (Chevalier et al., 1999). Les normes ISO 13356 et 6474-2 (ISO standard 6474-2, 2012; ISO standard 13356, 2008) préconisent le mode opératoire de ces tests respectivement pour la zircone stabilisée à l'yttrium et les composites alumine-zircone. Une température de 134°C et une pression de vapeur d'eau égale à 2 bars permettent ainsi de procéder au vieillissement artificiel accéléré des matériaux.

Les matériaux composites alumine-zircone ont été en partie développés pour remédier au problème de vieillissement de la zircone, symbolisé par les ruptures prématurées des têtes Prozyr<sup>®</sup>. Pezzotti et al. (Pezzotti et al., 2010) ont comparé la stabilité d'une tête Prozyr<sup>®</sup> et d'un composite Biolox<sup>®</sup> *delta*, Figure 1.34 : l'évaluation du taux de phase monoclinique et de la rugosité en surface démontre le gain de stabilité acquis avec le développement des matériaux composites. Des observations similaires ont été rapportées (Deville et al., 2003; Douillard et al., 2012; Reyes-Rojas et al., 2012) alors que l'analyse des cinétiques de vieillissement a mis en avant la faible occurrence du processus de croissance pour les matériaux composites ZTA (Deville et al., 2005b; Fabbri et al., 2014). Ceci confirme le rôle de l'alumine dans l'enrayement de la propagation de la transformation. La composition d'un matériau composite et sa microstructure ont un rôle déterminant sur sa durabilité (Gutknecht et al., 2007) ; la Table 1.5 illustre l'influence de la concentration en zircone. Le composite ATZ a montré une durabilité intermédiaire entre celle de la zircone stabilisée et celle d'un composite ZTA (Schneider et al., 2008).

**Table 1.4:** Volumes d'usure in vitro rapportés pour différentes combinaisons de matériaux céramiques en condition de décoaptation (Al-Hajjar et al., 2010, 2013a, 2016; Clarke et al., 2006, 2009; Green, 2005; Manaka et al., 2004; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2001, 2003a, 2003b).

			Volume d'usure (mm <sup>3</sup> / M cycles)			
Auteurs	Simulateur	Couple prothétique	Total	Phase initiale	Seconde phase	
Nevelos et al.,	Leeds Mark II	Al/Al (1 <sup>ère</sup> génération)	1,7			
2000	20000 110111	AI/AI**	1,2			
Stewart et al., 2001	Leeds Mark II	AI/AI	1,84	4	1,3	
Stewart et al., 2003	Leeds Mark II	Zr/Al	5,4	10,6	1,8	
Stewart et al.,	Loode Mark II	ZTA/AI	0,61	0,99	0,51	
2003	Leeus Mark II	ZTA/ZTA	0,16	0,32	0,12	
Manaka et al., 2004	SWM-orbital*	Al/Al	0,66	1,74	0,39	
Green et al.,		ZTA/ZTA (Biolox <sup>®</sup> )	1,2			
2005	SWM-orbital	Al/Al (Biolox <sup>®</sup> )	20,1			
	SWM-orbital	Al/Al (Biolox <sup>®</sup> )	1,5	4,9	1,07	
Clarke et al		AI/ZTA (Biolox <sup>®</sup> )	~0,5	0,89	0,49	
2006		ZTA/AI (Biolox <sup>®</sup> )	~0,5	0,97	0,51	
		ZTA/ZTA (Biolox <sup>®</sup> )	0,24	0,47	0,23	
	SWM-orbital	Al/Al (Biolox <sup>®</sup> )	1,5	6,3	1-2	
Clarke et al., 2009		ZTA/AI (Biolox <sup>®</sup> )	0,5			
		ZTA/ZTA (Biolox <sup>®</sup> )	0,2	0,5	0,1-0,4	
Al-Hajjar et al., 2010	Leeds Mark II	ZTA/ZTA (Biolox <sup>®</sup> )	0,11-0,13			
		AI/AI	0,74	1,54	0,55	
Al-Hajjar et al., 2013	Leeds Mark II	ATZ/ATZ	0,06	0,03	0,07	
2013		ZTA/ZTA	0,14	0,24	0,10	
Al-Hajjar et al., 2016	Leeds Mark II	ATZ/ZTA		1,16	0,18	
		ZTA/ATZ	<0,11			
		AI/ATZ	<0,11			
		ATZ/AI		0,66	0,2	
		AI/ZTA	<0,11			
		ZTA/AI	<0,11			

\*SWM : Shore Western Manufacturing ; \*\*AI : 3<sup>ème</sup> génération si non précisé.



**Figure 1.34:** Vieillissement accéléré d'un implant en zircone (Prozyr<sup>®</sup>) et d'un implant en composite ZTA (Biolox<sup>®</sup> delta) (Pezzotti et al., 2010).

**Table 1.5:** Taux de phase monoclinique mesurés sur différents matériaux composites ZTA après 40 heures en autoclave (Deville et al., 2005b; Gutknecht et al., 2007; Pezzotti et al., 2010; Reyes-Rojas et al., 2012).

Auteurs	% vol. zircone	% phase monoclinique
	10	13
Deville et al., 2005	17	15
	20	22
Gutknecht et al., 2007	25	11
Pezzotti et al., 2010	17	10
Reyes-Rojas et al., 2012	15	2

Expérimentalement, la résistance au vieillissement à basse température d'un matériau a souvent été évaluée par le degré d'extension de la transformation de phase en surface. Récemment, plusieurs auteurs se sont également intéressés aux conséquences d'un vieillissement se propageant sous la surface du matériau. La spectroscopie confocale Raman (Pezzotti et al., 2010) ou la diffraction des rayons X en incidence rasante (Chevalier et al., 2007; Gremillard et al., 2010) ont permis de montrer que la transformation de phase ne se propage que sur quelques µm sous la surface. Plusieurs auteurs ont observé une baisse des propriétés mécaniques locales (tests de nano indentation) dans les zones transformées de la zircone stabilisée (Cattani-Lorente et al., 2011; Chowdhury et al., 2007; Gaillard et al., 2008; Guicciardi et al., 2007; Muñoz-Tabares et al., 2011). L'imagerie par sonde ionique focalisée (Gaillard et al., 2008; Jiménez-Piqué et al., 2012) ou par microscopie électronique à transmission (Muñoz-Tabares et al., 2011) a permis de corréler cette chute des propriétés mécaniques à la présence de microfissures sous la surface. A ce jour, aucune analyse similaire n'a été rapportée sur les matériaux composites alumine-zircone.

Il est difficile d'évaluer in vivo exclusivement le phénomène de vieillissement d'un matériau puisque celui-ci est soumis à plusieurs types de sollicitations, liés à son environnement mécanique et physiologique ; en général les tests expérimentaux se concentrent eux sur un type de sollicitation donné. Quelques auteurs ont rapporté a priori des cas de vieillissement sur des explants en zircone. Haraguchi et al. (Haraguchi et al., 2001) ont montré une élévation du taux de phase monoclinique (jsugu'à 30 %) répandue en surface, associée à la présence de microfissures et de rugosités. Une autre étude a permis d'établir des corrélations entre le temps d'implantation, le taux de phase monoclinique et la baisse des propriétés mécaniques locales mesurés sur plusieurs explants (Catledge et al., 2003; Santos et al., 2004). Enfin, l'étude clinique d'Hernigou et al. (Hernigou and Bahrami, 2003) a permis de mettre en évidence le lien étroit entre usure mécanique et vieillissement du matériau : le taux d'usure croissant observé après plusieurs années in vivo a été associé à l'apparition lente de la transformation de phase en surface; l'analyse des explants a posteriori a confirmé un taux de phase monoclinique particulièrement élevé. Cette observation suggère que l'ensemble des mécanismes de dégradation observés en application doit être pris en compte lors de l'évaluation des performances in vitro. Expérimentalement, quelques études ont ainsi récemment investigué les conséquences d'une combinaison de différents modes de dégradation. Douillard et al. (Douillard et al., 2012) ont montré que les cinétiques de vieillissement étaient accélérées pour des têtes fémorales en zircone 3Y-TZP préalablement soumises à un test d'usure sur simulateur de marche (couples CoP); les cinétiques des matériaux composites ZTA n'ont, elles, pas été significativement élevées. Gremillard et al. (Gremillard et al., 2013) ont rapporté une étude expérimentale basée sur l'alternance de séquences de vieillissement accéléré en autoclave et de test d'usure sur simulateur de marche. Cette étude a confirmé que la dégradation par usure accélère la cinétique du vieillissement de la zircone 3Y-TZP et potentiellement l'usure du polyéthylène en configuration CoP. Au contraire, les matériaux composites ZTA se sont montrés libres de tout effet combiné entre ces deux modes de dégradation.

#### 3.3.3. Le « squeaking »

Le « squeaking » est le terme anglais utilisé pour désigner l'émission parasite de bruits par une prothèse : typiquement un bruit de grincement, couinement ou plus rarement claquement. D'origine vibratoire, ces bruits sont audibles par le patient et son entourage. Ils constituent davantage un désagrément plutôt qu'une vraie complication physique, même si les conséquences cliniques à long terme restent inconnues. La plupart du temps indolores, ils ont un impact psychologique et social important sur le patient, diminuant son degré de satisfaction et conduisant dans de rares cas directement à une opération de révision. Leur fréquence d'apparition, leur durée et les mouvements qui les induisent permettent d'évaluer le degré de gêne occasionnée (Walter et al., 2008). Les phénomènes de « squeaking » ont essentiellement été rapportés dans les couples CoC avec une incidence comprise entre <1 et 20 % (Mai et al., 2010). Ils constituent ainsi une complication majeure des couples céramiques modernes (mais pas forcément une cause de révision). Le « squeaking » concerne aussi les couples MoM (dur/dur), mais leur occurrence est davantage anecdotique (bruits intermittents et de courte durée) (Dumbleton, 2005; Esposito et al., 2010).

L'origine de ce phénomène reste encore assez floue, de multiples facteurs ayant été attribués à son apparition : forte pression mécanique, usure excessive du couple prothétique (condition de « edge-loading » et formation de bandes d'usure), présence d'un troisième

corps métallique en frottement (transfert en cas d'« impingement »), mauvaise inclinaison de la cupule, vibrations, etc (Chevillotte, 2012). L'absence (ou l'insuffisance) de lubrification, souvent associée à ces diverses conditions, jouerait un rôle déterminant dans l'émission de ces bruits. De façon générale, le « squeaking » dépend donc de facteurs chirurgicaux, liés au patient et au couple prothétique ; les patients jeunes, grands et en surpoids seraient davantage concernés (Walter et al., 2008). Stanat et Cappozzi (Stanat and Capozzi, 2012) ont regroupé un ensemble d'études cliniques rapportées sur des céramiques modernes (Biolox<sup>®</sup> forte et Biolox<sup>®</sup> delta) et ont ainsi établi que le seul facteur de risque toujours associé était l'indice de masse corporelle.

Des études *in vitro*, réalisées dans des conditions expérimentales variées (décoaptation, inclinaison de la cupule, 3<sup>ème</sup> corps métallique, etc.), ont réussi à reproduire ces bruits audibles, avec leurs fréquences caractéristiques (Affatato et al., 2009; Chevillotte et al., 2009; Glaser et al., 2008; Sanders et al., 2012; Sariali et al., 2010b). Elles témoignent de l'origine multifactorielle du phénomène de « squeaking » et de sa complexité. Même s'il n'affecte pas directement la performance d'un couple prothétique, le « squeaking » peut être révélateur d'un potentiel dysfonctionnement de la prothèse.
#### Résumé

- L'arthroplastie totale de la hanche est une intervention à succès de plus en plus prisée des patients jeunes et actifs. L'usure du couple prothétique induit néanmoins une de ses complications majeures, le descellement aseptique, qui peut conduire à une seconde intervention de révision. Pour l'éviter, plusieurs combinaisons de matériaux ont été développées et sont de possibles alternatives à la prothèse MoP de type Charnley, historiquement la plus implantée. L'attention se porte ici sur les couples CoC pour leur intérêt tribologique.
- Cliniquement, les matériaux céramiques alumine et zircone ont dans un premier temps révélé des problèmes de rupture fragile, associés respectivement à une faible ténacité et à un vieillissement à basse température. Le développement récent de matériaux composites alumine-zircone (ZTA) propose une nouvelle alternative qui profite de l'expérience acquise et des avantages sur ces deux matériaux : dureté, biocompatibilité, ténacité, résistance mécanique et stabilité chimique.
- La prédiction de la performance à long terme d'un couple prothétique est basée sur un ensemble de tests accélérés *in vitro*, dont l'objectif est de reproduire les conditions de l'environnement *in vivo*. Ces tests doivent être adaptés aux particularités des couples CoC, telles que les phénomènes de décoaptation et de vieillissement à basse température. La prise en compte de la combinaison de ces phénomènes est primordiale pour répondre à la question : *in vitro* = *in vivo* ?



# Chapitre 2 : Techniques et procédures expérimentales

Dans ce chapitre, on s'applique à présenter les techniques et procédures expérimentales mises en œuvre au cours de ce travail de thèse. Il est constitué de trois parties : la première décrit les équipements sur lesquels les tests expérimentaux ont été réalisés ; la seconde porte sur l'ensemble des méthodes de caractérisation employées ; la dernière partie s'applique à décrire les objectifs du projet de recherche et ainsi à justifier le développement des différentes procédures expérimentales, dont le protocole d'analyse des explants.

#### **1. Tests expérimentaux : les équipements**

#### 1.1. La machine de chocs

La machine de chocs est un équipement unique conçu (Quiri Hydromécanique) spécifiquement pour reproduire les chocs qui ont lieu entre la tête fémorale et la cupule lors du contact talon-sol en condition de décoaptation. Sur le banc d'essai de la machine, le couple prothétique est positionné de façon à autoriser deux types de mouvements, Figure 2.1 :

- Translation horizontale de la cupule (suivant x) : le porte-cupule est fixé sur un palier glissant hydraulique susceptible de translater librement le long de l'axe horizontal (une rotation du palier autour de cet axe est également possible au moyen d'un second vérin mais elle n'est pas étudiée dans cette thèse).
- Translation verticale de la tête (suivant z) : le porte-cône (support de la tête) est relié à un vérin hydraulique vertical (dit vérin force) qui contrôle la force d'impact lors du choc.

Les positions anatomiques sont respectées puisque la cupule est positionnée au-dessus de la tête et que ces deux éléments sont inclinés à 45° par rapport à l'axe horizontal. Au cours des essais précédents (Hausselle, 2007; Uribe, 2012), le maintien de la cupule dans le portecupule était assuré par une interface en ciment chirurgical à base de PMMA, tel qu'il est éventuellement utilisé en application. Un maintien mécanique est à présent réalisé : la fixation d'une rondelle d'appui permet de solidariser le porte-cupule et le métal-back, dans lequel la cupule est enchâssée. Cet assemblage permet de garantir une désolidarisation rapide et une meilleure répétabilité par rapport à la technique de cimentation ; en effet l'épaisseur (et son homogénéité) du ciment est délicate à contrôler alors qu'elle joue un rôle dans l'amortissement des chocs et dans le positionnement de chaque composant. La tête fémorale est encastrée sur un cône fileté (un cône est conçu pour chaque tête) dont la base est mécaniquement fixée sur le porte-cône.

Au cours des tests, la lubrification est assurée par une solution de sérum bovin dilué (BioWest<sup>®</sup>) et périodiquement remplacée (puis soigneusement conservée). La solution est contenue dans une gaine de silicone assurant l'étanchéité autour du couple prothétique. La souplesse de la gaine permet de travailler avec un faible volume de solution (< 300 mL) et de

respecter au mieux le confinement des débris d'usure dans la zone de contact ; *in vivo* ces débris participent potentiellement à la dégradation des surfaces en contact.



Figure 2.1: La machine de chocs et le positionnement du couple prothétique.

Les caractéristiques des cycles de chocs (amplitude de déplacement, fréquence et durée des chocs, forme du signal, nombre d'itérations, etc.) sont entièrement paramétrables grâce au codage d'un signal pilotant l'action du vérin. L'ajustement de ces caractéristiques est l'un des avantages majeurs de cette machine dans l'objectif de réaliser la plus proche adéquation entre les conditions de tests et celles in vivo. Pour reproduire la décoaptation et les chocs qui en découlent, la commande est donnée à partir d'une consigne en déplacement (Hausselle, 2007). Pour atteindre la position de décoaptation, la tête est translatée verticalement vers le bas; en réponse, la cupule est poussée horizontalement vers la direction opposée au contact (Figure 2.2a). Une relation entre l'amplitude de décoaptation (distance de séparation suivant l'axe orienté à 45°) et la valeur imposée du déplacement de la tête a été établie et prend aussi en compte le déplacement horizontal de la cupule (Hausselle, 2007). La phase de choc est ensuite initiée par la translation de la tête vers le haut (Figure 2.2b), dont la rapidité est assurée par l'asservissement hydraulique du vérin. Les deux éléments s'entrechoquent alors au niveau du bord supérieur de la cupule. Le choc est de courte durée (environ 30 ms) et la valeur imposée du déplacement de la tête contrôle la force d'impact. Le palier hydraulique (support du porte-cupule) se comporte comme un oscillateur amorti (Uribe et al., 2012) et retrouve sa position naturelle (Figure 2.2c) avant que la position de décoaptation soit de nouveau imposée à la tête.

Les conditions expérimentales propres à chaque test sont données dans les chapitres 3 et 4. La force d'impact appliquée varie entre 6 et 9 kN et l'amplitude de décoaptation a été fixée à 1,3 mm.



**Figure 2.2:** Mouvements relatifs des composants du couple prothétique lors d'un cycle de choc en condition de décoaptation (Hausselle, 2007).

#### **1.2. Le simulateur de marche**

Le simulateur de marche employé (858 Mini Bionix II test system, MTS) permet la réalisation du test d'usure standard appliqué au couple prothétique d'une PTH, tel qu'il est décrit par la norme ISO 14242-1 (ISO standard 14242-1, 2012). Celle-ci spécifie la cinématique des mouvements et le type de force à imposer afin de simuler un cycle de marche, ainsi que la configuration des échantillons et leur environnement. Les mouvements angulaires sont appliqués à la cupule alors que la tête reste immobile. Ces mouvements s'articulent autour de trois axes afin de reproduire les mouvements naturels d'abduction/adduction, flexion/extension et rotations médiale/latérale décrits au chapitre 1. Leur amplitude (degré angulaire) est ainsi spécifiée pour la marche : abduction, +7° ; adduction, -4° ; flexion, +25° ; extension, -18° ; rotation médiale (ou interne), +2° ; rotation latérale (ou externe), -10°. La force appliquée selon l'axe normal (dit axe du chargement) est caractérisée par un double maximum à 3 kN, Figure 2.3.

Le couple prothétique est testé en position anatomique et la lubrification est assurée par une solution de sérum bovin dilué contenue dans une gaine de silicone (Figure 2.4). Le montage des éléments est réalisé grâce à un maintien mécanique (pas de cimentation). L'asservissement est assuré par un groupe hydraulique.

#### 1.3. L'autoclave

Un autoclave a été mis à disposition (Micro 8, 4001745, autoclave MED8, JP Selecta S.A.) afin de réaliser les tests de vieillissement accéléré. Cet équipement permet d'atteindre les conditions de température (134°C) et de pression de vapeur d'eau (2 bars) préconisées par les normes ISO 13356 et 6474-2 (ISO standard 6474-2, 2012; ISO standard 13356, 2008). Les éléments du couple prothétique sont positionnés dans un panier métallique en suspension au-dessus de la source d'eau (Figure 2.5), de façon à ce qu'ils ne soient pas submergés durant le test et qu'ils soient ainsi exclusivement soumis à la vapeur d'eau. Avant la montée en température, un processus de purge est réalisé manuellement afin d'extraire l'air contenu à l'intérieur de la chambre et ainsi d'obtenir une atmosphère saturée en vapeur d'eau.



**Figure 2.3:** Mouvements angulaires de la cupule et force appliquée sur le couple prothétique lors d'un cycle de marche en condition standard (ISO standard 14242-1, 2012).



Figure 2.4: Le simulateur de marche utilisé en condition standard.



Figure 2.5: L'autoclave et le positionnement du couple prothétique.

#### 2. Méthodes de caractérisation des matériaux

#### 2.1. Méthodes non destructives

#### 2.1.1. Profilométrie optique 3D

La profilométrie optique est une méthode d'analyse 3D sans contact, utilisée pour déterminer le relief topographique des surfaces. Elle est basée sur le principe de la microscopie interférométrique en lumière blanche. Un faisceau incident lumineux est séparé en deux parties par un objectif interférométrique : la première est guidée sur un miroir de référence ; la seconde est dirigée sur la surface de l'échantillon à analyser. La recombinaison des deux faisceaux réfléchis par ces deux types de surfaces induit la formation de franges d'interférences à partir desquelles une image est construite. Plus le contraste est grand entre ces franges, plus l'échantillon est idéalement positionné au point focal et plus la qualité de l'image est bonne.

Le profilomètre employé (Figure 2.6) (Bruker nanoscope<sup>TM</sup>, ex Veeco, Wyko NT9100) est accompagné d'un logiciel de pilotage et de traitement des images (Vision, version 4.20 2002-2008 Veeco Instruments, Inc). Deux modes de mesure sont possibles : VSI (« Vertical Scanning Interferometry ») et PSI (« Phase Shifting Interferometry »). Le premier mode est plus adapté pour des surfaces lisses, réfléchissantes et à faibles hauteurs de marche ; le second pour des surfaces rugueuses et à fortes hauteurs de marche. Le mode VSI est choisi pour l'analyse des surfaces des têtes fémorales en céramique.

En mode VSI, la faible cohérence spatiale de la lumière blanche est préservée et les franges d'interférences ne sont présentes que sur une faible distance verticale. Lors d'une analyse, l'objectif interférométrique balaye verticalement la position focale et la caméra capture les

signaux d'interférences résultants. La hauteur d'un point de la surface (topographie) est déterminée à partir de la position de son signal maximal d'interférence (cohérence maximale). Un balayage dans le plan horizontal permet d'extraire cette hauteur en chaque point de la surface et ainsi de construire l'image 3D. La résolution latérale d'une image dépend de sa taille puisqu'un pixel définit un point de la surface. La résolution verticale atteint environ 3 nm.



Figure 2.6: Principe de fonctionnement du profilométre optique (Veeco, 2010).

La profilométrie optique est employée pour évaluer la rugosité de surface des têtes fémorales. Les images sont obtenues par l'intermédiaire d'un objectif x10 (ouverture de champ : x1) et leur taille est de 0,46 x 0,62 µm. Le traitement des images consiste en l'application d'un filtre de correction d'inclinaison entre la surface de l'échantillon et le système optique. Un second filtre cylindrique est utilisé pour soustraire le profil sphérique des têtes. Le choix d'un filtre cylindrique plutôt que celui d'un filtre sphérique est lié à l'état de surface parfois directionnel crée au sein des bandes d'usure, Figure 2.7. Les différentes mesures réalisées et leur localisation sont décrites dans le chapitre 3.



**Figure 2.7:** Filtres sphérique et cylindrique appliqués sur une image topographique obtenue dans une bande d'usure.

Pour un échantillon sphérique, les franges d'interférences sont concentriques et le contraste est maximal au point le plus haut de l'échantillon : les zones d'analyse doivent être positionnées au niveau de ce point particulier. Un support a été conçu pour le maintien et le contrôle de l'ajustement de l'orientation des têtes fémorales (Figure 2.8). Deux axes de rotation permettent de définir la position de la zone analysée grâce à la mesure de deux angles (inclinaison et rotation). On estime que l'incertitude liée à l'ajustement manuelle de ces angles est de 1 degré. Le support est positionné sur une plateforme mobile dans le plan horizontal. L'ensemble du dispositif repose sur une table à coussin d'air permettant d'amortir les vibrations extérieures.

La profilométrie optique est également employée pour la quantification du volume d'usure lié à la formation des bandes d'usure sur la surface des têtes fémorales. La méthode développée est décrite dans le chapitre 3.



**Figure 2.8:** *Profilomètre optique, support de tête, franges d'intensité maximale au plus haut point de l'échantillon.* 

#### 2.1.2. Spectroscopie micro-Raman

La spectroscopie Raman est une méthode d'identification et de caractérisation des structures chimiques et moléculaires basée sur l'interaction photons-matière. Un faisceau de lumière monochromatique émis par un laser est focalisé sur la surface de l'échantillon à analyser. Une partie des photons incidents est diffusée après interaction avec l'échantillon : la plupart des photons diffusés ont la même fréquence que les photons incidents et participent à la diffusion élastique de Rayleigh ; la diffusion inélastique de Raman correspond à une minorité de photons diffusés avec une fréquence différente (décalage Raman) de celle de la radiation incidente (Figure 2.9). La diffusion Raman représente environ 1 photon pour 10<sup>8</sup> photons incidents. L'interaction inélastique est due à un transfert d'énergie entre les photons incidents et les molécules de l'échantillon par excitation (polarisation) des modes vibratoires de ces dernières. Lorsque la matière absorbe de l'énergie aux photons incidents, les photons diffusés sont caractérisés par une diminution de fréquence : on parle de radiations Stokes ; par opposition aux radiations anti-Stokes, lorsque la matière connaît une perte d'énergie. Les radiations Stokes, plus intenses, sont celles qui sont analysées par spectroscopie Raman. L'analyse consiste en l'acquisition d'un spectre représentant l'intensité (nombre de photons détectés) en fonction du décalage de fréquence (« Raman shift ») par rapport à la radiation incidente ; en pratique, la fréquence est convertie en nombre d'onde (cm<sup>-1</sup>). La position des raies est caractéristique pour chaque espèce chimique et forme cristalline puisqu'elle dépend des énergies de vibration. Leur intensité est proportionnelle à la concentration des espèces

en présence. Des données sur l'état de contrainte mécanique, la température ou la structure de l'échantillon peuvent également être recueillies.



Figure 2.9: Spectre d'intensité des raies en fonction du décalage Raman.

Un micro-spectroscope Raman (HR 800, Horiba Jobin Yvon) est utilisé pour l'analyse des têtes fémorales en céramique. Il est composé d'un laser de longueur d'onde 514,5 nm focalisé sur la surface de l'échantillon grâce à un microscope optique : la finesse de cette focalisation permet de sonder un faible volume de matériau, de l'ordre de quelques µm<sup>3</sup>. Après interaction avec la matière, le faisceau de photons diffusés est dirigé sur un réseau de diffraction qui le divise en fonction des différentes longueurs d'onde le composant. Un détecteur CCD (*« charge-coupled device »,* dispositif à transfert de charge en français) permet ensuite de convertir ce rayonnement en un signal analogique (Figure 2.10). La résolution spectrale est en partie déterminée par la taille du réseau de diffraction (ici 1800 traits/mm).

La spectroscopie Raman est employée pour évaluer l'occurrence de la transformation de phase de la zircone sur la surface des implants. La méthode utilisée pour déterminer le taux de phase monoclinique à partir de l'analyse d'un spectre est décrite au chapitre 3. Les acquisitions ont lieu sous atmosphère ambiante et ne requièrent pas de préparation particulière de la surface des matériaux. La position des zones analysées est ajustée grâce au support de tête conçu à cet effet (Figure 2.8), de façon similaire à ce qui est réalisé en profilométrie optique. La spectroscopie Raman est une méthode d'analyse rapide. Un temps d'acquisition de 12 secondes a été défini afin d'éviter la saturation du détecteur tout en conservant un signal d'intensité (nombre de coup) suffisant. L'acquisition est répétée 3 fois successivement afin d'obtenir un spectre moyen et de diminuer le bruit. Ce spectre est ensuite exporté sur Matlab<sup>®</sup> pour une correction de la ligne de base (Figure 2.11) à partir d'une méthode développée par Mazet et al. (Mazet et al., 2005).



Figure 2.10: Principe de fonctionnement du micro-spectroscope Raman (ICMPE, CNRS).



Figure 2.11: Spectres Raman brut (acquisition) et corrigé.

#### 2.1.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est une technique d'analyse des surfaces basée sur l'interaction électrons-matière. Elle permet de reproduire des images d'un échantillon en haute résolution. Un canon à électrons génère un faisceau incident d'électrons fortement accélérés (Figure 2.12). Une colonne électronique, en partie composée de lentilles électromagnétiques, permet de diriger et focaliser finement ce faisceau sur la surface de l'échantillon à analyser. En réponse de l'interaction rayonnement-matière, différents types de particules et rayonnements sont émis par l'échantillon: électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger et rayons X. Chacune de ces émissions est captée par un détecteur qui lui est spécifique, positionné autour de la surface analysée. Le balayage du faisceau incident dans le plan perpendiculaire à sa direction permet de réaliser une cartographie de la surface analysée.

La détection des électrons secondaires est la plus couramment réalisée et permet de construire une image dont le contraste est lié à la topographie de surface. Ces électrons proviennent des couches superficielles du matériau : lors de la collision avec les atomes de l'échantillon, un électron primaire (provenant du faisceau incident) peut céder son énergie à un électron de la bande de conduction du matériau ; ce dernier est alors éjecté (électron secondaire) de la surface. De faibles énergies, les électrons secondaires sont émis à une profondeur inférieure à 10 nm. La quantité d'électrons collectés par le détecteur d'électrons secondaires détermine la topographie de l'échantillon au point considéré.

Un contraste de phase lié à la composition chimique de l'échantillon peut être obtenu grâce à la détection des électrons rétrodiffusés. Ces électrons résultent de la diffusion quasi élastique des électrons primaires avec les noyaux des atomes en surface de l'échantillon ; ils sont réémis dans une direction proche de celle du faisceau incident mais avec une faible perte d'énergie. Les électrons rétrodiffusés sont émis à une profondeur de l'ordre de 100 nm et le taux de rétrodiffusion croît avec le numéro atomique des atomes constituant l'échantillon.



**Figure 2.12:** Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage (Bradbury et al., 2008).

Un microscope électronique à balayage est équipé d'un système de pompe à vide. Certains microscopes permettent de travailler à pression variable (VP) pour l'analyse (sans préparation) d'échantillons non conducteurs. Ces échantillons peuvent aussi être recouverts d'une fine couche de matériau conducteur (métallisation), tel que l'or ou le platine, afin d'enrayer l'accumulation des charges en surface. Dans le microscope, un porte-objet permet de contrôler le déplacement de l'échantillon dans les trois directions de l'espace.

Deux MEB sont utilisés pour l'observation des têtes fémorales en céramique : ZEISS SUPRA 55 VP (possibilité d'analyse en VP) et JEOL 7000F (métallisation au platine). Le relief topographique (formation des zones d'usure) et le contraste de phase (identification des grains d'alumine et de zircone) sont imagés.

#### 2.2. Méthodes destructives

#### 2.2.1. Nano indentation

La nano indentation est une technique de caractérisation mécanique des matériaux dont le principe est basé sur celui d'un test traditionnel d'indentation. Il consiste à enfoncer une pointe (un indenteur) sur la surface d'un échantillon afin d'en déduire ses propriétés mécaniques locales. La pointe, supposée indéformable, est en général en diamant ou en saphir (matériaux durs) et ses caractéristiques mécaniques et géométriques sont connues. La nano indentation est une technique d'indentation instrumentée : la force appliquée au contact et la profondeur d'enfoncement qu'elle engendre sont mesurées continûment. Ces deux paramètres sont mesurés lors d'un cycle de charge, qui représente les réponses élastique et plastique du matériau, et lors d'un cycle de décharge. Ce dernier représente la restitution élastique du matériau et est caractérisé par le retrait de la pointe qui laisse sur la surface du matériau une empreinte résiduelle (Figure 2.13). Les courbes charge-décharge sont à l'origine du calcul des propriétés mécaniques. Le modèle analytique défini par Oliver et Pharr (Oliver and Pharr, 2004) est le plus couramment utilisé pour la détermination du module d'élasticité de Young (E) et de la dureté (H) du matériau testé ; il est décrit au chapitre 5.

L'un des avantages principaux de la nano indentation est la mesure des propriétés mécaniques avec une résolution nanométrique en fonction de la profondeur ; cette dernière varie de quelques nm à quelques µm. Les forces normales appliquées sont de l'ordre du micronewton à quelques centaines de millinewtons ; leur contrôle conduit à une précision au micronewton. Cette technique a une large gamme d'application : outre E et H, des propriétés telles que le fluage ou l'adhérence peuvent aussi être déterminées, pour des matériaux massifs, des revêtements ou des couches minces.

La nano indentation est ici employée pour déterminer l'évolution de E et H localement sur et sous la surface des têtes fémorales. Le nano indenteur utilisé (Nanoindenter G200, MTS, Agilent Technologies) est équipé d'un mode de mesure du module en continu (CSM pour « continuous stiffness measurement »). L'application de faibles charges est un avantage pour l'analyse des matériaux céramiques, sensibles à la propagation de fissures. Les essais se déroulent sous température contrôlée et le nano indenteur est placé sur une table à ressorts anti-vibration afin d'éviter toute perturbation environnementale.



**Figure 2.13:** Courbe charge-déplacement lors d'un test de nano indentation instrumentée et empreinte de la pointe sur la surface du matériau (Oliver and Pharr, 2004).

#### 2.2.2. Microscopie à force atomique (AFM)

La microscopie à force atomique est une technique de caractérisation des surfaces basée sur l'analyse des forces d'interaction (attraction ou répulsion) entre les atomes surfaciques d'un échantillon et ceux d'une sonde locale (pointe fine). Puisque l'interaction s'exerçant entre ces deux corps dépend de leur distance de séparation, le balayage de l'échantillon permet de reconstituer des images 3D de la topographie de surface. La pointe est montée à l'extrémité libre d'un micro-levier flexible. Lors du balayage de la surface, la déviation de ce levier, par rapport à sa position initiale, traduit une variation des forces d'interaction entre la pointe et la surface de l'échantillon. La réflexion d'un faisceau laser dirigé sur ce levier est captée par une photodiode à quatre quadrants (Figure 2.14). Lorsque le levier est dévié, le faisceau réfléchi est dévié du centre de la photodiode et l'analyse des courants permet de déduire précisément la position du levier (et donc de la pointe) et les forces d'interaction qui sont exercées. En utilisant les variations de hauteur de la pointe, il est possible de déterminer la hauteur du point scanné.

Il existe plusieurs modes d'imagerie sur un AFM : les trois principaux sont les modes contact, intermittent (ou « tapping ») et sans contact. Pour l'imagerie de la surface des têtes fémorales, le premier mode est utilisé : la pointe est en contact avec la surface. La force d'interaction est maintenue constante grâce au déplacement ajusté de l'échantillon (ou de la pointe, selon la configuration de l'AFM) en réponse à la variation du relief de la surface balayée (boucle d'asservissement). Ce mode est le plus simple à utiliser mais il est susceptible de dégrader la surface étudiée (usure). La taille des zones analysées est de l'ordre de quelques nm<sup>2</sup> à quelques dizaines de µm<sup>2</sup> et la résolution verticale est inférieure au nm ; la résolution latérale dépend des paramètres d'acquisition (nombre de pixels, taille de la surface analysée, vitesse de balayage, etc.). Les forces mesurées sont de l'ordre du nanonewton. Les mouvements relatifs de la pointe et de la platine supportant l'échantillon sont assurés par des transducteurs piézo-électriques. Outre l'imagerie de la topographie,

l'AFM offre la possibilité de cartographier certaines des propriétés mécaniques, électriques, magnétiques ou d'adhésion de la surface d'un échantillon.

L'AFM est utilisé pour imager la surface des têtes fémorales et en évaluer la rugosité à l'échelle nanométrique. Le type d'images réalisées et leur traitement est décrit dans le chapitre 5.



Figure 2.14: Principe de fonctionnement du microscope à force atomique (Arinero, 2005).

#### 2.2.3. Sonde ionique focalisée (FIB)

La sonde ionique focalisée (ou FIB pour « Focused Ion Beam ») est un instrument de microscopie dont le fonctionnement est semblable à celui d'un MEB à l'exception qu'il repose sur un faisceau incident ionique et non électronique : des ions sont accélérés sur la surface d'un échantillon avec laquelle ils interagissent. Le FIB est souvent utilisé comme un outil de micro-fabrication pour modifier, graver ou usiner la matière à l'échelle micro ou nanométrique. Une application courante est la préparation de couches minces pour l'analyse par microscopie électronique à transmission (MET). Le FIB peut être doté d'un détecteur d'électrons secondaires qui rend possible la visualisation de l'échantillon *in situ*; ou bien il est directement combiné avec un MEB dans une configuration à double faisceau (« Dual Beam »).

Un FIB à double faisceau (FEI Nova 200 NanoLab) est employé ici pour l'usinage et l'observation de coupes transversales sous la surface des têtes fémorales. Des ions galliums sont projetés en incidence normale par rapport à la surface de l'échantillon et pulvérisent les atomes en surface par abrasion ionique. Des coupes de l'ordre de la dizaine de microns de largeur et de profondeur sont réalisées et observées par microscopie électronique (Figure 2.15). Pour des raisons techniques, il n'est cependant pas possible de procéder à la métallisation des coupes réalisées. Des problèmes d'accumulation de charges sont donc susceptibles d'altérer la qualité de l'image d'échantillons non conducteurs tels que les céramiques étudiées.



Figure 2.15: Principe d'usinage et d'observation de coupes transversales par FIB.

#### 3. Les procédures expérimentales

#### 3.1. Objectifs du projet de recherche

Outre la présentation du contexte général de ce travail de thèse, l'état de l'art donné au chapitre 1 a permis de mettre en avant plusieurs constatations. Les matériaux composites ZTA ont été introduits récemment dans le couple prothétique et leur comportement à long terme *in vivo* a peu été rapporté ; cela s'explique en partie par le faible nombre d'explants rendus disponibles. Afin de prédire ce comportement, il est nécessaire de simuler expérimentalement, et de façon accélérée, l'environnement auquel ces matériaux sont soumis *in vivo*. De façon générale, les couples CoC subissent trois modes de dégradation principaux en application : le choc, le frottement et le vieillissement à basse température. Des tests *in vitro* ont été développés afin de simuler ces conditions de dégradation, toutefois leur combinaison n'a été que partiellement investiguée. Cette combinaison apparaît pourtant primordiale pour reproduire, comprendre et prédire expérimentalement au mieux le comportement des matériaux *in vivo*.

Ces diverses constatations ont permis de définir les contours du projet de recherche, qui s'appuie sur les différentes techniques expérimentales mises à disposition et présentées préalablement dans ce chapitre. Ainsi, l'objectif principal de ce travail de thèse a été de :

Affiner les procédures de tests pour résoudre l'équation in vitro = in vivo et prédire le comportement à long terme d'un matériau composite ZTA (Biolox<sup>®</sup> delta) présent sur le marché.

Pour répondre à cet objectif, plusieurs combinaisons de tests sont mises en œuvre à partir de trois équipements expérimentaux (la machine de chocs, le simulateur de marche et l'autoclave) capables de reproduire indépendamment chacun des trois modes de dégradation préalablement définis. On souhaite examiner les effets de couplage entre ces trois modes de dégradation et déterminer le degré d'endommagement, sur le plan de l'usure

et du vieillissement, engendré par chacun. Les conséquences de cet endommagement à long terme sont ensuite investiguées à partir d'une caractérisation approfondie des matériaux. En parallèle, une série d'explants est analysée afin d'établir de potentielles corrélations entre les dégradations créées *in vitro* et celles générées *in vivo*. Ce lien *in vitro* – *in vivo* semble nécessaire dans l'objectif d'affiner les procédures de tests expérimentaux.

#### 3.2. Développement des procédures expérimentales

#### 3.2.1. Combinaisons de tests

Les combinaisons de tests sont basées sur l'alternance de séquences du test d'usure (simulateur de marche), de chocs (machine de chocs) et de vieillissement artificiel (autoclave). Les conditions expérimentales propres à chaque combinaison sont données dans les chapitres 3 et 4. Une vue globale des différents types de combinaisons mis en œuvre est donnée Figure 2.16 ; des tests individuels sont également réalisés puisqu'ils sont nécessaires lors de l'investigation des effets de couplage. Ces différents tests expérimentaux, bien que dits « accélérés » (par rapport aux conditions réelles d'application), requièrent un temps global de réalisation conséquent (partie II.3.2.2) ; ceci restreint les possibilités de répétition et la réalisation de toutes les combinaisons possibles (soit 7 combinaisons en incluant les tests individuels). Toutefois, l'analyse de l'état de l'art offre la possibilité d'un examen complet du comportement du composite ZTA autour des trois modes de dégradation étudiés.



**Figure 2.16:** Vue globale des combinaisons de tests mises en œuvre et apport de l'état de l'art (Al-Hajjar et al., 2010, 2013, 2016; Clarke et al., 2006, 2009; Douillard et al., 2012; Green, 2005; Gremillard et al., 2013; Stewart et al., 2003).

Le caractère séquentiel des procédures expérimentales définies permet la caractérisation non destructive des matériaux entre chaque séquence de test. L'attention est plus particulièrement portée sur l'analyse des têtes fémorales : leur convexité facilite cette analyse, par rapport à la concavité des cupules. La rugosité, le volume d'usure et le taux de phase monoclinique sont ainsi évalués périodiquement au cours des tests expérimentaux (chapitres 3 et 4). Les méthodes de caractérisation destructives sont appliquées à la fin de ceux-ci (chapitre 5).

#### 3.2.2. Equivalences *in vitro* et *in vivo*

La réalisation de tests expérimentaux « accélérés » implique la notion de temps : à quelle « vitesse » se déroulent-ils, par rapport aux conditions réelles d'application ? Puisque l'un des objectifs de ce travail de thèse est la comparaison quantitative du degré de dégradation engendré par chacun des tests individuellement réalisés, il est nécessaire de définir une échelle de temps commune à l'ensemble des tests ; cette échelle est aussi nécessaire pour ensuite les combiner équitablement. Celle-ci est définie à partir des équivalences entre ce qui est reproduit *in vitro* (typiquement le nombre de cycles ou de chocs) et ce que ceci représente temporellement *in vivo*.

Le test d'usure standard sur simulateur de marche reproduit les conditions de la marche simple. On estime qu'un million de cycles *in vitro* correspond à une année *in vivo* (Table 2.1) : on a vu au chapitre 1 qu'un sujet implanté réalise environ un million de pas par an. Expérimentalement, la fréquence des cycles est de 1 Hz : une année *in vivo* est simulée théoriquement en un peu moins de 12 jours (complets, c'est-à-dire pour un fonctionnement sans interruption).

Les cinétiques du vieillissement à basse température dépendent de la température et de l'énergie d'activation de la transformation de phase du matériau. En générale, on estime qu'une heure en autoclave à 134°C est équivalente à 2 à 4 ans *in vivo* pour des matériaux à base de zircone (Chevalier et al., 1999) ; cette équivalence est cependant susceptible de varier d'un matériau à un autre (Chevalier et al., 2009). Dans ce travail de thèse, on a souhaité étudier de façon critique le phénomène de vieillissement à basse température et ainsi le surestimer par rapport aux autres modes de dégradation : on estime *a priori* qu'une heure *in vitro* est équivalente à une année *in vivo*.

La décoaptation est susceptible de se produire au cours de différents types d'activités et est à l'origine des chocs entre la tête et la cupule. L'amplitude des chocs dépend de l'activité à laquelle ils sont associés : en appliquant une forte charge lors des essais sur la machine de chocs (plusieurs kN), on estime que l'on reproduit les conditions rencontrées lors d'une montée ou descente d'escalier, en condition de décoaptation. Ainsi, on considère qu'un sujet implanté actif prend 100 000 marches d'escalier par an, soit environ 15 marches (montée ou descente) 18 fois par jour ; 100 000 chocs *in vitro* sont équivalents à une année *in vivo*. Sur la machine de chocs, la fréquence des tests est fixée à 1,2 Hz : une année *in vivo* est simulée théoriquement en un peu moins de 1 jour.

Equipement	in vitro	in vivo	Conditions in vitro	Conditions in vivo
Simulateur de marche	1 M de cycles	1 an	ISO 14242-1	Marche normale
Autoclave	1 heure	1 an	ISO 13356 et 6474	Environnement physiologique
Machine de chocs	100 000 chocs	1 an	Décoaptation et forte charge	Prendre un escalier avec décoaptation

Table 2.1: Equivalences in vitro et in vivo pour cl	haque type de test.
-----------------------------------------------------	---------------------

La durée théorique indiquée ici pour chaque test expérimental ne prend pas en compte le temps nécessaire pour les phases de montage, démontage, nettoyage, caractérisation des matériaux, etc. En moyenne, un test sur la machine de chocs (typiquement 1,5 M de chocs) dure environ deux mois ; la combinaison incluant les trois types de tests a requis plus de 8 mois de travail expérimental.

#### 3.2.3. Problématiques techniques et solutions

Ce travail de thèse est le premier à développer une combinaison de tests incluant la machine de chocs et le simulateur de marche. Le montage des éléments du couple prothétique est, à l'origine, unique à chaque équipement. Il est adapté pour répondre aux contraintes et à la cinématique de chaque type de test. Ainsi, un travail de conception et de fabrication de supports pour les composants du couple prothétique a du être réalisé afin de passer d'un équipement à un autre sans en limiter les capacités. Un nouveau porte-cupule a été créé pour les séquences de test sur le simulateur de marche (Figure 2.17) ; le design de l'échantillon ne permettant pas d'utiliser le support d'origine. La tête est solidaire de son cône durant la durée totale de la combinaison ; un nouveau porte-cône a été conçu pour chaque équipement. Puisque que la combinaison de tests implique de nombreuses phases de montage et démontage, les supports réalisés doivent assurer une manipulation rapide, robuste et reproductible.



**Figure 2.17:** Montage des éléments du couple prothétique lors de la combinaison des tests d'usure et de chocs.

#### 3.3. Analyse d'explants

L'analyse d'explants permet de réaliser une confrontation directe entre ce qui est reproduit expérimentalement et ce qui se passe dans la réalité en application. Il est encore aujourd'hui difficile de se procurer des explants en matériaux composites ZTA, ces derniers étant implantés depuis seulement une dizaine d'années. Dans ce travail de thèse, 10 explants en ZTA sont examinés ; 5 explants en alumine et 1 explant en zircone (stabilisée à l'yttrium) sont aussi analysés par comparaison (Table 2.2). La principale limite de cette étude concerne le manque de données cliniques (durée d'implantation, cause de révision, caractéristiques du patient, etc.) disponibles sur ces échantillons. On se focalise ainsi sur leur caractérisation d'un point de vue quasi strictement matériau, sans être forcément en mesure d'interpréter ce qui est observé.

La caractérisation d'explants implique la possibilité d'appliquer des méthodes de caractérisation exclusivement non destructives. Les détails de cette caractérisation sont donnés dans les chapitres 3 et 4 pour les explants en ZTA et en zircone qui présentent en surface des zones ou bandes d'usure. Ces explants ont été spécifiquement sélectionnés car ils ont été, *a priori*, susceptibles à la fois à de l'usure (potentiellement frottement et chocs) et à la fois au phénomène de vieillissement à basse température ; ces modes de dégradation sont ceux qui sont à l'étude dans cette thèse. Une synthèse globale incluant aussi les

explants en alumine et ceux ne présentant pas ces zones d'usure caractéristiques est donnée en annexe.

Référence	Tête	Diamètre tête (mm)	Cupule	Bande(s) / zone(s) d'usure
#1	ZTA	36	ZTA	Oui
#2	ZTA	32	ZTA	Oui
#3	ZTA	36	ZTA	Oui
#4	ZTA	36	ZTA	Oui
#5	Y-TZP	32	Zr/UHMWPE	Oui
#6	AI	36	AI	Oui
#7	AI	36	AI	Oui
#8	AI	28	AI	Oui
#9	AI	36	AI	Oui
#10	ZTA	32	ZTA	Non
#11	ZTA	36	Inc.	Non
#12	ZTA	36	Inc.	Non
#13	ZTA	32	Inc.	Non
#14	ZTA	36	Inc.	Non
#15	AI	36	ZTA	Non
#16*	ZTA	28	Inc.	Inc.

 Table 2.2: Liste des explants analysés et leurs principales caractéristiques.

\*tête fracturée

#### Résumé

- Trois équipements expérimentaux sont mis à disposition pour l'analyse de la dégradation de couples CoC. La machine de chocs, équipement unique, est capable de reproduire les chocs ayant lieu entre la tête et la cupule en condition de décoaptation ; les cycles de chocs sont entièrement paramétrables. Le simulateur de marche permet de réaliser le test d'usure standard ISO 14242-1 dans lequel les mouvements de la cupule et la force appliquée sur le couple sont spécifiés ; ce test reproduit les frottements ayant lieu entre la tête et la cupule lors de la marche. L'autoclave permet de recréer les conditions environnementales favorables au phénomène de vieillissement à basse température.
- Les méthodes de caractérisation sont appliquées aux têtes fémorales des couples testés et des explants analysés. Elles permettent d'imager leur surface grâce à des analyses par profilométrie optique, AFM et MEB ; le FIB offre la possibilité d'imager le matériau sous la surface. La spectroscopie micro-Raman est employée pour évaluer le taux de phase monoclinique en surface des échantillons. La technique de nano indentation permet de déterminer les propriétés mécaniques locales des matériaux.
- Les procédures expérimentales développées consistent en la combinaison de tests d'usure (simulateur de marche), de chocs (machine de chocs) et de vieillissement artificiel (autoclave). L'objectif de ce projet de recherche est d'affiner des procédures expérimentales afin de se rapprocher au plus près des conditions réelles d'application, *in vivo*. Pour y parvenir, on cherche à établir le lien *in vitro – in vivo* à partir de l'analyse d'explants. Le but final de ce travail est de prédire le comportement à long terme du matériau composite ZTA Biolox<sup>®</sup> delta.





### Chapitre 3: Effets des chocs et du vieillissement à basse température sur la dégradation d'un couple prothétique en ZTA

Ce chapitre 3 décrit une étude expérimentale basée sur des tests sur la machine de chocs et des tests de vieillissement accéléré en autoclave. Elle a été appliquée au composite ZTA et la caractérisation de la dégradation engendrée a permis d'établir, grâce à l'analyse parallèle d'explants, de premières corrélations in vitro – in vivo qui guideront la suite du travail de thèse.

Cette étude a été publiée dans le journal Tribology International : Perrichon, A., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2016). Effects of in vitro shocks and hydrothermal degradation on wear of ceramic hip joints: Towards better experimental simulation of in vivo ageing. Tribol. Int. 100, 410–419. DOI: 10.1016/j.triboint.2016.05.010.

#### 1. Résumé

Ce chapitre décrit un travail expérimental dont l'objectif est d'évaluer l'influence des chocs et du vieillissement à basse température sur la dégradation du couple prothétique en composite ZTA. Accompagné d'une analyse d'explants, ce travail permet également d'identifier de premières corrélations entre les dégradations engendrées *in vivo* et celles reproduites *in vitro*.

Différentes combinaisons de tests expérimentaux ont été réalisées sur la machine de chocs et en autoclave. Des conditions mécaniques sévères ont été choisies pour les chocs avec l'application d'une force maximale de 9 kN en condition de décoaptation (1,3 mm). Un total de 1,5 M de chocs a été réalisé sur deux couples prothétiques, ce qui représente un équivalent de 15 années *in vivo*. Le vieillissement artificiel a atteint jusqu'à 110 heures en autoclave (2 couples prothétiques) afin d'évaluer le comportement à long terme du matériau. Le couplage de ces deux types de test a aussi été réalisé sur un couple prothétique en alternant des étapes de chocs et de vieillissement en autoclave (1,5 M de chocs et 15 heures en autoclave atteints à la fin du test). Des méthodes de caractérisation non destructives telles que la profilométrie 3D et la spectroscopie micro-Raman ont été appliquées en surface afin de suivre l'évolution de la rugosité, de la transformation de phase de la zircone et du volume d'usure en cours de test.

Les tests sur la machine de chocs ont engendré la formation de bandes d'usure de plusieurs mm de largeur sur la surface des têtes fémorales. Ces bandes ont été aisément définies grâce à leur état de surface distinct caractérisé par une nette augmentation de la rugosité par rapport à la surface du reste de la tête, non usée. Les analyses par spectroscopie micro-Raman ont révélé une augmentation du taux de phase monoclinique de la zircone de 10 à 40 % strictement limitée à l'intérieur des zones d'usure. Cette augmentation a atteint un plateau dès les premiers chocs appliqués ce qui permet de quantifier ce taux de phase indépendamment du nombre de chocs réalisés, ou du nombre d'années estimé. Le volume

d'usure par opposition a présenté deux phases d'évolution distinctes : une première phase d'évolution rapide où il atteint en moyenne 0,97 mm<sup>3</sup>/an et une seconde phase plus stable où il n'atteint plus que 0,22 mm<sup>3</sup>/an. Le volume d'usure moyen sur la durée totale des tests est de 0,46 mm<sup>3</sup>/an, ce qui est comparable aux valeurs rapportées dans la littérature, notamment au cours d'études incluant des simulateurs de marche en condition de décoaptation (Al-Hajjar et al., 2013; Clarke et al., 2009; Stewart et al., 2003). La continuité du volume d'usure observée au sein de chaque test permet de valider la méthode de calcul développée.

Le vieillissement du matériau en autoclave a induit une augmentation du taux de phase monoclinique de la zircone de moins de 5 % au bout de 10 heures (soit une équivalence de 20 à 40 ans *in vivo*) et 10 % au bout de 110 heures. Le matériau composite étudié est donc très peu sensible au phénomène de dégradation à basse température. La combinaison des tests n'a mis en évidence aucun effet de couplage entre les deux modes de dégradation étudiés ici, les chocs et le vieillissement à basse température.

Un protocole d'analyse d'un nombre limité (5) d'explants a été développé afin de réaliser une comparaison quantitative et objective des dégradations *in vitro* et *in vivo*. On souhaite s'affranchir au maximum des variables inconnues liées à la spécificité de chaque explant (caractéristiques matériaux et design, patient, durée d'implantation, complications, etc.). Ainsi le taux de phase monoclinique a été mesuré distinctement sur des zones dites usées et non usées, les premières étant caractérisées par une plus haute valeur de rugosité, de façon similaire à ce qui avait été réalisé sur les composants testés *in vitro*. Sur la surface des explants, les zones d'usure ont présenté une augmentation de 20 % du taux de phase monoclinique. La valeur absolue de ce taux étant très variable d'un explant à un autre (origine différente de chaque implant), se focaliser sur la différence de taux entre les deux types de zones permet une comparaison objective avec les composants testés expérimentalement en chocs : ils présentaient une augmentation du taux de 30 % dans les bandes d'usure. L'analyse des explants sera complétée au chapitre 4.

Cette étude a ainsi permis d'aboutir à plusieurs conclusions qui quideront la suite du travail de thèse. Du point de vue du matériau composite, il faut d'abord noter qu'aucun composant n'a atteint la rupture dans des conditions sévères de chocs ; on remarque que la valeur d'effort choisie (9 kN) correspond à la valeur moyenne de l'effort de rupture de fémurs de sujets âgés ex vivo. La formation des bandes d'usure reste en revanche problématique puisqu'elle engendre une libération de débris d'usure. La transformation de phase a été induite au sein des bandes en réponse aux contraintes mécaniques appliquées au cours des chocs. Concernant les deux modes de dégradation étudiés, les chocs ont été la principale source de dégradation et n'ont pas induit d'effet de couplage avec le phénomène de vieillissement à basse température, dont le matériau est a priori peu sensible. Des zones d'usure présentant des caractéristiques similaires à celles créées in vivo ont été reproduites grâce à la condition de décoaptation. Elles renseignent aussi sur les possibles voies d'amélioration à suivre pour mieux se rapprocher du comportement in vivo : la force appliquée (9 kN) a induit une transformation de phase quantitativement plus importante in vitro (augmentation de 30 % contre 20 % in vivo) et le contact linéaire entre la tête et la cupule lors des chocs est à l'origine de bandes d'usure plus profondes et moins étendues que celles engendrées in vivo.



## 2. Article: Effects of *in vitro* shocks and hydrothermal degradation on wear of ceramic hip joints: towards better experimental simulation of *in vivo* ageing

#### 2.1. Introduction

Increasing hip implant lifetime is a challenge for limiting surgery in an ageing world population, health risks for patients and costs for health agencies. For this purpose, it is necessary to improve the resistance of hip joint components (femoral head and cup) to corrosion, wear and failure. Corrosion is a concern with metal hip implants that can be circumvented by the use of bio-inert ceramic materials that were introduced in total hip arthroplasty in the 1970's (Boutin, 1971). The higher resistance of Ceramic-on-Ceramic (CoC) bearings to wear degradation compared to more commonly employed Metal-on-Polymer (MoP) or Metal-on-Metal (MoM) ones was demonstrated by *in vitro* experiments on hip walking simulators (Essner et al., 2005) and by clinical evidence (Piconi and Streicher, 2013). First ceramic implants were prone to failure, a problem that was solved by improving material properties, manufacturing and component design (Piconi and Streicher, 2013).

Alumina and zirconia have been employed in orthopedics under various bearing configurations. Nowadays, a composite based on an alumina matrix and containing zirconia grains (mostly between 5 vol% and 30 vol%) and other additives, known as Zirconia Toughened Alumina (ZTA), is used (Kurtz et al., 2014). Wear of ceramics, even if much lower than with other bearings, remains a concern because it releases debris leading to osteolysis and aseptic loosening. The tribological properties of such materials must be improved in order to increase the typical implant lifetime from about 10-15 years to ideally up to 40 years. Finally, hydrothermal alteration of zirconia based ceramics in contact with body fluid (Chevalier et al., 1999), although less severe than chemical degradation of metals, must be taken into account over such long periods.

Because clinical tests take decades, it is desirable to build experimental and theoretical models of ceramic wear in hip implants. Currently, hip walking simulators are the most commonly used devices to investigate the wear resistance of hip implants. Friction occurring during walking is reproduced according to the 14242-1 ISO standard (ISO standard 14242-1, 2012) which gives details of the usual hip movements such as abduction/adduction, external/internal rotations and flexion/extension. Besides wear caused by friction, hard-on-hard bearings such as CoC or MoM are sensitive to shock degradation. Dennis et al. (Dennis et al., 2001) demonstrated through *in vivo* video fluoroscopy of implanted hip joints the periodic occurrence of a small separation between the femoral head and cup. This phenomenon, called micro-separation, generates shocks that are not reproduced by standard gait cycles on hip walking simulator. Modified hip walking simulators including micro-separation conditions have been developed to take into consideration this phenomenon (Nevelos et al., 2000).

Better modeling of hip implant wear requires investigating the effects of shock in order to reproduce the behavior in patients of various body mass index and activity. Current experimental setups do not allow varying independently friction and shock intensity. A shock machine was thus developed to subject prosthetic components to controlled and imposed load force and micro-separation value (Uribe et al., 2012). Wear stripe patterns similar to the

ones clinically observed were reproduced on ceramic components and wear rates were compared to the literature (Uribe et al., 2013). Highest stresses on both femoral head and cup were located and quantified through a finite element modeling simulation (Uribe et al., 2011) and allowed a better understanding of the mechanism of wear stripe patterns formation.

We used this procedure to systematically investigate the long-term effects of shocks due to micro-separation. Both shock and hydrothermal alteration may contribute to wear and to a phase transition from tetragonal to monoclinic in zirconia (Chevalier et al., 2007). We studied the combined effects of shock and hydrothermal ageing by alternatively submitting implants to shock and alteration cycles. We produced *in vitro* simulated explants having undergone up to 1.5 millions shocks and hydrothermal alteration corresponding to about 15 years of human activity. Wear is quantified using 3D profilometry and phase transformation is characterized with Raman spectroscopy. Results are used to discuss the relative influence of shock, hydrothermal alteration and friction on wear of ceramic hip implants. Clinically retrieved implants were also analyzed with a view to investigating correlations between *in vitro* and *in vitro* testing procedures.

#### 2.2. Materials and methods

#### 2.2.1. Test specimens

Several prosthetic couples (36mm diameter femoral heads and the corresponding cups) were provided by CeramTec AG (Plochingen, Germany) to be tested. They are made of zirconia toughened alumina (ZTA), consisting mainly of an alumina matrix containing zirconia grains. In parallel retrieved implants were analyzed for comparison with *in vivo* wear. They consist of four ZTA articulating components (cases #1 to #4) and one set of yttria stabilized zirconia bearings (case #5). Table 3.1 summarizes material and design characteristics of the bearing components and their respective wear conditions. The retrieved implants were macroscopically examined for first approximation determination of worn and unworn areas before performing detailed surface characterization.

#### 2.2.2. Shock machine device

A shock device has been specifically designed to test the bearing components of a hip prosthesis under controlled micro-separation conditions (Uribe et al., 2012). The femoral head and cup assembly was inclined at 45° corresponding to average anatomical conditions. In previous studies on the same device (Hausselle, 2007; Uribe et al., 2011, 2013) implants were fixed with cement, which resulted in problems due to compaction. Here, the cup was screwed on the holding support, and the head was mounted onto a cone composed of Ti-6Al-4V alloy in order to control and repeat more accurately the fixation of both components.

The tests were conducted in a fetal bovine serum solution (BioWest<sup>®</sup>) diluted in water (protein concentration of 30 g/L) and replaced weekly with fresh lubricant to avoid protein degradation (ISO standard 14242-1, 2012). The temperature of the solution was monitored, and deviated from *in vivo* 37 °C as a consequence of the device heating by an average of +5 °C. However the temperature was strictly maintained well below 50 °C, above which severe degradation and/or coagulation of proteins occurs in bovine serum.

Case	Head type	Head diameter (mm)	Cup type	Head conditions	Cup conditions
#1	ZTA	36	ZTA	1 wear stripe	Intact
#2	ZTA	32	ZTA	1 wear stripe Metallic tracks	Metallic tracks
#3	ZTA	36	ZTA	1 wear stripe Few metallic tracks	1 wear stripe on the rim Few metallic tracks Signs of cup mobility within metal-back
#4	ZTA	36	ZTA	1 wear stripe	Signs of cup mobility within metal-back
#5	Yttria stabilized zirconia	32	Sandwich structure zirconia/ UHMWPE	4 wear zones	Wear zones on zirconia cup Impingement signs on UHMWPE cup

**Table 3.1:** Material and design characteristics and first observation of wear conditions of the five clinically retrieved implants under study.

The ceramic bearings were subjected to shocks under a typical load-profile illustrated in Figure 3.1. A micro-separation of 1.3 mm (i.e. 1 mm along the vertical axis) was imposed between the head and the cup. Each prosthetic couple was submitted to 1.5 M shocks at a frequency of 1.2 Hz. The frequency has been controlled according to the test duration. Shocks consisted of applying a maximum load of 9 kN between the two components as a result of the head displacement in the vertical direction. This displacement had to be adjusted during the testing procedure in order to overcome the fatigue of the hydraulic system. The width of the peaks, i.e. the duration of the shocks, reached about 30ms and it was followed by a damping stage. This latter is due to the movement of the cup in the horizontal direction and illustrates the elastic response (compliance) of the device supporting the cup after impact. Additional peaks at low mechanical load (less than 100 daN) may appear as a consequence of the elastic rebound of the machine: they were not taken into account as shocks, since they occur at much lower loads than the major peak load.

The load applied here (9 kN) means approximately 600 BW% (body weight) for a patient who weights 150 kg and may occur when climbing stairs rapidly. Contact forces between the head and cup had been measured on instrumented implants and reached 150 to 480 BW% depending on the walking speed; it was also considered that this force may be 20% higher when climbing stairs than during normal walking (Hausselle, 2007). The worst case of degradation by shocks is here under study.



**Figure 3.1:** Left: typical load-profile applied between the femoral head and cup on the shock device. Right: details of a damping stage illustrating the elastic response of the device after impact.

#### 2.2.3. Hydrothermal ageing tests

The prosthetic components were submitted to artificial ageing tests according to the ISO standard 13356 procedure for ceramic implants based on yttria stabilized zirconia (3Y-TZP)(ISO standard 13356, 2008). Both heads and cups were placed in an autoclave (Micro 8, 4001745, autoclave MED8, JP Selecta S.A) in water steam at 134 °C and 2 bars. One hour of artificial ageing represents roughly 2-4 years of *in vivo* hydrothermal ageing (Chevalier et al., 1999).

#### 2.2.4. Conditions of tests

This study seeks to reproduce at best the *in vivo* environment by combining the shock and hydrothermal degradation mechanisms. The mechanical stresses applied on the shock machine are roughly those induced by walking up and down stairs. As a consequence, it is estimated that 100,000 shocks performed *in vitro* simulate one year of human activity, i.e. walking up and down fifteen stairs eighteen times every day. In parallel, one year of *in vivo* hydrothermal degradation is simulated by one hour of accelerated ageing in an autoclave. The notion of simulated *in vivo* time is introduced in correlation with *in vitro* testing time according to these estimations.

Various combinations of *in vitro* tests were performed in this study (Table 3.2). Two bearings (cases #a and #b) underwent only shocks under severe conditions (9 kN) and a third one (case #c) was alternatively subjected to hydrothermal ageing in an autoclave for 0.5 hour every 50,000 shocks. In parallel, two additional femoral heads were submitted only to *in vitro* hydrothermal degradation. One of them (case #d) was periodically aged for small time increments (2.5 hours during the first 15 hours). The second one (case #e) was directly submitted to many successive hours in the autoclave in order to investigate a potential effect

of the number of cumulative ageing steps. At the end of the tests, both cases experienced a total of 110 hours in the autoclave.

**Table 3.2:** Summary of the in vitro tests performed on ZTA prosthetic components. Shocks are performed at 9 kN on the shock device and hydrothermal ageing in an autoclave is performed at 134 °C and 2 bars in water steam.

Case	Number of shocks (M)	Hydrothermal ageing (hour)
#a	1.5	0
#b	1.5	0
#c	1.5	15
#d	0	110
#e	0	110

A surface characterization was carried out regularly with non-destructive techniques. The wear volume was estimated by 3D profilometry every 250,000 shocks and micro Raman spectroscopy was employed to assess the zirconia phase transformation.

#### 2.2.5. Protocol for measuring the wear volume

A new method based on 3D profilometry (Bruker nanoscope<sup>™</sup>, ex. Veeco, Wyko NT 9100) and data analysis on Matlab<sup>®</sup> was developed for measuring the wear volume resulting from the creation of wear stripe patterns on the ceramic femoral heads. Gravimetric methods were avoided here because weight loss is limited on ceramic bearings and the measured loss often arises from the mechanical release of other material than the femoral head, such as the metallic support or cone. 3D profilometry is a non-destructive technique that measures the surface topography using white-light interferometry. The acquisition of interferometric images and the comparison with the unworn femoral head spherical profile are the main stages of this method.

The depth and width of the wear stripes could vary along their length and be significantly different depending on the test conditions. In order to take into consideration the wear stripe heterogeneity, several images of the whole stripe width were taken all around the femoral head. Typically one image every 15 degrees, i.e. a total of 24 images per head, was taken by rotation on a custom-made holder (Figure 3.2). From these images, the wear areas were calculated by collecting 2D profiles by using the profilometer software (Vision 4.20 2002-2008 Veeco Instruments, Inc).

On the collected 2D stripe profiles, a tilt removal was applied but no filter was employed to correct the spherical shape of the femoral head since this latter is required for the interpolation. For each image, i.e. each location, three profiles were exported in Matlab<sup>®</sup> in order to obtain one mean smoothed profile from which the wear area was calculated. The sphere center and radius of the unworn femoral head were calculated by a least squared fitting procedure (Mazet et al., 2005) using the profile points outside of the wear stripe. The wear area was calculated by subtraction between unworn profile and the measured profile. For each location, the wear volume was obtained by multiplying the wear area by the part of

the stripe length considered. Finally, the total wear volume was calculated by summing up all the local wear volumes.



**Figure 3.2:** Two main stages for measuring the wear volume resulting from wear stripe patterns on ceramic femoral heads. First, several 3D images are taken regularly in order to take into account stripe heterogeneity. Second, wear areas are calculated from averaged 2D profiles and interpolation of the unworn femoral head spherical profile shape.

#### 2.2.6. Analysis of the zirconia phase transformation

The zirconia phase transformation was measured by micro Raman spectroscopy (Horiba Jobin Yvon HR800, laser  $\lambda$ =514.5 nm) on the femoral head surfaces. The laser power was set at ~50 mW and the spectrum integration time was usually 12 s repeated 3 times for averaging. By varying the integration time, it was confirmed that the laser irradiation and sample heating did not occur or disturb the phase composition. The samples were positioned on a monitoring platform whose movements in x and y directions are computer-controlled.

Four characteristics peaks are used to distinguish zirconia polymorphs. Their intensities are related to the monoclinic volume fraction,  $V_m$ , according to Clarke and Adar formula (Clarke and Adar, 1982):

$$Vm(\%) = \frac{I_m^{178} + I_m^{189}}{0.97 x \left(I_t^{145} + I_t^{256}\right) + I_m^{178} + I_m^{189}} x \, 100$$

where  $I_m$  and  $I_t$  represent the intensities of the monoclinic and tetragonal phase peaks, respectively, with the related wave numbers in superscript (Figure 3.3). Raman spectra were exported in Matlab<sup>®</sup> and the baseline was corrected using a function developed by Mazet et al. (Mazet et al., 2005).


**Figure 3.3:** Raman spectrum of a ZTA femoral head; arrows indicate the four characteristics peaks used to distinguish monoclinic (m) and tetragonal (t) zirconia phases and whose intensities are employed to calculate the monoclinic volume fraction,  $V_m$ .

A potential increase of the monoclinic content due to mechanical or hydrothermal stresses was investigated on the femoral head surfaces. For a better statistical analysis, at least 10 measurements were carried out to average the monoclinic content within the wear stripes. Outside of them, i.e. on unworn surface, the phase transformation was assessed at the pole and at latitudes 45°, 90° and 105° (four measurements at each latitude and uniformly distributed by a rotation of the femoral head) (Figure 3.4). A specific femoral head holder has been developed in order to repeat the same positioning, i.e. latitude and angle of rotation of a femoral head, between each step of a whole test (every 250,000 shocks).



**Figure 3.4:** Micro Raman spectroscopy and surface roughness analysis carried out at several locations outside of stripe; visualization of the mean location of the wear stripe obtained on the shock device.

#### 2.2.7. Analysis of the surface roughness

The femoral heads surface roughness was obtained by 3D profilometry at the same locations as in the micro Raman spectroscopy analysis (Figure 3.4). A filter was applied by using the profilometer software in order to remove the spherical shape of the head. The roughness parameter  $S_a$  was evaluated on each acquired image. It is the arithmetic average of the 3D surface roughness and represents an overall measurement of the texture comprising the surface. It is calculated from the absolute values of height, Z(x,y), measured in the analyzed area, A:

$$Sa = \frac{1}{A} \iint_{A} |Z(x, y)| dxdy$$

#### 2.3. Results

#### 2.3.1. Surface morphology and wear stripes

The femoral heads and cups submitted to a severe-shock degradation at 9 kN (cases #a to #c) exhibit wear degradation but no fracture. Two wear stripes were observed on each head, with corresponding worn areas on the rim of the cups. The main stripe (upper one) is a direct consequence of shocks between the two components and the second one (lower one) is due to rebounds following the main shock (Uribe et al., 2013). At the end of the test, i.e. after 1.5 M shocks or 15 simulated *in vivo* years, the upper stripes width ranged between 3.5 and 5.4

mm and averaged 4.5 mm (Figure 3.5). The lower stripes were significantly narrower and ranged between 0.8 and 3.3 mm (average is 2.8mm).



**Figure 3.5:** A typical upper wear stripe obtained on a femoral head after performing test on the shock machine; the stripe width reached almost 4 mm.

The analysis of 3D images revealed an increase of surface roughness within the worn areas, in particular due to pitting. Scattered values of  $S_a$  parameter ranged between 30 nm and several hundred of nm. In contrast,  $S_a$  remained at a nearly constant value close to 12 nm outside of stripes (Figure 3.6). The filtering process generated to remove the spherical shape of the heads led to the observation of artifacts on the images that are associated with waviness created by the interferences fringes. In order to not remove any topographic features measured on the surfaces, we did not modify the images. However we confirmed that the artifacts do not affect the relative evolution of  $S_a$ , in particular for the smoother unworn areas.



**Figure 3.6:** Images obtained by 3D profilometry for surface roughness evaluation; a) outside of stripe, i.e. pristine ZTA,  $S_a = 11.76$  nm b) within stripe,  $S_a = 46.25$  nm.

## 2.3.2. Wear quantification and characterization

The formation of the wear stripe patterns under shock condition results in an important wear volume and wear debris release. Systematic collection of wear debris from a synovial solution is impractical and cannot be used to directly assess the wear quantification. An isolated debris was observed by scanning electron microscopy (MEB FEG ZEISS SUPRA 55 VP) (Figure 3.7). The brightest grains are zirconia and the darkest ones are alumina. The main observation is the dominance of inter-granular fracture, which is thought to dominate wear debris formation.



**Figure 3.7:** Image of an isolated wear debris produced during in vitro tests on the shock device. Inter-granular fracture of both zirconia and alumina grains is observed.

The wear volumes were quantified by 3D profilometry and reached several mm<sup>3</sup> after 1.5 M shocks or 15 simulated *in vivo* years. Three bearings were tested *in vitro* under the same mechanical conditions (Table 3.2). For each test, the wear volume was calculated every 250,000 shocks with an estimated relative uncertainty of 10%. From the observation of the three wear volume trends (Figure 3.8) two distinct phases were determined according to the testing time. An initial phase was defined up to 500,000 shocks, i.e. 5 simulated *in vivo* years. It corresponded to the highest wear volumes and stripes width increase. From 500,000 shocks to the end of the tests, a nearly steady phase was observed with little wear volumes and stripes width evolution.



**Figure 3.8:** Wear volumes evolution for the three ZTA bearings tested on the shock machine (9 kN). Two distinct phases were defined from 0 to 0.5 M shocks and from 0.5 to 1.5 M shocks. Identified experimental accidents occurred on cases #a and #b.

It is worth noting that identified experimental accidents occurred during long-term experiments on cases #a and #b. Case #a suffered from the rupture of a metallic part of the shock machine between 0.25 and 0.5 M shocks and leading to a momentary lower shock absorption. The hydraulic pressure of the device temporarily experienced a fluctuation at the beginning of the test on the case #b, which led to the release of localized large grain aggregates (several hundred  $\mu$ m). We suspect micro-cracks being created around those localized areas to be at the origin of a high wear volume release carrying on up to the end of the test.

For the three ZTA bearings tested on the shock machine, the average volumetric-wear rate was calculated for each distinct phase (Figure 3.9). During the initial phase, the wear rate reached 0.97 mm<sup>3</sup>/year while it lowered to 0.22 mm<sup>3</sup>/year during the late phase. The overall wear rate averaged to 0.46 mm<sup>3</sup>/year. A high dispersion was observed among the three tests (in particular during the initial phase) and was attributed to the experimental accidents occurring on cases #a and #b.



**Figure 3.9:** Average volumetric-wear rate calculated for each distinct phase for the three ZTA bearings tested on the shock device at 9 kN (cases #a to #c).

## 2.3.3. Zirconia phase transformation

Long-term hydrothermal degradation in an autoclave was performed on two distinct ZTA femoral heads that were not submitted to shock degradation. One of the femoral head was tested for small time increments (case #d) while the other was tested only at long durations (case #e). A slight increase of the monoclinic content was measured by micro Raman spectroscopy on both ZTA femoral heads (Figure 3.10). No significant difference was observed between the two test conditions. This suggests that the number of cumulative ageing steps has no effect on the hydrothermal degradation of such components. More important, it is to note that the evolution of monoclinic content in both cases was very low, with less than 5% variation after 10 hours and less than 10% after 100 hours.



**Figure 3.10:** Monoclinic fraction plotted vs. exposure time of hydrothermal ageing in an autoclave and measured by micro Raman spectroscopy on two ZTA femoral heads (cases #d and #e). A log scale was applied in order to visualize the evolution of  $V_m$  during the first alteration cycles.

The zirconia phase transformation was also quantified on the two femoral heads submitted only to shock degradation, cases #a and #b (Figure 3.11). There was no detectable significant phase transformation outside of the wear stripes (i.e. unworn areas) where the monoclinic content,  $V_m$ , averaged to 12%. On the other hand,  $V_m$  increased within the wear stripes from the first cycles of shocks. The averaged values of  $V_m$  held between 40 and 45% for the whole testing time. Compared to the evolution of the wear volume, no distinct evolution phases were observed and no tendency (increase or decrease) was detected with increasing the number of shocks. This indicates that the increase of  $V_m$  within the wear stripes reached quickly a limit, which we interpret as a maximum transformation before grains detached from the surface to form wear debris.



**Figure 3.11:** Evolution of the monoclinic content ( $V_m$ ) as a function of the number of shocks. Averaged values obtained on worn (i.e. within the wear stripes) and unworn areas of the two ZTA bearings tested only on the shock machine at 9 kN (cases #a and #b).

The evolution of the monoclinic content was assessed regularly along the stripe width (Figure 3.12). The corresponding stripe depth profile was obtained by 3D profilometry.  $V_m$  ranged between 40 and 60% within the stripe and decreased steeply at the edges of the worn areas. This indicates that significant phase transformation occurred strictly within the wear stripes associated with shocks.

Finally one prosthetic couple (case #c) was alternatively subjected to shock and hydrothermal degradation in order to detect a potential combined effect of these two degradation mechanisms. Every 50,000 shocks, both the femoral head and cup were altered for 0.5 hours in an autoclave. No significant increase of the monoclinic content was detected outside of the stripes. Limit values of  $V_m$  reaching between 40% and 50% were measured within the worn areas. No difference was observed compared to cases #a and #b (Figure 3.11), which were submitted only to shocks.



**Figure 3.12:** Evolution of the monoclinic content measured along the stripe width by micro Raman spectroscopy and the corresponding stripe depth profile obtained from 3D profilometry. The increase of the monoclinic content was spatially well limited within the stripe, i.e., worn areas.

## 2.3.4. Characterization of retrieved implants

Four ZTA and one yttria stabilized zirconia clinically retrieved implants were studied for comparing the *in vivo* and *in vitro* behaviors. Femoral head surfaces display wear areas that can be identified by optical inspection due to lower reflectivity and higher roughness than unworn areas (Figure 3.13). Their shapes are more diffuse than the regular upper and lower stripes observed on the shocked femoral heads, indicating that the shock area is more dispersed *in vivo* than in the geometrically constrained experiment. Elliptical wear areas on retrieved implants are sometimes observed, and are reminiscent of the elongated wear areas obtained in the experiments.



**Figure 3.13:** Image of a ZTA retrieved femoral head showing a typical wear stripe pattern detected by optical inspection (case #1).

Micro Raman spectroscopy and 3D profilometry were employed to investigate the evolution of the monoclinic content and the roughness parameter  $S_a$  on the retrieved explant surfaces. Both parameters were measured on the as-defined worn and unworn regions (Figure 3.14). The five retrieved heads showed significantly higher values of  $V_m$  and  $S_a$  within the worn areas than outside of them. Since the initial implant surface finishing and monoclinic content are unknown, the absolute  $V_m$  and  $S_a$  values are not reliable indicators of wear. The main observation is that the relative difference of  $V_m$  between worn and unworn zones was relatively similar for the five retrieved implants. An average difference of 21±2.5% was measured. On the other hand, the difference in roughness values were scattered among the five components.



**Figure 3.14:** Monoclinic content (%) plotted vs. surface roughness parameter  $S_a$  (nm) and measured separately on the worn and unworn areas. Four ZTA and one yttria stabilized zirconia clinically retrieved femoral heads were studied. The average values obtained from in vitro tests on the shock machine (9 kN) are indicating for comparison.

#### 2.4. Discussion

#### 2.4.1. Wear quantification and mechanisms

Three ZTA femoral heads and cups have been subjected to extreme shock degradation at 9 kN on a device specifically designed to reproduce micro-separation conditions. The components were submitted to 1.5 M shocks, i.e. 15 simulated *in vivo* years. Shocks led to the formation of wear stripes on the femoral head surfaces. The surface roughness increased within those areas and remained constant outside of them. This suggests that the sliding phase, which may occur when the components return to their initial position after shock, does not induce wear and is negligible. The SEM observation (Figure 3.7) of an isolated wear debris revealed mainly inter-granular fracture on ZTA components. This indicates that grain agglomerates have been literally pulled-out during the shock degradation.

Wear was quantified by 3D profilometry and two distinct wear phases were defined. During the first one, both the stripes width and wear volume increased considerably (Figure 3.8). A slight increase was then noticed up to the end of the test. Some heterogeneity was observed

among the three prosthetic couples tested under the same loading conditions and was attributed to experimental accidents occurring during the initial phase. It is worth noting that despite those phenomena, the wear volume trends (occurrence of two distinct phases) and the wear mechanisms (surface roughness increase within the wear stripes) were repeatable among the three long-term experiments.

Hip walking simulators are commonly employed to test and predict the hip implants wear performance. Under standard conditions, extremely low volumetric-wear rates characterize Ceramic-on-Ceramic bearings (Essner et al., 2005). The micro-separation was introduced in hip walking simulator tests in order to better model *in vivo* effects of both friction and shocks on the femoral heads and cups (Al-Hajjar et al., 2013; Clarke et al., 2009; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2003). With these improved simulators, the characteristic *in vivo* damage, e. g. the wear stripe patterns and main wear zones observed on clinically retrieved ceramic implants (Magnissalis et al., 2001; Nevelos et al., 1999; Walter et al., 2004), was experimentally reproduced. As a consequence, the volumetric-wear rates measured experimentally increased significantly (Stewart et al., 2001).

Stewart et al. (Stewart et al., 2003) and Clarke et al. (Clarke et al., 2009) respectively reported volumetric-wear rates of 0.16 and 0.2 mm<sup>3</sup>/year on ZTA components subjected to hip walking simulators including micro-separation. They both observed the occurrence of distinct phases on the wear volume trends. Al-Hajjar et al. (Al-Hajjar et al., 2013) reached 0.14 mm<sup>3</sup>/year. In this study that focused on the shock device, the wear rate averaged 0.46 mm<sup>3</sup>/year (Figure 3.9). This suggests that the contact force applied here between the two prosthetic components during the shocks (9 kN) must be significantly higher than the ones applied on hip walking simulators in the previous studies and that are not specified in the literature. Here, severe load conditions were chosen in order to test the wear performance and fracture probability of ZTA prosthetic components in the worst case of shocks. It is worth noting that similar wear stripe patterns were observed on the components tested on hip walking simulators with micro-separation and on the shock machine. This suggests that shocks induce the main wear degradation and that standard friction effects occurring on usual hip walking simulators are negligible.

## 2.4.2. Influence of shocks and wear on the zirconia phase transformation

The zirconia phase transformation from a tetragonal to a monoclinic phase is enhanced by mechanical and chemical stresses. In this study, we evaluated the monoclinic content,  $V_m$ , on the femoral heads subjected to the shock degradation. A significant increase of  $V_m$  (from 10 to 45%) was measured within the wear stripe patterns, which were created by the shocks. No phase transformation was detected outside of them. This indicates that the phase transformation is enhanced by the mechanical stresses induced by shocks.

The increase of  $V_m$  within the stripes reached quickly a plateau during the first cycles of shocks. Since the stripes width and depth kept increasing during the whole testing time, it suggests that the transformation and wear of zirconia layers on the surface occur at similar rates to produce the observed steady state behavior. The evolution of  $V_m$  along a stripe width (Figure 3.12) revealed also the occurrence of a spatial plateau for the phase transformation.

In order to explore the potential combined effects of shocks and hydrothermal ageing on ZTA implants, different *in vitro* tests have been performed and compared: tests on the shock

machine device only, artificial hydrothermal ageing only and a combination of both testing methods (Table 3.2). The ZTA composites showed little phase transformation by hydrothermal ageing (Figure 3.10) when compared to the transformation increase caused by the mechanical stresses applied during the shocks within the wear stripes. The combination of hydrothermal ageing and shocks had no additional effect on the wear degradation and the phase transformation of prosthetic components. Shocks dominate hydrothermal ageing effects on the ZTA hip implants degradation.

Little is known in the literature on the potential relations between the zirconia phase transformation and micro-separation, i.e. the shock degradation. Al-Hajjar et al. (Al-Hajjar et al., 2013) did not report any significant increase of  $V_m$  within the wear patterns formed on ZTA heads surface tested on a hip walking simulator including micro-separation. On the other hand, Clarke et al. (Clarke et al., 2009) revealed a phase transformation on alumina-zirconia composite bearings. Initially close to 14%,  $V_m$  reached a limit value of 30% within the wear zones. In particular, the increase of  $V_m$  was faster within the stripe zones, i.e. the zones the most prone to shocks, than on the other main wear areas.

Some comparisons between Clarke's study (Clarke et al., 2009) and the present study can be made. The hypothesis of higher contact forces involved on the shock device than the ones applied on hip walking simulators with micro-separation must be confirmed. This could explain the higher amount of the zirconia phase transformation detected within the wear regions in this study (40%) than in reference (Clarke et al., 2009) (30%). The mechanisms of wear stripe formation may be similar since both studies highlighted the presence of a limit level of the monoclinic content increase. Finally, the weak contribution of the friction effects on the shock device must explain the lack of phase transformation outside of the wear stripes in this study.

In terms of resistance of ceramic materials to the formation and propagation of wear stripes generated by shocks, it is important to notice that the above-mentioned stress-assisted transformation is beneficial to decrease the depth and volume of wear stripes when compared to non-transformable ceramics such as alumina. In previous works, indeed, alumina femoral heads exhibited higher wear volume release than ZTA ones tested under the same conditions (Uribe et al., 2013). It is also important to note here that none of the ZTA femoral heads broke despite the extreme conditions of shocks imposed during the tests (9 kN). Toughening mechanisms associated to the phase transformation are supposed to prevent the propagation of cracks, potentially created by shocks and that may be at the origin of grains pulled-out within the wear areas.

## 2.4.3. Comparison between *in vivo* and *in vitro*

This study sought to reproduce experimentally at best the *in vivo* degradation by focusing on shocks and hydrothermal ageing. The wear degradation and zirconia phase transformation are found to be mainly enhanced by shocks *in vitro*. Five retrieved femoral heads (four ZTA and one yttria stabilized zirconia bearings, Table 3.1) were characterized for comparison. Optical inspection of the retrieved head surfaces revealed wider wear tracks, some of which similar in shape (i.e. elliptical shape, Figure 3.13) to the ones created *in vitro*. The surface roughness parameter  $S_a$  ranged between 25 and 65nm within *in vivo* worn areas. It reached up to several hundreds of nm within *in vitro* ones. The *in vivo* wear tracks were broader and shallower than the *in vitro* ones. The mechanical stresses must be more

distributed *in vivo* than *in vitro*. This could be a consequence of the shock machine rigidity and the absence of movements on it (rotation, flexion, etc.).

Only few studies reported the presence of wear areas on retrieved alumina-zirconia composites. Clarke et al. (Clarke et al., 2009) analyzed three retrieved heads with detectable main wear zones in which  $S_a$  ranged between 55 and 140 nm and  $V_m$  reached up to 40%. Lombardi et al. (Lombardi et al., 2009) identified stripe wear zones on ZTA heads associated to elevated surface roughness and monoclinic content ( $S_a$  and  $V_m$  averaged respectively at 55 nm and 33%). Affatato et al. (Affatato et al., 2012) reported wear and typical wear stripe patterns on alumina and ZTA bearings characterized by an increase of the monoclinic content. In fact, most alumina-zirconia composite components are recent and this limits the current follow-up studies. It must be kept in mind that the appearance of the elliptic wear stripe patterns is better documented on alumina femoral head surfaces (Magnissalis et al., 2001; Nevelos et al., 1999; Walter et al., 2004). In this study, the worn areas were first carefully defined and separated from the rest of the retrieved head surfaces by optical inspection before performing a detailed surface characterization.

A precise quantification of the local monoclinic content was performed on the five retrieved heads. A constant difference of about 20% was measured between the as-defined worn and unworn zones and the absolute maximum value reached up to 65% (Figure 3.14). The three femoral heads experimentally submitted to the shock degradation (9 kN) also revealed a constant difference between the worn and unworn regions of 30% (the absolute maximum value reached around 60%, Figure 3.11 and Figure 3.12). The initial V<sub>m</sub> values depend on the specific composition and manufacturing of each implant. It is thus not practical to compare absolute V<sub>m</sub> values between *in vivo* and *in vitro* components or with the ones reported in the literature. On the other hand, differences of V<sub>m</sub> between worn and unworn areas seem consistent among measurements on *in vitro* and *in vivo* ceramic heads.

The observation of a constant difference between the two types of area on *in vitro* as well as *in vivo* components suggests that the mechanical mechanisms enhancing the zirconia phase transformation are well-reproduced experimentally through the tests on the shock device. This implies that high mechanical stresses are locally correctly applied, i.e. only within the wear stripes. Secondly, the quantitative comparison of those two relative differences (20% and 30% for respectively *in vivo* and *in vitro* components) confirms that we chose to experimentally study the worst case of shock degradation (9 kN). It is worth noting that no fracture has been observed over all the *in vitro* components tested under those severe conditions.

## 2.5. Conclusion

Through the comparison of *in vitro* tests and retrieved implants, this study highlights major results relating to the wear mechanisms of hip bearings and the degradation of zirconia toughened alumina components:

- 1. The wear degradation is characterized by the formation of typical wear stripe patterns, which are reproduced through *in vitro* tests on the shock device.
- 2. A new method specifically developed to measure low wear volumes is successfully employed on the spherical shape of femoral heads and reveals *in vitro* volumetric-wear rates in agreement with the ones reported in the literature.

- 3. The ZTA material shows little transformation during artificial hydrothermal degradation. Therefore only mechanical stresses applied during shock degradation are at the origin of the monoclinic content increase detected within the wear stripe patterns on *in vitro* components.
- 4. Wear regions are precisely defined on retrieved femoral heads and also reveal significant *in vivo* zirconia phase transformation. This also suggests that the transformation is mainly enhanced by mechanical stresses on wear areas of the hip joint implants.
- 5. Correlations between the *in vivo* and *in vitro* wear degradation indicate that the shock machine is an adequate alternative device to standard hip walking simulators in order to reproduce at best the *in vivo* environment.

# Chapitre 4 : Combinaison de tests incluant le test d'usure standard, les chocs et le vieillissement à basse température

Dans ce chapitre, on s'applique à présenter une seconde étude expérimentale incluant les trois principaux modes de dégradation définis pour les couples CoC. Une combinaison de tests incluant le simulateur de marche, la machine de chocs et le vieillissement accéléré en autoclave a été appliquée au composite ZTA. Elle a permis d'apporter de nouveaux éléments de discussion dans l'objectif de mieux reproduire expérimentalement l'environnement in vivo.

Cette étude a été publiée dans le Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials : Perrichon, A., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2017). A testing protocol combining shocks, hydrothermal ageing and friction, applied to Zirconia Toughened Alumina (ZTA) hip implants. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. 65, 600–608. DOI: 10.1016/j.jmbbm.2016.09.019.

## 1. Résumé

Ce chapitre présente un travail expérimental en partie élaboré suite aux observations faites au cours des essais présentés au chapitre 3. L'objectif est ici de réaliser une combinaison de tests inédite incluant la machine de chocs, le vieillissement artificiel en autoclave et le test d'usure standard sur simulateur de marche dans le but de mieux reproduire les dégradations engendrées par l'environnement *in vivo*. Cette combinaison qui implique un travail expérimental long et fastidieux n'est appliquée que sur un couple prothétique. L'analyse d'explants, déjà partiellement présentée au chapitre précédent, est complétée et fournie les éléments de comparaison avec le comportement *in vivo*.

Dans ce travail, la force appliquée au cours des chocs a été abaissée à 6 kN afin de simuler les contraintes mécaniques associées à des activités toujours intenses mais moins sévères et plus quotidiennes par rapport au travail précédent (9 kN). Les effets de frottement entre la tête et la cupule ont été pris en considération grâce à l'ajout du test d'usure standard sur simulateur de marche. Les étapes de vieillissement en autoclave ont été conservées ; en parallèle l'étude du comportement à long terme a été prolongée. Au cours de la combinaison de ces tests, l'influence de chacun des trois types de dégradation (chocs, frottement et vieillissement) a été quantifiée grâce à l'analyse des surfaces, réalisée entre chaque séquence de test à l'aide de méthodes de caractérisation non destructives.

L'ajout d'étapes sur le simulateur de marche n'a pas induit de changement significatif quant à la dégradation de la tête fémorale, toujours dominée par la formation de bandes d'usure liée à la décoaptation. Dans des conditions simulant des cycles de marche normale, la morphologie de ces bandes (forme, profondeur et aire de surface usée) n'a pas évolué et la rugosité et le taux de phase monoclinique au sein et en dehors de celles-ci n'ont pas significativement augmenté. Il n'y pas eu d'effet de couplage entre les séquences de test sur le simulateur de marche et celles sur la machine de chocs. Les chocs ont dominé les processus de dégradation avec la formation des bandes d'usure et ont été à l'origine de 93 % du volume d'usure total mesuré au cours de la combinaison. L'influence de la valeur de la force appliquée au cours des chocs a été démontrée : le volume d'usure moyen a atteint 0,06 mm<sup>3</sup>/an à 6 kN (2 essais) alors qu'il était de 0,46 mm<sup>3</sup>/an à 9 kN (3 essais). En revanche, aucune corrélation n'a été détectée entre la morphologie des bandes et la force appliquée.

L'évaluation de la différence de taux de phase monoclinique mesurée entre les bandes d'usure et le reste de la surface a de nouveau permis la comparaison avec les explants. Ces derniers ont été caractérisés par une augmentation de 20 % dans les zones usées : cette augmentation a atteint 25 % à 6 kN contre 30 % à 9 kN. Au cours des tests *in vitro*, seuls les chocs ont induit une transformation de phase sous contraintes mécaniques. Les phénomènes responsables de cette transformation seront analysés dans le chapitre suivant. Les contraintes thermiques et chimiques appliquées au cours du vieillissement ont également entraîné la transformation de phase de la zircone au-delà de la durée de vie nécessaire des implants en application : le taux de phase monoclinique a atteint 25 % au bout de 360 heures en autoclave ; l'état de surface macroscopique n'a en revanche pas été modifié. Le matériau ZTA étudié ne présente pas de transformation de phase spontanée notable ce qui confirme sa stabilité à long terme face au phénomène de vieillissement à basse température.

Ce travail a permis de mettre en évidence le faible impact, notamment grâce à l'évaluation du volume d'usure, des tests réalisés sur le simulateur de marche sur la dégradation d'un couple prothétique céramique/céramique par rapport aux chocs en condition de décoaptation. Il pose ainsi la question de la pertinence de ce test en tant que test d'usure standard pour les éléments prothétiques de la hanche en céramique. Une caractérisation des matériaux plus approfondie et basée sur des méthodes destructives apporte de nouveaux éléments de discussion, chapitre 5.

Le rôle décisif de la décoaptation, à l'origine des chocs et de la formation des zones d'usure, a été démontré grâce à une comparaison entre les dégradations créées *in vitro* et celles observées sur les explants. La comparaison quantitative des taux de phase monoclinique a mis en évidence l'importance du choix de la valeur de la force appliquée *in vitro* au cours des tests de chocs. Des observations par microscopie électronique à balayage dans les zones d'usure en fin de test ont permis de suggérer des mécanismes d'usure similaires entre les deux types de composants (*in vitro* et *in vivo*). La compréhension de ces mécanismes est nécessaire puisqu'ils sont à l'origine de la libération des débris d'usure et sera l'un des objets d'étude du chapitre suivant. L'évaluation des conséquences de la dégradation en surface sur l'intégrité structurale du matériau est aussi essentielle pour estimer la performance à long terme de l'implant en application.



## 2. Article: A testing protocol combining shocks, hydrothermal ageing and friction, applied to Zirconia Toughened Alumina (ZTA) hip implants

#### 2.1. Introduction

In an ageing world population, increasing the implant lifetime to minimize the number of revision surgeries is a major goal in orthopaedics, both in terms of health and economic issues. For this purpose, materials properties and designs are continuously improved in order to approach the ideal goal of one implant for life. Orthopaedic surgeries aim also at improving patient's daily life activities and socializing, and implants bearer should not be submitted to excessive cautions. Thus, in particular among young and active patients, implants are subjected to severe mechanical solicitations in addition to the naturally aggressive *in vivo* bio-chemical environment.

Ceramic materials such as alumina combine good wear, mechanical and corrosive resistance and excellent biocompatibility, and are frequently used for head and cup in hip joints. They were introduced in the 1970's by Boutin (Boutin, 1971) as bearing materials for hip replacement. One of the main interests in Ceramic-on-Ceramic (CoC) bearings is in their high wear resistance as compared to conventional Metal-on-Polyethylene couples (MoP) (Essner et al., 2005; Fisher et al., 2006; Piconi and Streicher, 2013). Nowadays, they are gaining interest especially after the Metal-on-Metal (MoM) implants issues related to metallic ions and wear debris release (Bozic et al., 2012).

Over the last 40 years, various ceramics have been developed for orthopaedic applications. Fracture rates of alumina implants have considerably decreased through manufacturing process improvement and microstructure optimization. Zirconia materials exhibit high fracture toughness values and wear resistance but might suffer from Low Temperature Degradation (LTD) or hydrothermal alteration symbolized by a tetragonal to monoclinic phase transformation (Chevalier et al., 2007). Composite materials have been developed to take advantage of both experience and properties of alumina and zirconia materials. In particular the chemical composition and manufacturing process of Zirconia Toughened Alumina (ZTA) composites have been under studies for years (Kurtz et al., 2014).

ZTA composites constitute recent materials commercialized at first by CeramTec AG (Plochingen, Germany) in 2003 under the trade name Biolox<sup>®</sup> Delta. More than 5 million Biolox<sup>®</sup> Delta components have been implanted all around the world. Available reports of long-term clinical performances (Callaghan and Liu, 2009; Hamilton et al., 2009; Lombardi et al., 2009) and retrieval studies (Affatato et al., 2012; Boffelli et al., 2016; Clarke et al., 2009; Kurtz et al., 2014) of such recent materials are rare as they depend on patient agreement and availability from post-surgery collection. *In vitro* experimental and theoretical models are thus required in order to predict hip joints performance. They must reproduce and simulate simultaneously the chemical, physical and mechanical environment of the implant *in vivo*. Besides evaluating material performance, *in vitro* experiments are necessary to understand materials weaknesses and degradation mechanisms, an essential step of materials properties optimization.

Hip-walking simulators are the most commonly used testing devices for investigating hip

implants performance, to the point that their specifications are detailed in an international standard (ISO standard 14242-1, 2012). They aim at reproducing loads and movements measured during normal walking (Bergmann et al., 2001). CoC bearings show high wear resistance, i.e. low wear volume release and almost no surface damage, to the friction effects generated on conventional hip-walking simulators. Retrieved implants may exhibit significant wear features (Affatato et al., 2012; Clarke et al., 2009; Kurtz et al., 2014; Lombardi et al., 2009).

One important aspect of reproducing walking is that bearing components experience wear damage under micro-separation conditions. Hip joint surgery involves the removal of the natural round ligament, whose one function is to prevent dislocation by holding the femoral head articulating against the acetabulum. After surgery, fluoroscopic studies (Dennis et al., 2001; Lombardi et al., 2000) have shown separation between head and cup of hip joint prosthesis. During the swing phase, the head is vertically and/or laterally translated due to this separation. This results in high mechanical stresses related to contact mechanics between the rim of the cup and the head on heel-strike. Moreover traumatic daily life activities such as climbing stairs or running induce the highest mechanical stresses.

Hip-walking simulators including micro-separation conditions (Al-Hajjar et al., 2013; Clarke et al., 2009; Leslie et al., 2009; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2003a) have been developed and have shown wear degradation patterns comparable to clinically reported ones. Those devices allow combining the standard mechanical conditions of normal walking with additional stresses due to micro-separation. However, they do not allow quantifying the damage separately created by each specific mechanical load condition. A shock machine has been especially designed for testing hip joints under controlled micro-separation and mechanical load (Uribe et al., 2012). Short time shocks of extremely high load (9 kN) have been shown to create wear degradation patterns on ceramic components (Hausselle, 2007; Perrichon et al., 2016; Uribe et al., 2013).

This study aims at reaching new correlations between *in vitro* and *in vivo* degradation by studying separately various effects using a new experimental procedure able to combine the main degradation mechanisms of ceramic hip joints. Friction occurring during standard gait was reproduced on a hip-walking simulator, intense daily life activities were reproduced on a shock machine and hydrothermal human body environment was simulated in an autoclave. We experimentally tested ZTA Biolox<sup>®</sup> *delta* hip joints (femoral head and cup) and compared the damage created with this sequence of events with that observed on retrieved implants. Characterization of the joint after each separate step allowed quantifying and comparing the degradation caused by each device.

## 2.2. Materials and methods

## 2.2.1. Test specimens and devices

The experimental procedure was tested on Biolox<sup>®</sup> Delta hip joints (femoral heads of 36 mm diameter and cups) provided by CeramTec AG (Plochingen, Germany). The Biolox<sup>®</sup> *delta* material consists of 80 vol%  $Al_2O_3$ , 17 vol% yttria stabilized  $ZrO_2$  and 3 vol% strontium aluminate platelets. The yttria content in zirconia grains is 1.3 mol%, which is lower than the content usually necessary for monolithic Y-TZP, due to the stabilization effect of the alumina matrix. Further information can be found in previous papers (Chevalier et al., 2009). A set of

five retrieved implants was analysed for *in vivo* behaviour comparison. They consist of four ZTA Biolox<sup>®</sup> *delta* composites and one yttria stabilized zirconia bearings. Materials, design and wear characteristics have been detailed elsewhere (Perrichon et al., 2016).

High mechanical load shocks were applied on a shock device to reproduce micro-separation condition (Uribe et al., 2012). A realistic vertical distance of 1 mm was imposed between head and cup during the swing phase. The mechanical load was controlled by monitoring the vertical displacement of the head towards the cup. Both load and displacement were recorded by sensors in real time: shocks of about 30 ms were performed at 6 kN peak load and 1.2 Hz frequency (Figure 4.1). Compared to our previous studies, the peak load was decreased from 9 kN to 6 kN in order to reproduce more fairly patient daily activities and not extremely severe conditions formerly chosen to test the limits of material performance.

Standard walking conditions were reproduced on a hip-walking simulator in anatomical position (858 Mini Bionix II test system, MTS). We imposed hip movements (abduction/adduction, flexion/extension and external/internal rotations) and load conditions as defined by ISO standard 14242-1 (ISO standard 14242-1, 2012) and at a frequency of 1 Hz (Figure 4.1).



**Figure 4.1:** Difference of axial mechanical load applied between femoral head and cup on the hip-walking simulator and the shock device.

Experiments on the hip-walking simulator and shock devices were conducted in fetal bovine serum solution (BioWest<sup>®</sup>) diluted in water till a proteins concentration of 30 g.L<sup>-1</sup>. The solution was replaced with fresh lubricant between each step of the procedure and the temperature was maintained at  $37 \pm 5$  °C to avoid protein degradation.

In order to reproduce *in vivo* environment, hip joints were also submitted to hydrothermal ageing in an autoclave (Micro 8, 4001745, autoclave MED8, JP Selecta S.A.). According to ISO standard 6474-2, we performed artificial ageing in water steam at 134 °C and 2 bars

(ISO standard 6474-2, 2012) to evaluate the material resistance to LTD. Zirconia phase transformation is known to be thermally activated and the knowledge of the thermal activation energy allowed estimating that one hour in an autoclave under those controlled hydrothermal conditions is equivalent to a range of exposure time at body temperature of 2-4 years (Chevalier et al., 2009).

## 2.2.2. Experimental set up

In order to combine different degradation mechanisms, we used a testing procedure for ceramic hip joints that combines for the first time a hip-walking simulator, a shock machine and artificial ageing in an autoclave. The procedure involved subjecting bearings successively to each experimental device then repeating the whole sequence several times (Figure 4.2). Mounting systems were improved on both the hip-walking simulator and shock devices in order to avoid damage on the bearings during assembly/disassembly phases on each of the testing machines, and to allow for fast, non-destructive and reproducible mechanical assembly and disassembly.

Femoral head surfaces were characterized by non-destructive techniques at transfer from one device to another (Figure 4.2). Surface roughness and zirconia phase transformation were analysed by 3D optical profilometry (Bruker nanoscope<sup>TM</sup>, ex. Veeco, Wyko NT 9100) and micro-Raman spectroscopy (Horiba Jobin Yvon HR800, laser  $\lambda$ =514.5 nm), respectively. The arithmetic roughness parameter S<sub>a</sub> (nm) and the zirconia monoclinic phase volume content V<sub>m</sub> (%) were measured on distinct areas, which were first delimited by optical inspection. Wear stripe patterns, caused by micro-separation, were defined as worn areas while the remaining head surface represented unworn areas. On each area, at least 10 measurements were performed and uniformly distributed by rotation of the femoral head. The wear volume release associated with the wear stripes formation was calculated by a method based on 3D profilometry and Matlab<sup>®</sup> analysis (Perrichon et al., 2016). At the end of the procedure, images of the worn areas were obtained by scanning electron microscopy (ZEISS SUPRA 55 VP).

In order to investigate and predict materials performance, a relation between the actual testing time and the estimated simulated time was established for each device, Table 4.1. Typically, 1,000,000 cycles on a hip-walking simulator represent one year of use (Morlock et al., 2001). The shock machine allows reproducing short but intense daily life activities of high mechanical load, typically walking up and down stairs. Performing experimentally 100,000 shocks would represent one year of human activity, based on the assumption that fifteen stair steps are taken by an active patient eighteen times a day. To highlight the potential effect of hydrothermal alteration we assumed here that one hour in an autoclave represents one year *in vivo*.

Various test conditions were conducted to achieve different goals: (i) to reproduce and identify any potential combined effects between different degradation mechanisms (ii) to quantify the damage caused by each degradation mechanism and (iii) to find the best way to reproduce experimentally *in vivo* environment. The new testing procedure involved the three degradation mechanisms considered here: hip joints were repeatedly subjected to 500,000 cycles on a hip-walking simulator, 50,000 shocks at 6 kN and half an hour in an autoclave (Figure 4.2). With this sequence, the total *in vivo* simulated time reached an equivalent of 6 years for 12 cycles.

**Table 4.1:** For each experimental device, estimation of in vivo simulated time as a function of in vitro actual testing time.

Experimental device	In vitro actual testing time	In vivo simulated time
Hip-walking simulator	1,000,000 cycles	1 year
Shock machine	100,000 shocks	1 year
Ageing in an autoclave	1 hour	1 year



**Figure 4.2:** Sequence chosen for testing ceramic hip joints: bearings are successively subjected to a hip-walking simulator, a shock machine and hydrothermal ageing in an autoclave. The procedure allows analyzing the femoral head surfaces by non-destructive techniques between each step. Each cycle represents an estimated 6 months of use, for a total of 6-year equivalent over the 12 cycles performed.

In addition, long-term hydrothermal ageing (up to 360 hours in an autoclave) was performed to investigate the materials resistance to low temperature degradation only, and 15 years of intense activities were simulated by performing 1.5 M shocks at 6 k N. Effects of extremely severe shocks (9 kN) combined with hydrothermal ageing were described previously (Perrichon et al., 2016).

## 2.2.3. Examination of explanted bearings

Retrieved implants were analysed using the same characterization protocol as on experimental components. Worn areas were defined by optical inspection and imaged by scanning electron microscopy; surface roughness ( $S_a$  parameter) and zirconia monoclinic phase volume content ( $V_m$ ) were measured distinctly within and outside worn areas (Perrichon et al., 2016).

## 2.3. Results

## 2.3.1. New testing procedure: effects of different degradation mechanisms

## 2.3.1.1. Wear mechanisms and quantification

The procedure first involved a sequence on the hip-walking simulator, i.e. 500,000 cycles. No wear damage and no increase of surface roughness were observed on the femoral head surface. The average value of  $S_a$  was 13 nm, for analysed areas of about 0.4 mm x 0.6 mm. The next step of the procedure involved 50,000 shocks at 6 kN on the shock machine. Wear stripes were formed on the femoral head surface and on the rim of the cup due to shocks between the two components. On the femoral head, the width of the stripes reached up to 1.5 mm. The surface roughness increased significantly within the stripes to an average of 30 nm; it remained constant outside of the stripes. Hydrothermal ageing in an autoclave was then performed and no increase of surface roughness or evolution of damage was observed.

In the following loops, qualitative observations showed that the wear stripes width mainly increased during sequences on the shock machine. It reached up to 2.5 mm at the end of the procedure, i.e. after simulating 6 *in vivo* years. Surface roughness remained constant outside of the stripes, with an average value of 13.5 nm. No damage or increase in damage was detected by optical inspection after steps using the hip-walking simulator (Figure 4.3).

In order to quantify and compare the damage caused by each device, we measured the worn volume released from the wear stripes after each sequence on the hip-walking simulator and the shock machine, assuming hydrothermal ageing did not induce increase of wear volume. The estimated relative uncertainty was 10%.

Most of the worn volume was released during the first sequences on the shock device (Figure 4.4), while friction on the hip-waking simulator had negligible effect. The increase of wear volume was progressively less rapid and the effects of both devices were similar with increasing time.



**Figure 4.3:** Images of a wear stripe pattern, taken at the same position, before (left) and after (right) a step on the hip-walking simulator show no increase of surface damage.



**Figure 4.4:** Evaluation of the worn volume released from the wear stripes during transitions after each round on the hip-walking simulator and the shock machine: wear volume evolution with increasing in vivo simulated time.

Wear rates (Figure 4.5) show that the shock machine contributed to an average wear rate of  $0.03 \text{ mm}^3$ /year, i.e. 93% of the total wear, and the hip-walking simulator 0.003 mm $^3$ /year, demonstrating that effects of shocks and micro-separation conditions dominate wear degradation.



**Figure 4.5:** Evaluation of the worn volume released from the wear stripes during transitions after each round on the hip-walking simulator and the shock machine: average wear rates calculated for each device and for the whole procedure.

## 2.3.1.2. Zirconia phase transformation

Long-term artificial ageing in an autoclave was performed independently to investigate the effects of hydrothermal alteration on ZTA materials. For this purpose, the zirconia phase transformation extent was evaluated by quantifying the increase of monoclinic phase volume content ( $V_m$ , %) and surface roughness ( $S_a$ , nm) on femoral head surfaces (Figure 4.6).  $V_m$  reached up to 25% after 360 hours in an autoclave while the surface roughness remained constant at about 13 nm. In order to predict the material performance in conditions of use, it is more adequate to consider the material behaviour up to 30 hours in an autoclave (360 hours would represent hundreds of years and is by far too long for such consideration). After 30 hours in an autoclave,  $V_m$  averaged 14%, which is less than 5% variation compared with as-received samples.



**Figure 4.6:** Long-term hydrothermal ageing of ZTA femoral head: evolution of the zirconia monoclinic phase volume content  $V_m$  (%) and the surface roughness parameter  $S_a$  (nm) with increasing in vivo simulated time.

On the hip-walking simulator and the shock devices, femoral heads were subjected to various mechanical stresses, which are also capable of enhancing zirconia phase transformation (Piconi and Maccauro, 1999). During the procedure, we measured the monoclinic phase content on the component surfaces, within the worn areas (i.e. wear stripes) and unworn areas (Figure 4.7).

The first round on the hip-walking simulator induced no significant increase of  $V_m$ , which remained constant at around 10%. The next step involved 50,000 shocks and led to a significant increase of  $V_m$  within the wear stripes: the average value reached more than 30%. After the initial step of shock and until the end of the procedure, the average values of  $V_m$  did not significantly increase within the wear stripes. This phenomenon had already been observed in our previous study, in which shocks were performed at 9 kN (Perrichon et al., 2016). A plateau was also reached from the first shocks performed here at 6 kN. It was attributed to the successive transformation and wear of zirconia layers at a similar rate on the surface of the wear stripes. Finally, it can be pointed out that the standard deviation of  $V_m$  within the wear stripes was high (it averaged approximatively 10%) compared with other areas. Variability is likely associated with the heterogeneity of the surface roughness (up to hundreds of nm locally) inside the stripe that results from a distribution of the contact

stresses during shocks. A previous study showed that  $V_m$  along the stripe width shows no specific evolution (Perrichon et al., 2016).

Unworn areas experienced a slight increase of  $V_m$  with increasing simulated time, consistent with the hydrothermal alteration time in the autoclave. Zirconia phase transformation associated with hydrothermal ageing and friction effects from hip-walking simulator test is thus negligible when compared with that induced by the shock machine.



**Figure 4.7:** Surface zirconia monoclinic phase volume content  $V_m$  (%) measured after the sequences on the hip-walking simulator and the shock machine, either inside wear stripes or on the unworn area.

#### 2.3.2. Correlation between experimentally tested and retrieved components

#### 2.3.2.1. Wear damage observation

We compared the wear patterns observed on the surface of five retrieved femoral heads (four ZTA and one yttria stabilized zirconia) with the ones on the *in vitro* samples. Comparable macroscopic features were found (Figure 4.8). Worn areas were delimited by optical inspection and they were characterized by a significant increase of surface roughness compared to unworn areas (Perrichon et al., 2016).



**Figure 4.8:** Optical images of wear patterns on ceramic femoral head surfaces: experimentally formed during sequences on the shock machine (left) and observed on a retrieved head (right).

On the retrieved implants, despite slight variations, the wear stripes were elliptical (with average 21 mm major axis and 10 mm minor axis). *In* vitro tested implants led to thinner and rougher scars, whose major and minor axes were respectively 34 and 3 mm at the end of the tests and did not depend on the mechanical load imposed on the shock machine (6 or 9 kN). It was not possible to measure the stripes depth accurately because of the implants spherical shape. It has already been suggested that the mechanical stresses may be more spatially distributed (on the femoral head) *in vivo* than on the shock machine. In the experimental procedure, sequences on the hip-walking simulator did not cause significant wear damage change. Thus the difference in dimensions between worn pattern in retrieved and *in vitro* tested implants might be due to a much larger range of *in vivo* motion and contact surface: *in vivo* shocks can occur over a larger area whereas, on the shock machine, their location is tightly constrained by the precision of the mechanical assembly.

At the end of the experimental procedure, *in vitro* wear stripes were characterized by scanning electron microscopy and compared with *in vivo* ones (Figure 4.9). The microscopic features observed on both types of component were comparable. They revealed grains and grain aggregates pulled-out by intergranular fracture. Some remaining grains have been crushed and deformed on the surface.



**Figure 4.9:** SEM images of wear patterns on ceramic femoral head surfaces: experimentally formed during sequences on the shock machine (left) and observed on a retrieved head (right).

#### 2.3.2.2. Zirconia phase transformation

The extent of zirconia phase transformation on retrieved femoral heads was examined elsewhere (Perrichon et al., 2016). Since the initial state of every explant was unknown and may vary from one explant to another, it was not possible to identify potential effects of *in vivo* hydrothermal alteration. However, on the five retrieved heads the wear stripes exhibited significantly higher monoclinic phase content than other areas (difference of  $21.3 \pm 2.5\%$ ).

The observation of a relative difference in  $V_m$  values between worn and unworn regions allowed comparing quantitatively experimental and retrieved components (Figure 4.10). Experimentally, both worn and unworn areas exhibited nearly constant monoclinic phase content with increasing simulated time (Figure 4.7). This trend was also observed in a previous study where bearings were tested on the shock machine under a different load condition, at 9 kN (Perrichon et al., 2016). We calculated the difference in  $V_m$  values between the two types of area among all experimentally tested components. The difference obtained after performing shocks at 6 and 9 kN averaged at 25% and 30%, respectively. A significant difference was observed between *in vitro* severe conditions (9 kN) and retrieved implants with 21% increase in transformation. The tests performed at 6 kN lie closer to those of retrieved explants, and showed higher variability.



**Figure 4.10:** Averaged zirconia monoclinic phase volume content relative differences measured between the interior of the wear stripes and other areas after performing shocks at 9 kN and 6 kN. Comparison with the averaged value obtained on retrieved femoral heads.

#### 2.4. Discussion

#### 2.4.1. The new testing procedure

Only few retrieval studies have reported the observation of wear patterns on ZTA hip joint components (Affatato et al., 2012; Clarke et al., 2009; Kurtz et al., 2014; Lombardi et al., 2009). This phenomenon is better documented on other ceramic materials (Affatato et al., 2012; Clarke, 2006; Magnissalis et al., 2001; Nevelos et al., 1999; Shishido et al., 2006; Stewart et al., 2001; Walter et al., 2004; Yamamoto et al., 2005). Standard hip-walking simulators do not allow reproducing similar wear patterns. The introduction of micro-separation between head and cup has been identified as a key point to reproduce *in vivo* features. Wear stripes observed *in vivo* have thus been created experimentally by non-standard hip-walking simulators, which include micro-separation conditions and consist of impulse loading conditions at heel-strike. Ceramic composites (Al-Hajjar et al., 2013; Clarke et al., 2009; Stewart et al., 2003a) as well as alumina and stabilized zirconia materials (Al-Hajjar et al., 2016; Stewart et al., 2001, 2003b) have been tested under various and mixed combinations. Wear rates significantly higher than in standard simulated test mode are measured and allow comparing ceramic hip joints among themselves.

In order to separate the effects of micro-separation from other factors, a shock machine performing short time shocks of high mechanical stresses between head and cup is necessary (Uribe et al., 2012). In previous studies (Hausselle, 2007; Perrichon et al., 2016; Uribe et al., 2013), alumina, yttria stabilized zirconia and ZTA hip components have shown

different behaviors when submitted to shocks of high mechanical load (9 kN). In particular ZTA femoral heads exhibited wear patterns characterized by a sharp increase of zirconia monoclinic phase content, rapidly stabilized at a value 30% higher than the original monoclinic fraction (Perrichon et al., 2016). The comparison with retrieved implants suggested that the mechanical load applied during shocks at 9 kN might be too high.

We developed here a testing procedure in order to explore the combined effects of friction, shocks and hydrothermal ageing on recent ZTA hip joints. This procedure allows reproducing different daily life activities such as walking and climbing stairs. With the aim of reproducing better *in vivo* environment, we adjusted the mechanical load on the shock machine to 6 kN and compared with previous studies we added sequences on a hip-walking simulator.

## 2.4.1.1. Weak influence of the sequences on the hip-walking simulator

In previous studies involving only the shock machine (Perrichon et al., 2016; Uribe et al., 2013), the wear damage was observed only within the contact areas between head and cup as a result of lack of friction effects outside of these areas. In this study wear patterns were expected to spread as a consequence of friction effects during the hip-walking simulator sequences (abduction/adduction, external/internal rotation and flexion/extension movements, which are not reproduced on the shock machine). However, the damage on the femoral heads did not significantly increase during the hip-walking simulator sequences: the roughness values remained unchanged, no wear evolution was observed around the wear stripes (Figure 4.3) and the wear rate was ten times lower than during shock machine sequences (Figure 4.5). Thanks to the step-by-step procedure used here, we could determine independently the role of standard gait cycles (friction) and micro-separation (shocks) on the wear damage of ceramic bearings, which is not possible on improved hip-walking simulators including micro-separation conditions.

The evaluation of the zirconia phase transformation confirms the weak influence of hipwalking simulator sequences on the wear and ageing degradation of ZTA femoral heads. We did not notice any significant increase of V<sub>m</sub> after performing cycles on the hip simulator, both within and outside of the wear stripes (Figure 4.7). Few studies have already explored the change of V<sub>m</sub> under standard test conditions on hip-walking simulators, and most of them were conducted on materials that differ from the one tested here. Douillard et al. (Douillard et al., 2012) and Gremillard et al. (Gremillard et al., 2013) did not observe phase transformation occurring on ZTA femoral heads when wear is induced by hip-walking simulator only (normal walking), contrary to the behavior of yttria stabilized zirconia heads (Ikeda et al., 2012). They were also the first authors who took into account the combined effects of wear (hip simulator) and hydrothermal ageing (autoclave). Douillard et al. reported only a slight increase of V<sub>m</sub> (less than 1%) after submitting worn ZTA heads to 50 successive hours in an autoclave. By comparison, during artificial ageing, the kinetics of the transformation increased for previously worn yttria stabilized zirconia heads. Gremillard et al. conducted tests combining alternative sequences on a hip simulator and in an autoclave: ZTA materials were free from any combined effects of wear and ageing related to zirconia phase transformation. The same observation is made in our testing procedure, where only shocks enhanced the transformation. It has to be pointed out that the stress-assisted transformation induced by shocks is associated with toughening mechanisms and is beneficial in terms of material resistance to wear stripes propagation and failure. On the contrary, LTD i.e. phase transformation induced by hydrothermal alteration may be detrimental (Chevalier, 2006). The recent composite material tested here is not sensitive to such degradation for reasonable *in vivo* simulated time (Figure 4.6).

The use of non-standard hip-walking simulators including micro-separation conditions revealed different performance. Al-Hajjar et al. (Al-Hajjar et al., 2013) reported no increase of  $V_m$  on ZTA heads as well as on ATZ (alumina toughened zirconia composite) heads. Clarke et al. (Clarke et al., 2009) showed a significant increase of  $V_m$  within the wear patterns (from 13 to 29%) but also on the polar position of the head (up to 23%). The average value around the head reached up to 18%. It indicates that friction effects due to normal gait cycles could also be at the origin of a phase transformation. It is worth noting that micro-separation and friction effects were not performed independently in this study in comparison to the testing procedure developed here. Hence it did not allow determining the precise role of every mechanism, but it could also have highlighted the effect of their synchronous combination.

## 2.4.1.2. Shocks load controls hip joints degradation

In the procedure developed here, the sequences on the shock machine were at the origin of the main wear damage through the formation of wear stripes characterized by wear volume release and increase of zirconia monoclinic phase content (Figure 4.4 and Figure 4.7). The influence of shocks intensity has been investigated by varying the imposed load, which is directly related to patient weight and activities. An average wear rate has been obtained for every condition after repeating experiments. It decreased from 0.46 mm<sup>3</sup>/year at 9 kN (Perrichon et al., 2016) to 0.06 mm<sup>3</sup>/year at 6 kN (Figure 4.11). The two load conditions resulted in significantly different wear volume release, in spite of some variability among the different tests for every specific load. So far, we only investigated the influence of the load condition. The micro-separation value may be another parameter to be taken into consideration in order to improve prediction of wear and prosthesis durability from experiments.

Wear rates of the same order of magnitude have been obtained for other ZTA on ZTA bearings on hip-walking simulators with micro-separation conditions: Stewart et al. (Stewart et al., 2003a), Clarke et al. (Clarke et al., 2009) and Al-Hajjar et al. (Al-Hajjar et al., 2013) respectively reported volumetric-wear rates of 0.16, 0.2 and 0.14 mm<sup>3</sup>/year. Alumina on alumina couples showed higher wear volume release from 0.7 to 2 mm<sup>3</sup>/year (Al-Hajjar et al., 2013; Clarke et al., 2009; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2003b) while mixed combinations of alumina and ZTA materials laid in between (0.6 and 0.5 mm<sup>3</sup>/year in (Stewart et al., 2003a) and (Clarke et al., 2009)). The worst combination reported was zirconia on alumina bearings (5 mm<sup>3</sup>/year in (Stewart et al., 2003b)) and the most wear resistant one was ATZ on ATZ materials (0.06 mm<sup>3</sup>/year in (Al-Hajjar et al., 2013)). It is worth noting that the impact load was not specified in those studies and that the wear volume release was obtained through gravimetric methods. New tests on the shock machine under the same conditions and with other bearing combinations would allow comparing their rankings with the ones obtained on hip-walking simulators including micro-separation.



**Figure 4.11:** Average wear rates obtained from various tests performed on the shock machine: mechanical load varying from 6 to 9 kN.

#### 2.4.2. Correlation with in vivo behaviors

Explant wear patterns are, clinically, associated with edge loading (high contact between the femoral head and rim of the cup) mainly caused by vertical or lateral micro-separation. Wear stripes and patterns on retrieved ZTA femoral heads articulating against ceramic cups have been observed by few authors in the literature. Wear features are characterized by a significant increase of surface roughness; the reported evaluation of zirconia phase transformation showed some disparity. Clarke and Lombardi (Clarke et al., 2009; Lombardi et al., 2009) reported two cases of Biolox® Delta retrieved heads. A failed component revealed distinct worn areas on bearing surfaces. V<sub>m</sub> averaged at around 33% within those areas, while it reached almost 40% on fracture surfaces (V<sub>m</sub> was not reported on non-wear zones). A second case reported a difference of around 18% between non-wear and wear stripe zones. Affatato et al. (Affatato et al., 2012) analysed five cases of retrieved Biolox<sup>®</sup> Delta heads, which were distinguished according to their year of production. An increase of  $V_m$  (up to 20% of variation) was observed on most bearing surfaces compared to the border of the head, which was defined as the control area and must have been exposed only to the physiological environment. Two other cases (Boffelli et al., 2016) showed an increase of  $V_m$ within the main wear zones compared to non-wear areas. The relative difference between the two distinct areas averaged 10% and 17% for each case, respectively.

The analysis of retrieved hip joint components is sensitive to several factors such as patient health and activity, surgical technique, inclination of the cup and positioning, material
characteristics (design, year of production). Despite the low number of retrieval studies, the general trend suggests that the damage created experimentally here using 6 kN shocks is slightly more important that the one observed on in *vivo* components (Figure 4.10). The present study shows that shocks due to micro-separation are the main cause of wear damage on ZTA femoral heads, and raises question about the sole use of hip-walking simulators as a standard test for ceramic hip joints. Shocks have to be taken into consideration experimentally in order to reproduce *in vivo* environment more fairly, and should be introduced as an independent variable in developing the tribological standards of ceramic hip joints.

### 2.5. Conclusion

The experimental investigation of the wear and ageing degradation of ZTA hip joint bearings highlights two major results: (i) the effects of hip-walking simulator and hydrothermal ageing tests are insignificant on ZTA bearings and (ii) shocks due to micro-separation control the wear damage through the formation of wear patterns, which are characterized by increasing surface roughness and zirconia monoclinic phase content. By following the same characterization protocol, the analysis of retrieved femoral heads revealed comparable wear features. It demonstrates the decisive role of micro-separation on ZTA hip joints degradation, *in vivo* as well as *in vitro*. This study was restricted to the most established commercially available composite used in orthopedics. Such shock tests could be used *a priori*, at least in addition to standard wear tests, to qualify new ZTA composites launched in the market before their clinical use.

# Chapitre 5 : Compréhension des mécanismes de dégradation et prédiction du comportement à long terme du matériau ZTA

Ce dernier chapitre s'applique à présenter une caractérisation approfondie des implants testés expérimentalement. Cette caractérisation a permis d'améliorer la compréhension des mécanismes de dégradation du composite ZTA. La finalité est une meilleure prédiction du comportement à long terme de ce matériau in vivo.

# Le contenu de ce chapitre est confidentiel.

# Discussion générale

L'objectif de ce travail de thèse était de réaliser plusieurs combinaisons de tests expérimentaux dans le but d'affiner des procédures de tests capables de reproduire dans les plus proches conditions l'environnement *in vivo* auquel un couple prothétique CoC est soumis et ainsi prédire le comportement à long terme du matériau composite ZTA Biolox<sup>®</sup> *delta*.

### Travail expérimental

Le travail expérimental a été basé sur trois équipements qui permettent de reproduire chacun spécifiquement un des trois modes de dégradation principaux identifiés pour les couples CoC : les frottements ayant lieu au cours de la marche, entre la tête fémorale et la cupule (simulateur de marche, test d'usure standard) ; les chocs en condition de décoaptation (machine de chocs) ; le vieillissement à basse température des matériaux (autoclave). Plusieurs combinaisons de tests, pour certaines inédites, ont été réalisées. L'originalité de ces combinaisons se trouve dans le caractère individuel de chacun de ces tests. En particulier, on a montré que lors des tests de chocs, la dégradation des matériaux se concentre localement au niveau des bandes d'usure, caractéristiques de la condition de décoaptation (par exemple, la rugosité de surface du matériau n'a pas évolué au-delà de ces bandes). Les phénomènes de frottement sur la machine de chocs sont donc négligeables. Grâce à ces trois équipements, il a donc été possible d'évaluer le degré de dégradation engendré par chacun de ces modes de dégradation et les possibles effets des uns sur les autres.

L'évaluation du taux d'usure volumique, de la rugosité de surface, du taux de phase monoclinique et des propriétés mécaniques locales a permis de comparer quantitativement la dégradation, sur le plan de l'usure et du vieillissement, engendrée par chaque test (test d'usure, chocs et vieillissement). Le matériau étudié est résistant au phénomène de vieillissement à basse température, même dans les conditions expérimentales les plus sévères (plusieurs centaines d'heures en autoclave). La propagation de la transformation de phase de la zircone est limitée : le taux de phase monoclinique s'élève de 10 à 15 % au bout de 10 heures en autoclave (soit 20 à 40 ans in vivo) et atteint 25 % au bout de 360 heures. Les caractéristiques tribologiques et mécaniques du matériau sont conservées. Le test d'usure standard est à l'origine d'une faible (voire négligeable, par comparaison aux chocs) libération de débris d'usure : 0,003 mm<sup>3</sup>/an contre 0,06 et 0,46 mm<sup>3</sup>/an pour les chocs à 6 et 9 kN respectivement. Il induit un état de dégradation inhomogène sur la surface des matériaux localement caractérisé par des arrachements de grains surfaciques ; le volume du matériau n'est pas affecté. Les chocs dominent significativement la dégradation des matériaux avec la formation des bandes d'usure impliquant l'arrachement de plusieurs couches de grains successives. Au niveau de ces zones d'usure, les chocs induisent la majeure partie des débris libérés, l'état de surface le plus dégradé (rugosité élevée dans les bandes) et modifient la réponse mécanique du matériau (baisse de la dureté et éventuellement du module de Young aux plus fortes charges imposées, soit à 9 kN). La transformation de phase de la zircone est mécaniquement induite localement au niveau des bandes d'usure. Enfin, on note qu'aucune rupture de matériau n'a été observée, même dans les conditions les plus sévères de chocs.

Les différentes combinaisons de tests n'ont permis de déceler aucun des effets potentiellement attendus d'un mode de dégradation sur un autre. La dégradation, sur le plan de l'usure, créée par les chocs et dans une moindre mesure par les effets de frottement (test d'usure) n'a pas accéléré le vieillissement à basse température des matériaux. Le test d'usure sur simulateur de marche, dans les conditions standards, n'est pas capable de reproduire des zones d'usure telles que celles formées au cours des tests de chocs, pour les matériaux céramiques. En revanche, on aurait pu s'attendre à ce que les frottements induits au cours de ce test affectent l'état de surface dans et autour de bandes d'usure préalablement créées par les chocs puisque ces zones présentent a priori une résistance à l'usure plus faible (baisse de la dureté et élévation de la rugosité). Cette combinaison de test incluant séparément le simulateur de marche et un équipement capable de reproduire la décoaptation et les chocs qui en découlent est inédite. Elle met en avant la faible contribution de l'environnement mécanique expérimental standard (test d'usure sur simulateur de marche) à la dégradation par usure du couple prothétique en céramique, aussi bien par la comparaison des volumes d'usure (ci-dessus) que par l'analyse de l'état de dégradation des surfaces. Ceci apporte de nouveaux éléments de discussion relatifs à la question de la pertinence du test normalisé ISO 14242-1 pour les implants en céramique.

La finalité de ce travail était d'ajuster des conditions de tests expérimentaux afin de se rapprocher au plus près du comportement in vivo. Le lien in vitro - in vivo a été établi grâce à l'analyse d'une série d'explants. Ces derniers ont montré en surface la présence de bandes d'usure présentant des similarités avec celles créées lors des tests (ou séguences lors d'une combinaison) sur la machine de chocs. Expérimentalement, introduire une condition de décoaptation (machine de chocs (Uribe et al., 2013) ou simulateur de marche modifié pour reproduire la décoaptation (Al-Hajjar et al., 2013; Clarke et al., 2009; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2003)) est aujourd'hui l'unique solution pour former ces bandes d'usure caractéristiques et principales causes de la libération de débris d'usure. L'analyse des surfaces a mis en avant l'hétérogénéité de ces débris. Ils sont causés par des fissures intraet inter- granulaires au niveau des bandes ; leur taille et leur forme sont susceptibles de varier sensiblement. Par comparaison, le test d'usure standard induit localement des arrachements de grains en dehors des bandes d'usure : la taille et la forme des débris libérés seraient plus homogènes. Cette observation accentue l'importance de l'introduction de la décoaptation dans les tests expérimentaux en particulier lorsque ceux-ci ont pour objectif d'analyser in fine les réactions biologiques entraînées par les débris d'usure libérés ; ces réactions dépendent en effet de leurs caractéristiques géométriques.

Le protocole d'analyse des explants développé a permis de réaliser une comparaison quantitative entre les caractéristiques des bandes d'usure créées *in vitro* et celles engendrées *in vivo*. Afin de s'affranchir des données cliniques manquantes et de la variabilité des explants (génération du matériau, spécificités patient et chirurgien, etc.), le taux de phase monoclinique en surface a été évalué de façon relative et non absolue. La présence d'un palier pour ce taux au niveau des bandes d'usure a permis d'établir une corrélation *in vitro* – *in vivo* indépendante du temps (de test ou d'implantation). Expérimentalement, la force d'impact imposée sur la machine de chocs contrôle en partie l'occurrence de la transformation de phase. Une force de 9 kN, induisant une élévation du taux de phase monoclinique de 30 % dans les bandes, semble élevée par rapport aux conditions de l'environnement *in vivo* (20%) ; à 6 kN (25%) on se rapproche de ces conditions.

L'étude comparative des bandes d'usure *in vitro* et *in vivo* a aussi mis en avant certaines différences entre ces deux types de bandes. Au sein de celles-ci, la rugosité de surface est significativement plus élevée pour les implants testés expérimentalement. Les bandes expérimentales sont aussi moins étendues que les bandes *in vivo*. Ceci suggère une concentration des contraintes mécaniques spatialement limitée expérimentalement et qui est attribuée à la rigidité et au manque de mobilité au cours des tests de chocs. L'ajout de séquences sur le simulateur de marche, incluant plusieurs mouvements angulaires, n'a pas eu d'effet sur les caractéristiques de ces bandes. Il est donc sans doute nécessaire d'ajuster autrement les procédures expérimentales sur la machine de chocs afin de distribuer plus largement les contraintes mécaniques.

Un des objectifs de ce travail de thèse était de prédire le comportement à long terme, à partir de tests expérimentaux, d'un couple prothétique. Les tests réalisés permettent de simuler de façon accélérée des mécanismes de dégradation rencontrés in vivo. Des relations, entre la durée d'un test expérimental et la durée réelle qu'il simule, ont été établies. La qualification du comportement à long terme implique la notion de temps. Les procédures de tests réalisées ne sont pas temporellement équivalentes : par exemple, 15 années in vivo ont été simulées lors des tests individuels de chocs et 6 années lors de la combinaison des trois types de tests étudiés. L'évolution du taux d'usure engendré par chacun de ces tests a mis en avant l'apparition de deux phases d'évolution : une phase initiale, ou de rodage, au cours de laquelle l'usure des matériaux est la plus élevée ; et une seconde phase, symbolisant un régime d'usure quasi constant. On suppose ainsi que le comportement des matériaux dans cette seconde phase est représentatif de leur comportement à long terme. Finalement, les chocs en condition de décoaptation exhibent les phases d'évolution les plus distinctes entre elles. Ceci suggère que les activités intenses et traumatiques sont à particulièrement éviter durant la phase de rodage, c'est-à-dire dans les premiers mois (ou années) postopératoires, pour les patients qui présentent une décoaptation ; l'amplitude de cette décoaptation joue sans doute également un rôle important.

### Les matériaux composites ZTA

Le comportement d'un matériau composite ZTA a été étudié en réponse aux diverses sollicitations auxquelles il est soumis *in vivo*. Ce type de matériau, en pleine expansion sur le marché orthopédique, subit encore aujourd'hui la comparaison avec la zircone, matériau sensible au phénomène de vieillissement à basse température qui est susceptible d'entraîner sa rupture prématurée. Dans ce travail, les tests de vieillissement accéléré ont mis en avant la stabilité chimique du composite ZTA testé et sont représentatifs de son comportement à long terme. En particulier, les propriétés mécaniques locales et tribologiques ne sont pas affectées par ce mode de dégradation, contrairement à ce qui a été rapporté pour la zircone. La matrice d'alumine joue donc son rôle qui est celui de limiter et stopper la propagation de la transformation de phase, notamment dans le volume du matériau.

Les composites ZTA ont été développés comme une alternative à l'alumine, dont les premières générations d'implants avaient été affectées par des taux de rupture élevés. Le travail expérimental mis en œuvre sur la machine de chocs illustre la résistance mécanique à la rupture du matériau ZTA étudié, au cours de tests simulant des conditions mécaniques *in vivo* très sévères : la force appliquée de 9 kN correspond théoriquement à 600 % du poids du corps pour un patient de 150 kg, soit la charge éventuellement appliquée au cours d'une montée ou descente rapide (course) d'escalier.

La résistance à l'usure du matériau ZTA a été analysée au cours de tests de chocs, identifiés comme le mécanisme principal de dégradation. L'ordre de grandeur des volumes d'usure mesurés a été comparé à ceux rapportés dans la littérature (condition de décoaptation). notamment sur des matériaux alumine. Cette comparaison révèle une libération de débris d'usure moins élevée pour les couples ZTA que pour les couples alumine. L'analyse comparative des explants dans cette étude (annexe) met en avant des bandes d'usure plus étendues et plus ruqueuses sur les implants en alumine par rapport à ceux en ZTA. Expérimentalement, l'origine de ces bandes a été associée à des phénomènes de fissuration à la surface et sous la surface des matériaux, en réponse aux contraintes mécaniques appliquées au cours des chocs. Les mécanismes de renforcement qui accompagnent la transformation de phase de la zircone et dont le rôle est de limiter la propagation des fissures sont une possible explication à la plus faible dégradation par usure (au niveau des bandes) observée pour ce matériau. Cette hypothèse est confortée par le fait qu'une transformation de phase mécaniquement et localement induite au niveau des bandes d'usure ait été observée aussi bien sur les implants testés in vitro que sur les explants. L'occurrence de la transformation de phase n'est donc pas rédhibitoire pour un matériau composite ZTA. Il est même nécessaire de s'assurer de son action contre la propagation des fissures puisque celles-ci sont à l'origine de l'altération de la réponse mécanique du matériau et de la libération des débris d'usure. Ces deux phénomènes étant sans doute liés puisque la dureté d'un matériau influe sur sa résistance à l'usure (chapitre 1).

La dégradation induite sur le matériau ZTA au cours des tests de chocs croît avec la force appliquée. Cette observation, *a priori* peu surprenante, conforte le rôle du type d'activité réalisé, en application, sur la dégradation engendrée. Les volumes d'usure et la baisse des propriétés mécaniques locales, au niveau des bandes d'usure, sont plus élevés à 9 kN qu'à 6 kN. L'existence d'un seuil potentiel entre ces deux intensités a été évoquée ; il est cependant nécessaire de le préciser. Cet élément semble primordial afin de déterminer la gamme d'activités qu'il est possible de réaliser de façon répétée et en condition de décoaptation pour un couple de matériaux ZTA.

# Conclusion générale

# Synthèse générale

Ce travail de thèse a consisté en la réalisation de plusieurs tests expérimentaux et de leurs combinaisons, pour certaines inédites, dans le but d'affiner des procédures de tests capables de reproduire les dégradations engendrées *in vivo* sur un couple prothétique CoC. L'impact de trois modes de dégradation principaux, sur le plan de l'usure et du vieillissement, a été évalué à long terme pour le matériau composite ZTA Biolox<sup>®</sup> *delta*.

Ce matériau est résistant au phénomène de vieillissement à basse température, qui constitue le désavantage principal des implants contenant de la zircone. Les effets de frottement reproduits au cours du test d'usure standard sur simulateur de marche sont négligeables sur ce type de matériau. Les chocs en condition de décoaptation dominent la dégradation avec la formation de bandes d'usure associées à une libération de débris d'usure, une baisse locale des propriétés mécaniques et une transformation de phase de la zircone. Celle-ci est induite mécaniquement et participe positivement au renforcement du matériau. Les corrélations établies entre les dégradations créées expérimentalement et celles observées sur les explants posent la question de la pertinence du test d'usure standard pour les implants en céramique. L'introduction de la décoaptation dans les tests expérimentaux est primordiale dans l'objectif de reproduire les conditions les plus sévères de l'environnement *in vivo*.

## Perspectives

### In vitro = in vivo?

Ce travail expérimental a permis d'apporter plusieurs éléments de réponse à la question : « comment mieux reproduire expérimentalement l'ensemble de l'environnement *in vivo* ? ». Ces éléments pourraient être pris en compte dans la conception d'un nouvel équipement expérimental permettant de mieux simuler les sollicitations rencontrées en application ; à défaut ils pourraient contribuer à l'amélioration des procédures de test sur la machine de chocs.

Ce travail a mis en avant la nécessité de l'introduction de la décoaptation dans les tests expérimentaux appliqués aux couples CoC. De premières investigations portant sur l'influence de la valeur de la force d'impact imposée ont été menées et pourraient être prolongées afin de valider l'existence d'un seuil entre 6 et 9 kN et de le préciser. L'amplitude de décoaptation est un second paramètre qu'il serait nécessaire de faire varier ; dans des conditions expérimentales similaires (fréquence et durée des chocs), cette amplitude contrôle la vitesse d'impact et donc les énergies mises en jeu.

Plusieurs observations ont permis de relever la question de la pertinence du test d'usure standard sur simulateur de marche puisque celui-ci ne permet pas de reproduire les sollicitations les plus sévères potentiellement appliquées *in vivo*. La dégradation engendrée au cours de ce test est faible et négligeable par rapport à celle induite par les chocs ; elle est caractérisée par des arrachements de grains surfaciques, localement. Il semble cependant important de conserver la possibilité de simuler expérimentalement les mouvements

angulaires qui sont présents en application. A défaut d'une introduction au sein même d'un nouvel équipement expérimental (la complexité de mise en œuvre augmente avec le nombre de degrés de liberté), ce test d'usure pourrait en être complémentaire afin de reproduire une plus large gamme de sollicitations.

La dissemblance la plus marquée entre les bandes d'usure *in vitro* et *in vivo* est leur forme : les bandes *in vivo* sont sensiblement plus étendues. Elle a été attribuée à une faible distribution des contraintes mécaniques au cours des tests expérimentaux sur la machine de chocs. Ces contraintes se concentrent spatialement au niveau de la ligne de contact entre les deux composants ce qui conduit à la formation de bandes d'usure fines. L'influence de l'inclinaison de la cupule (sur un test par rapport à un autre) a déjà été étudiée dans la littérature. Il serait intéressant d'étudier l'influence de la variation de l'inclinaison de la cupule (ou de la tête selon le schéma expérimental) au cours d'un même test. On peut imaginer que ce degré de laxité supplémentaire permette à la tête de rouler davantage dans la cupule entre chaque choc et ainsi de créer une surface de contact (au lieu d'une ligne de contact) sur la durée totale d'un test. On peut également noter que le travail expérimental jusqu'à présent réalisé était fortement focalisé sur l'analyse des têtes fémorales (du fait de leur convexité) : le développement de protocoles d'analyse des cupules pourrait permettre d'apporter des éléments complémentaires, en particulier si l'inclinaison de ces dernières est modifiée.

### Les débris d'usure

Lors de la combinaison de tests, les séquences sur la machine de chocs génèrent la majeure partie des débris d'usure libérés. Ceux-ci sont confinés dans une solution de lubrification qui est remplacée entre chaque séquence de test. Ces débris sont donc perdus d'une séquence à une autre et en particulier lors des séquences sur le simulateur de marche. Il pourrait ainsi être intéressant de conserver la même solution de lubrification d'un test à un autre afin d'étudier l'influence de ces débris sur l'usure provoquée par frottement au cours des cycles de marche. La dégradation dans le temps de la solution de sérum bovin est cependant difficilement évitable. Il serait donc nécessaire d'utiliser d'abord une solution pérenne telle que l'eau pour une première investigation. Une seconde solution pourrait consister à récupérer les débris d'usure entre chaque séquence de test et à les réintroduire dans la solution de lubrification fraîche.

La collection des débris d'usure est une voie d'étude qu'il semble important de suivre. Ce travail a mis en avant l'existence de fissures intra- et inter-granulaires sur la surface des implants qui suggère une hétérogénéité (taille et forme) des débris libérés. La caractérisation de ces débris associée à l'étude des réactions biologiques qu'ils entraînent permettrait de mieux comprendre et d'estimer le risque qu'ils représentent en application. Plusieurs solutions sont envisageables : insérer ces débris au sein de cultures cellulaires impliquant par exemple des cellules ostéoclastiques ou bien insérer ces débris *in vivo* chez l'animal, tel que la souris.

### Les matériaux

Ce travail de thèse s'est focalisé sur un couple prothétique CoC constitué de deux composants (tête fémorale et cupule) formés par le même matériau composite aluminezircone. La démarche expérimentale proposée ici pourrait être appliquée à d'autres types de matériaux. Les combinaisons mixtes (tête et cupule formées d'un matériau différent) ont jusqu'à présent peu été étudiées. Elles pourraient être composées par les deux types de céramiques qui dominent aujourd'hui le marché, l'alumine et les composites ZTA, ainsi que par d'autres solutions alternatives telles que les composites ATZ. La connaissance du comportement de ce type de combinaison peut s'avérer particulièrement utile lors d'une opération de révision partielle chez un patient jeune. En ce qui concerne l'alumine, il serait notamment intéressant de mesurer l'évolution de ses propriétés mécaniques locales au niveau des bandes d'usure ; un aspect de ce matériau qui n'a pas ou peu été rapporté dans la littérature. Ceci permettrait, par comparaison, de quantifier l'action du mécanisme de renforcement par transformation de phase dans son rôle de limiter la propagation des fissures au sein des composites ZTA et éventuellement ATZ.

Cette démarche expérimentale pourrait également permettre de tester de nouveaux matériaux ou des matériaux en cours de développement et dont le comportement *in vivo* est donc parfaitement inconnu. Par exemple, le nitrure de silicium est une céramique dont l'une des potentielles applications se positionne dans le domaine de l'orthopédie (Bal and Rahaman, 2012).

Bien qu'en perte de popularité, on pourrait envisager de caractériser le comportement de couples MoM afin de les comparer au second type de couples dur/dur, c'est-à-dire les couples CoC. Les couples dur/mou tels que les couples MoP ou CoP sont eux moins sensibles aux phénomènes de chocs causés par une condition de décoaptation.

On note également que les couples prothétiques testés au cours de cette thèse étaient caractérisés par un même design. L'influence de facteurs géométriques tels que le diamètre de la tête fémorale sur l'usure engendrée par les chocs serait notamment à investiguer : la modification de ce diamètre engendre probablement une variation dans la distribution et l'amplitude des contraintes sur la tête et la cupule.

# Annexe A : Synthèse de l'analyse des explants

Cette annexe présente une synthèse de la caractérisation de l'ensemble des explants rendus disponibles dans ce travail de thèse. Par rapport aux données rapportées dans les chapitres 3 et 4, cette annexe permet notamment de comparer les caractéristiques d'usure des explants en alumine à celles des explants en ZTA.

## 1. Introduction

L'analyse des explants a pour objectif de donner une représentation des dégradations engendrées dans les conditions réelles d'application. La caractérisation des échantillons contenants de la zircone et qui présentent en surface des bandes d'usure (chapitres 3 et 4) a mis en évidence un lien entre ces bandes et l'occurrence de la transformation de phase de la zircone. On s'est intéressé ici aux différences observées, sur le plan de l'usure, entre les explants en alumine et ceux en ZTA.

## 2. Méthodologie

La caractérisation des explants a été réalisée de façon similaire à celle des implants testés expérimentalement, à l'aide des méthodes de caractérisation non destructives. L'ensemble des explants analysés est détaillé dans la table 2.2 : 10 explants en ZTA, 5 en alumine et 1 en zircone (Y-TZP). L'usure des matériaux en surface a été caractérisée par la rugosité de surface (paramètre  $S_a$ ) et par le degré d'extension des bandes d'usure (dimensions caractéristiques).

## 3. Résultats

La rugosité de surface a été déterminée indépendamment dans les bandes d'usure (lorsqu'elles sont présentes) et sur le reste de la surface des échantillons, c'est-à-dire les zones définies comme non usées. Ce protocole de mesure a été décrit au chapitre 3. Les trois types d'explants analysés n'ont pas montré de différence significative quant à la rugosité de surface dans les zones non usées, Figure A.1. La rugosité moyenne dans ces zones a atteint 23 nm pour les explants en ZTA, 31 nm pour ceux en alumine et 33 nm pour celui en zircone (un seul échantillon). En revanche, on observe une élévation de la rugosité dans les bandes d'usure significativement plus importante sur les explants en alumine par rapport à ceux en ZTA ; l'unique explant analysé en zircone s'est positionné entre ces deux types de matériaux. Dans les bandes d'usure, la rugosité moyenne a atteint 33 nm pour les composites ZTA contre 97 nm pour les matériaux en alumine (63 nm pour l'échantillon en zircone).



**Figure A.1:** *Rugosité de surface (paramètre* S<sub>a</sub>) *des explants.* 

Les dimensions moyennes des bandes d'usure (grand axe et petit axe d'une ellipse, Figure A.2) ont été mesurées sur les explants qui présentent ces zones d'usure caractéristiques ; ils représentent 44 % de la totalité des explants étudiés en ZTA contre 80 % de ceux en alumine. Ces derniers ont présenté des bandes d'usure significativement plus étendues (32 et 18 mm de moyenne pour le grand axe et petit axe respectivement) que celles observées sur les explants en ZTA (23 et 9 mm) ; l'explant en zircone a montré un comportement intermédiaire (24 et 17 mm), Figure A.3.



**Figure A.2:** Dimensions caractéristiques des bandes d'usure : grand axe (en noir) et petit axe (en gris) ; à gauche l'image d'un explant en ZTA (#4) et à droite celle d'un explant en alumine (#6).



Figure A.3: Dimensions des bandes d'usure (petit axe et grand axe) sur les explants.

## 4. Discussion et conclusion

Cette analyse d'explants suggère une dégradation par usure *in vivo* moins sévère pour les implants en ZTA par rapport à ceux en alumine. Malgré un nombre d'échantillons limité, cette étude a mis en évidence des caractéristiques d'usure significativement différentes entre ces deux types de matériaux qui constituent les principales céramiques sur le marché. En revanche, il n'a pas été possible de conclure quant au comportement des matériaux en zircone stabilisée ; l'explant analysé indique simplement un ordre de grandeur du degré de dégradation. Ces observations confortent les données expérimentales rapportées dans la littérature (chapitre I, partie 3.2.). Les bandes d'usure créées *in vitro* sur des implants en alumine ont été caractérisées par une forte rugosité (Al-Hajjar et al., 2013; Nevelos et al., 2000; Stewart et al., 2001; Uribe, 2012) et des dimensions plus élevées par rapport à celles mesurées sur des implants en ZTA (Uribe, 2012). Les mécanismes de renforcement associés à la présence de la zircone et sa transformation de phase au sein des composites ZTA sont une possible explication à la dégradation par usure moins sévère observée *in vivo* et *in vitro* sur ces matériaux par rapport à l'alumine.

# Annexe B : Productions scientifiques

Cette annexe présente une liste des productions scientifiques associées aux travaux de recherche réalisés au cours de la thèse.

## 1. Articles publiés

Perrichon, A., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2016). Effects of *in vitro* shocks and hydrothermal degradation on wear of ceramic hip joints: towards better experimental simulation of *in vivo* ageing. *Tribol. Int.* 100, 410-419.

Perrichon, A., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2017). A testing protocol combining shocks, hydrothermal ageing and friction, applied to Zirconia Toughened Alumina (ZTA) hip implants. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 65, 600-608.

### 2. Article en cours de rédaction

Perrichon, A., Liu, B. H., Chevalier, J., Gremillard, L., Reynard, B., Farizon, F., Liao, J.-D., Geringer, J. (2016). Understanding of wear degradation mechanisms on ZTA hip joints and potential consequences on the long-term performance *in vivo*.

### 3. Présentations orales

<u>Perrichon, A</u>., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2014). **Vieillissement des implants en céramique**, *in vivo* = *in vitro*? 4<sup>ème</sup> Séminaire CIMReV, Ecole des Mines de Saint-Etienne, France.

<u>Perrichon, A</u>., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2014). **Vieillissement de Prothèses Totales de Hanche (PTH) en céramique : enjeu de société.** *Journée ARC 'Bien vieillir', Université Lyon 2, France.* 

Perrichon, A., <u>Al-Saabi, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2015). **Some insights from ceramic hip joints**, *in vitro* = *in vivo*?  $42^{nd}$  *Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Lyon, France.* 

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2015). **Multi-physics testing of Zirconia Toughened Alumina (ZTA) hip implants. Reaching the correlation between the** *in vitro* and *in vivo* concerning degradations: wear and ageing. *6<sup>th</sup> International Conference on Mechanics of Biomaterials and Tissues (ICMoBT), Waikoloa, Hawaii, USA.* 

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2016). **A new multi-physics test developed to reach** *in vivo* mechanical degradation on bioceramic hip implants. 22<sup>nd</sup> Congress of the European Society of Biomechanics (ESB), Lyon, France.

### 4. Présentations posters

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2014). **Ageing of ceramic total hip prosthesis. Scientific and societal issues**. *Journée 'Innovez dans les implants', CETIM, Saint-Etienne, France.* 

<u>Perrichon, A</u>., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2014). **Vieillissement et usure de prothèse de hanche en céramique**. *Journée IFRESIS-RIS, MetroTech, Saint-Jean de Bonnefond, France.* 

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2014). **Ageing of ceramic total hip prosthesis. Scientific and societal issues**. *Congrès Matériaux, Montpellier, France.* 

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2014). Wear volume evaluation from 3D profilometry. Application to ceramic hip prosthesis wear degradation. *Congrès Matériaux, Montpellier, France.* 

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2015). **Vieillissement et dégradation des implants en céramique**, *in vivo* = *in vitro*? *4*<sup>ème</sup> *Rencontres Régionales Recherche-Industrie-Clinique Biomécanique ostéoarticulaire, Marseille-Luminy, France.* 

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2015). **Vieillissement des implants en céramique,** *in vivo = in vitro?* 1<sup>ère</sup> *journée annuelle 'Commission mixte Matériaux pour la Santé', Chimie ParisTech, Paris, France.* 

<u>Perrichon, A.</u>, Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2015). **Vieillissement et dégradation des implants en céramique**, *in vivo* = *in vitro*? *Journée de la recherche EDSIS, Ecole des Mines de Saint-Etienne, France.* 

# Références bibliographiques

Affatato, S., Spinelli, M., Zavalloni, M., Mazzega-Fabbro, C., and Viceconti, M. (2008). Tribology and total hip joint replacement: Current concepts in mechanical simulation. Med. Eng. Phys. *30*, 1305–1317.

Affatato, S., Traina, F., Mazzega-Fabbro, C., Sergo, V., and Viceconti, M. (2009). Is ceramic-on-ceramic squeaking phenomenon reproducible in vitro? A long-term simulator study under severe conditions. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *91B*, 264–271.

Affatato, S., Modena, E., Toni, A., and Taddei, P. (2012). Retrieval analysis of three generations of Biolox<sup>®</sup> femoral heads: Spectroscopic and SEM characterisation. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. *13*, 118–128.

Al-Hajjar, M., Leslie, I.J., Tipper, J., Williams, S., Fisher, J., and Jennings, L.M. (2010). Effect of cup inclination angle during microseparation and rim loading on the wear of Biolox<sup>®</sup> delta ceramic-on-ceramic total hip replacement. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *95B*, 263–268.

Al-Hajjar, M., Jennings, L.M., Begand, S., Oberbach, T., Delfosse, D., and Fisher, J. (2013a). Wear of novel ceramic-on-ceramic bearings under adverse and clinically relevant hip simulator conditions. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *101*, 1456–1462.

Al-Hajjar, M., Fisher, J., Williams, S., Tipper, J.L., and Jennings, L.M. (2013b). Effect of femoral head size on the wear of metal on metal bearings in total hip replacements under adverse edge-loading conditions. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *101B*, 213–222.

Al-Hajjar, M., Carbone, S., Jennings, L.M., Begand, S., Oberbach, T., Delfosse, D., and Fisher, J. (2016). Wear of composite ceramics in mixed-material combinations in total hip replacement under adverse edge loading conditions. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.

Anderson, T.L. (2005). Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications, Third Edition (CRC Press).

Arinero, R. (2005). Microscopie à force atomique. I. Généralités. Université Montpellier II.

Bal, B.S., and Rahaman, M.N. (2012). Orthopedic applications of silicon nitride ceramics. Acta Biomater. *8*, 2889–2898.

Bergmann, G., Graichen, F., and Rohlmann, A. (1993). Hip joint loading during walking and running, measured in two patients. J. Biomech. *26*, 969–990.

Bergmann, G., Deuretzbacher, G., Heller, M., Graichen, F., Rohlmann, A., Strauss, J., and Duda, G.. (2001). Hip contact forces and gait patterns from routine activities. J. Biomech. *34*, 859–871.

Bergmann, G., Graichen, F., and Rohlmann, A. (2004). Hip joint contact forces during stumbling. Langenbecks Arch. Surg. *389*, 53–59.

Berry, D.J., Harmsen, W.S., Cabanela, M.E., and Morrey, B.F. (2002). Twenty-five-Year Survivorship of Two Thousand Consecutive Primary Charnley Total Hip Replacements. J Bone Jt. Surg Am *84*, 171–177.

Boffelli, M., Doimo, A., Marin, E., Puppulin, L., Zhu, W., Sugano, N., Clarke, I.C., and Pezzotti, G. (2016). Chemically driven tetragonal-to-monoclinic polymorphic transformation in retrieved ZTA femoral heads from dual mobility hip implants. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. *56*, 195–204.

Boutin, P. (1971). Total arthroplasty of the hip by fritted aluminum prosthesis. Experimental study and 1st clinical applications. Rev. Chir. Orthop. Reparatrice Appar. Mot. *58*, 229–246.

Boyer, B., Philippot, R., Geringer, J., and Farizon, F. (2011). Primary total hip arthroplasty with dual mobility socket to prevent dislocation: a 22-year follow-up of 240 hips. Int. Orthop. *36*, 511–518.

Bozic, K.J., Kurtz, S.M., Lau, E., Ong, K., Vail, T.P., and Berry, D.J. (2009). The Epidemiology of Revision Total Hip Arthroplasty in the United States. J Bone Jt. Surg Am *91*, 128–133.

Bozic, K.J., Browne, J., Dangles, C.J., Manner, P.A., Yates, A.J., Weber, K.L., Boyer, K.M., Zemaitis, P., Woznica, A., Turkelson, C.M., et al. (2012). Modern Metal-on-Metal Hip Implants. J. Am. Acad. Orthop. Surg. *20*, 402–406.

Bradbury, S., Ford, B.J., and Joy, D.C. (2008). Scanning electron microscope (SEM). Encyclopædia Britannica<sup>®</sup>. https://global.britannica.com/technology/scanning-electron-microscope.

Bragdon, C.R., O'Connor, D.O., Lowenstein, J.D., Jasty, M., and Syniuta, W.D. (1996). The Importance of Multidirectional Motion on the Wear of Polyethylene. Proc. Inst. Mech. Eng. [H] *210*, 157–165.

Brand, R.A., Pedersen, D.R., Davy, D.T., Kotzar, G.M., Heiple, K.G., and Goldberg, V.M. (1994). Comparison of hip force calculations and measurements in the same patient. J. Arthroplasty *9*, 45–51.

Brockett, C., Williams, S., Jin, Z., Isaac, G., and Fisher, J. (2007). Friction of total hip replacements with different bearings and loading conditions. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *81B*, 508–515.

Butler, E.P. (1985). Transformation-toughened zirconia ceramics. Mater. Sci. Technol. 1, 417–432.

Callaghan, J.J., and Liu, S.S. (2009). Ceramic on Ceramic crosslinked polyethylene in total hip replacement: any better than metal on crosslinked polyethylene? Iowa Orthop. J. *29*, 1–4.

Callaghan, J.J., Albright, J.C., Goetz, D.D., Olejniczak, J.P., and Johnston, R.C. (2000). Charnley Total Hip Arthroplasty with Cement. J. Bone Jt. Surg. *82*, 487–487.

Catledge, S.A., Cook, M., Vohra, Y.K., Santos, E.M., McClenny, M.D., and Moore, K.D. (2003). Surface crystalline phases and nanoindentation hardness of explanted zirconia femoral heads. J. Mater. Sci. Mater. Med. *14*, 863–867.

Caton, P., and Papin, P. (2012). Typologie et épidémiologie des prothèses totales de hanche en France. E-Mém. Académie Natl. Chir. *11*, 1–7.

Cattani-Lorente, M., Scherrer, S.S., Ammann, P., Jobin, M., and Wiskott, H.W.A. (2011). Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. Acta Biomater. *7*, 858–865.

CeramTec (2010). Biolox delta-Nanocomposite for Arthroplasty: The Fourth Generation of Ceramics. Tribol. Arthroplasty.

Charnley, J. (1961). Arthorplasty of the hip: a new operation. The Lancet 277, 1129–1132.

Chevalier, J. (2006). What future for zirconia as a biomaterial? Biomaterials 27, 535–543.

Chevalier, J., Olagnon, C., Fantozzi, G., and Cales, B. (1997). Subcritical crack growth and thresholds in a 3Y-TZP ceramic under static and cyclic loading conditions. Ceram. Int. *23*, 263–266.

Chevalier, J., Cales, B., and Drouin, J.M. (1999). Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. J. Am. Ceram. Soc. *82*, 2150–2154.

Chevalier, J., Deville, S., Münch, E., Jullian, R., and Lair, F. (2004). Critical effect of cubic phase on aging in 3 mol% yttria-stabilized zirconia ceramics for hip replacement prosthesis. Biomaterials *25*, 5539–5545.

Chevalier, J., Gremillard, L., and Deville, S. (2007). Low-temperature degradation of Zirconia and implications for biomedical implants. In Annual Review of Materials Research, (Palo Alto: Annual Reviews), pp. 1–32.

Chevalier, J., Gremillard, L., Virkar, A.V., and Clarke, D.R. (2009a). The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends. J. Am. Ceram. Soc. *92*, 1901–1920.

Chevalier, J., Grandjean, S., Kuntz, M., and Pezzotti, G. (2009b). On the kinetics and impact of tetragonal to monoclinic transformation in an alumina/zirconia composite for arthroplasty applications. Biomaterials *30*, 5279–5282.

Chevillotte, C. (2012). Etude Biomécanique du Couple de Frottement Céramique-Céramique dans les Protheses Totales de Hanche sans Ciment. Université de Lyon. N°134-2012.

Chevillotte, C., Trousdale, R.T., Chen, Q., Guyen, O., and An, K.-N. (2009). The 2009 Frank Stinchfield Award: "Hip Squeaking": A Biomechanical Study of Ceramic-on-ceramic Bearing Surfaces. Clin. Orthop. Relat. Res. *468*, 345–350.

Chowdhury, S., Vohra, Y.K., Lemons, J.E., Ueno, M., and Ikeda, J. (2007). Accelerating aging of zirconia femoral head implants: Change of surface structure and mechanical properties. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *81B*, 486–492.

Christel, P., Meunier, A., Dorlot, J.-M., Crolet, J.-M., Witvoet, J., Sedel, L., and Boutin, P. (1988). Biomechanical Compatibility and Design of Ceramic Implants for Orthopedic Surgery. Ann. N. Y. Acad. Sci. *523*, 234–256.

Clarke, I.C. (2006). Metastable Nature of Zirconia Femoral Heads From a 20-Year Perspective Of Clinical and Simulator Wear Studies. Semin. Arthroplasty *17*, 165–178.

Clarke, D.R., and Adar, F. (1982). Measurement of the Crystallographically Transformed Zone Produced by Fracture in Ceramics Containing Tetragonal Zirconia. J. Am. Ceram. Soc. *65*, 284–288.

Clarke, I.C., Good, V., Anissian, L., and Gustafson, A. (1997). Charnley wear model for validation of hip simulators' ball diameter versus polytetrafluoroethylene and polyethylene wear. Proc. Inst. Mech. Eng. [H] *211*, 25–36.

Clarke, I.C., Green, D., Williams, P., Donaldson, T., and Pezzotti, G. (2006). US perspective on hip simulator wear testing of Biolox<sup>®</sup> delta in'severe'test modes. In Bioceramics and Alternative Bearings in Joint Arthroplasty, (Springer), pp. 189–205.

Clarke, I.C., Green, D.D., Williams, P.A., Kubo, K., Pezzotti, G., Lombardi, A., Turnbull, A., and Donaldson, T.K. (2009). Hip-simulator wear studies of an alumina-matrix composite (AMC) ceramic compared to retrieval studies of AMC balls with 1-7 years follow-up. Wear *267*, 702–709.

Cobelli, N., Scharf, B., Crisi, G.M., Hardin, J., and Santambrogio, L. (2011). Mediators of the inflammatory response to joint replacement devices. Nat. Rev. Rheumatol. *7*, 600–608.

De Aza, A.H., Chevalier, J., Fantozzi, G., Schehl, M., and Torrecillas, R. (2002). Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. Biomaterials *23*, 937–945.

Dennis, D.A., Komistek, R.D., Northcut, E.J., Ochoa, J.A., and Ritchie, A. (2001). "In vivo" determination of hip joint separation and the forces generated due to impact loading conditions. J. Biomech. *34*, 623–629.

Deville, S., Chevalier, J., Fantozzi, G., Bartolomé, J.F., Requena, J., Moya, J.S., Torrecillas, R., and Díaz, L.A. (2003). Low-temperature ageing of zirconia-toughened alumina ceramics and its implication in biomedical implants. J. Eur. Ceram. Soc. *23*, 2975–2982.

Deville, S., Gremillard, L., Chevalier, J., and Fantozzi, G. (2005a). A critical comparison of methods for the determination of the aging sensitivity in biomedical grade yttria-stabilized zirconia. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *72B*, 239–245.

Deville, S., Chevalier, J., Dauvergne, C., Fantozzi, G., Bartolomé, J.F., Moya, J.S., and Torrecillas, R. (2005b). Microstructural Investigation of the Aging Behavior of (3Y-TZP)–Al2O3 Composites. J. Am. Ceram. Soc. *88*, 1273–1280.

Deville, S., Chevalier, J., and El Attaoui, H. (2005c). Atomic Force Microscopy Study and Qualitative Analysis of Martensite Relief in Zirconia. J. Am. Ceram. Soc. *88*, 1261–1267.

Deville, S., Chevalier, J., and Gremillard, L. (2006). Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. Biomaterials *27*, 2186–2192.

Di Puccio, F., and Mattei, L. (2015). Biotribology of artificial hip joints. World J. Orthop. *6*, 77–94.

Douillard, T., Chevalier, J., Descamps-Mandine, A., Warner, I., Galais, Y., Whitaker, P., Wu, J.J., and Wang, Q.Q. (2012). Comparative ageing behaviour of commercial, unworn and worn 3Y-TZP and zirconia-toughened alumina hip joint heads. J. Eur. Ceram. Soc. *32*, 1529–1540.

Duda, G.N., Schneider, E., and Chao, E.Y. (1997). Internal forces and moments in the femur during walking. J. Biomech. *30*, 933–941.

Dumbleton, J.H. (2005). Metal-on-Metal Total Hip Replacement: What Does the Literature Say? J. Arthroplasty *20*, 174–188.

Dumbleton, J.H., Manley, M.T., and Edidin, A.A. (2002). A literature review of the association between wear rate and osteolysis in total hip arthroplasty. J. Arthroplasty *17*, 649–661.

English, T.A., and Kilvington, M. (1979). In vivo records of hip loads using a femoral implant with telemetric output (a prelimary report). J. Biomed. Eng. 1, 111–115.

Esposito, C., Walter, W.L., Campbell, P., and Roques, A. (2010). Squeaking in Metal-on-Metal Hip Resurfacing Arthroplasties. Clin. Orthop. Relat. Res. *468*, 2333–2339.

Essner, A., Sutton, K., and Wang, A. (2005). Hip simulator wear comparison of metal-on-metal, ceramic-on-ceramic and crosslinked UHMWPE bearings. Wear *259*, 992–995.

Fabbri, P., Piconi, C., Burresi, E., Magnani, G., Mazzanti, F., and Mingazzini, C. (2014). Lifetime estimation of a zirconia–alumina composite for biomedical applications. Dent. Mater. *30*, 138–142.

Fessy, M.. (2006). La luxation intra prothétique - une complication rare de la double mobilité. Maîtrise Orthopédique N°152.

Fisher, J., Jin, Z., Tipper, J., Stone, M., and Ingham, E. (2006). Presidential guest lecture: Tribology of Alternative Bearings: Clin. Orthop. *453*, 25–34.

Gaillard, Y., Jiménez-Piqué, E., Soldera, F., Mücklich, F., and Anglada, M. (2008). Quantification of hydrothermal degradation in zirconia by nanoindentation. Acta Mater. *56*, 4206–4216.

Garvie, R.C., Hannink, R.H., and Pascoe, R.T. (1975). Ceramic steel? Nature 258, 703–704.

Geerdink, C.H., Grimm, B., Ramakrishnan, R., Rondhuis, J., Verburg, A.J., and Tonino, A.J. (2006). Crosslinked polyethylene compared to conventional polyethylene in total hip replacement: Preclinical evaluation, in-vitro testing and prospective clinical follow-up study. Acta Orthop. *77*, 719–725.

Glaser, D., Komistek, R.D., Cates, H.E., and Mahfouz, M.R. (2008). Clicking and Squeaking: In Vivo Correlation of Sound and Separation for Different Bearing Surfaces. J Bone Jt. Surg Am *90*, 112–120.

Gomez, P.F., and Morcuende, J.A. (2005). Early Attempts at Hip Arthroplasty. Iowa Orthop. J. 25, 25–29.

Green, D.D. (2005). Biolox-Forte vs. Biolox-Delta Under Micro Separation Test Mode in the USA. Delta 1, 2–7.

Gremillard, L. (2009). Biocéramiques: des monolithes aux composites. Mécanique [physics.med-ph]. INSA de Lyon; Université Claude Bernard - Lyon I.

Gremillard, L., Grandjean, S., and Chevalier, J. (2010). A new method to measure monoclinic depth profile in zirconia-based ceramics from X-ray diffraction data. Int. J. Mater. Res. *101*, 88–94.

Gremillard, L., Meille, S., Chevalier, J., Zhao, J., Fridrici, V., Kapsa, P., Geringer, J., and Uribe, J. (2012). Degradation of Bioceramics. In Degradation of Implant Materials, N. Eliaz, ed. (Springer New York), pp. 195–252.

Gremillard, L., Martin, L., Zych, L., Crosnier, E., Chevalier, J., Charbouillot, A., Sainsot, P., Espinouse, J., and Aurelle, J.-L. (2013). Combining ageing and wear to assess the durability of zirconia-based ceramic heads for total hip arthroplasty. Acta Biomater. *9*, 7545–7555.

Griffith, A.A. (1921). The phenomena of rupture and flow in solids. Philos. Trans. R. Soc. Lond. Ser. Contain. Pap. Math. Phys. Character 221, 163–198.

Guicciardi, S., Shimozono, T., and Pezzotti, G. (2007). Ageing effects on the nanoindentation response of sub-micrometric 3Y-TZP ceramics. J. Mater. Sci. *42*, 718–722.

Gutknecht, D., Chevalier, J., Garnier, V., and Fantozzi, G. (2007). Key role of processing to avoid low temperature ageing in alumina zirconia composites for orthopaedic application. J. Eur. Ceram. Soc. *27*, 1547–1552.

Hamilton, W.G., McAuley, J.P., Dennis, D.A., Murphy, J.A., Blumenfeld, T.J., and Politi, J. (2009). THA With Delta Ceramic on Ceramic: Results of a Multicenter Investigational Device Exemption Trial. Clin. Orthop. Relat. Res. *468*, 358–366.

Haraguchi, K., Sugano, N., Nishii, T., Miki, H., Oka, K., and Yoshikawa, H. (2001). Phase transformation of a zirconia ceramic head after total hip arthroplasty. 996–1000.

HAS (2014). Haute Autorité de Santé. Prothèses de hanche. Phase contradictoire suite à la révision d'une catégorie de dispositifs médicaux.

Hausselle, J. (2007). Etude de la dégradation par chocs de têtes et cupules de prothèses de hanche en biocéramique. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne. N°458 SGM.

Hernigou, P., and Bahrami, T. (2003). Zirconia and alumina ceramics in comparison with stainless-steel heads. Bone Jt. J. *85*, 504–509.

Hertogh, C. (2013). Anatomie descriptive et fonctionnelle. http://calamar.univ-ag.fr/uag/staps/cours/anat/new/biom.htm.

Holzwarth, U., and Cotogno, G. (2012). Total Hip Arthroplasty, State of the art, Challenges and Prospects.

ICMPE, CNRS Institut de chimie et des matériaux Paris-Est, UMR 7182. Spectromètre Raman. http://www.icmpe.cnrs.fr/spip.php?article590.

Ikeda, J., Iwamoto, M., Yarimitsu, S., and Murakami, T. (2012). Differences in Kinetics of Phase Transformation of 3Y-TZP Ceramics between Aging Test under Hydrothermal Environment and Hip Simulator Wear Test. J. Biomech. Sci. Eng. *7*, 199–210.

Ingham, E., and Fisher, J. (2000). Biological reactions to wear debris in total joint replacement. Proc. Inst. Mech. Eng. [H] *214*, 21–37.

ISO standard 6474-2 (2012). Implants for surgery - Ceramic materials. Part 2: Composite materials based on a high-purity alumina matrix with zirconia reinforcement.

ISO standard 13356 (2008). Implants for surgery - Ceramic materials based on yttria-stabilitzed tetragonal zirconia (Y-TZP).

ISO standard 14242-1 (2012). Implants for surgery - Wear of total hip-joint prostheses. Part 1: Loading and displacement parameters for wear-testing machines and corresponding environmental conditions for test.

Jang, B.-K. (2006). Influence of low indentation load on Young's modulus and hardness of 4 mol% Y2O3–ZrO2 by nanoindentation. J. Alloys Compd. *426*, 312–315.

Jiménez-Piqué, E., Ramos, A., Muñoz-Tabares, J.A., Hatton, A., Soldera, F., Mücklich, F., and Anglada, M. (2012). Focused ion beam tomography of zirconia degraded under hydrothermal conditions. J. Eur. Ceram. Soc. *32*, 2129–2136.

Keegan, G.M., Learmonth, I.D., and Case, C.P. (2007). Orthopaedic metals and their potential toxicity in the arthroplasty patient A Review of current knowledge and future strategies. J. Bone Joint Surg. Br. 89–B, 567–573.

Kobayashi, K., Kuwajima, H., and Masaki, T. (1981). Phase change and mechanical properties of ZrO2-Y2O3 solid electrolyte after ageing. Solid State Ion. *3*, 489–493.

Komistek, R., Dennis, D., Sedel, L., Northcut, E., and Anderson, D. (2004). In Vivo Determination of Hip Joint Separation in Subjects Having Variable Bearing Surfaces. Orthop. Proc. *86–B*, 412–412.

Komistek, R.D., Dennis, D.A., Ochoa, J.A., Haas, B.D., and Hammill, C. (2002). In vivo comparison of hip separation after metal-on-metal or metal-on-polyethylene total hip arthroplasty. J Bone Jt. Surg Am *84*, 1836–1841.

Kotzar, G.M., Davy, D.T., Goldberg, V.M., Heiple, K.G., Berilla, J., Heiple, K.G., Brown, R.H., and Burstein, A.H. (1991). Telemeterized in vivo hip joint force data: A report on two patients after total hip surgery. J. Orthop. Res. *9*, 621–633.

Kuntz, M. (2006). Validation of a New High Performance Alumina Matrix Composite for use in Total Joint Replacement. Semin. Arthroplasty *17*, 141–145.

Kurtz, S., Ong, K., Lau, E., Mowat, F., and Halpern, M. (2007). Projections of Primary and Revision Hip and Knee Arthroplasty in the United States from 2005 to 2030. J. Bone Jt. Surg. *89*, 780–785.

Kurtz, S.M., Kocagöz, S., Arnholt, C., Huet, R., Ueno, M., and Walter, W.L. (2014). Advances in zirconia toughened alumina biomaterials for total joint replacement. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. *31*, 107–116.

Lawson, S. (1995). Environmental degradation of zirconia ceramics. J. Eur. Ceram. Soc. 15, 485–502.

Learmonth, I.D., Young, C., and Rorabeck, C. (2007). The operation of the century: total hip replacement. The Lancet *370*, 1508–1519.

Lee, G.-C., and Garino, J.P. (2011). Reliability of Ceramic Components. Semin. Arthroplasty 22, 271–275.

Lee, K., and Goodman, S.B. (2008). Current state and future of joint replacements in the hip and knee. 5, 383–393.

Leslie, I.J., Williams, S., Isaac, G., Ingham, E., and Fisher, J. (2009). High Cup Angle and Microseparation Increase the Wear of Hip Surface Replacements. Clin. Orthop. *467*, 2259–2265.

Lombardi, A.V., Mallory, T.H., Dennis, D.A., Komistek, R.D., Fada, R.A., and Northcut, E.J. (2000). An in vivo determination of total hip arthroplasty pistoning during activity. J. Arthroplasty *15*, 702–709.

Lombardi, A.V., Berend, K.R., Seng, B.E., Clarke, I.C., and Adams, J.B. (2009). Delta Ceramic-on-Alumina Ceramic Articulation in Primary THA: Prospective, Randomized FDA-IDE Study and Retrieval Analysis. Clin. Orthop. Relat. Res. *468*, 367–374.

Ma, L., Rainforth, W.M., Sun, D., Wharton, J.A., and Wood, R.J.K. (2009). A "3-body" abrasion wear study of bioceramics for total hip joint replacements. Wear *267*, 2122–2131.

Magnissalis, E.A., Xenakis, T.A., and Zacharis, C. (2001). Wear of retrieved ceramic THA components— four matched pairs retrieved after 5–13 years in service. J. Biomed. Mater. Res. *58*, 593–598.

Mahomed, N.N., Barrett, J.A., Katz, J.N., Phillips, C.B., Losina, E., Lew, R.A., Guadagnoli, E., Harris, W.H., Poss, R., and Baron, J.A. (2003). Rates and Outcomes of Primary and Revision Total Hip Replacement in the United States Medicare Population. J Bone Jt. Surg Am *85*, 27–32.

Mai, K., Verioti, C., Ezzet, K.A., Copp, S.N., Walker, R.H., and Colwell, C.W. (2010). Incidence of "Squeaking" After Ceramic-on-Ceramic Total Hip Arthroplasty. Clin. Orthop. *468*, 413–417.

Mak, M.M., Besong, A.A., Jin, Z.M., and Fisher, J. (2002). Effect of microseparation on contact mechanics in ceramic-on-ceramic hip joint replacements. Proc. Inst. Mech. Eng. [H] *216*, 403–408.

Malchau, H., Herberts, P., Eisler, T., Garellick, G., and Söderman, P. (2002). The Swedish Total Hip Replacement Register. J Bone Jt. Surg Am *84*, S2–S20.

Manaka, M., Clarke, I.C., Yamamoto, K., Shishido, T., Gustafson, A., and Imakiire, A. (2004). Stripe wear rates in alumina THR—Comparison of microseparation simulator study with retrieved implants. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *69B*, 149–157.

Mancuso, C.A., Ranawat, C.S., Esdaile, J.M., Johanson, N.A., and Charlson, M.E. (1996). Indications for total hip and total knee arthroplasties. J. Arthroplasty *11*, 34–46.

Mazet, V., Carteret, C., Brie, D., Idier, J., and Humbert, B. (2005). Background removal from spectra by designing and minimising a non-quadratic cost function. Chemom. Intell. Lab. Syst. *76*, 121–133.

McKee, G.K., and Watson-Farrar, J. (1966). Replacement of arthritic hips by the McKee-Farrar prosthesis. Bone Jt. J. *48–B*, 245–259.

McKellop, H., Shen, F., Lu, B., Campbell, P., and Salovey, R. (1999). Development of an extremely wear-resistant ultra high molecular weight polythylene for total hip replacements. J. Orthop. Res. *17*, 157–167.

Merx, H., Dreinhöfer, K., Schräder, P., Stürmer, T., Puhl, W., Günther, K.-P., and Brenner, H. (2003). International variation in hip replacement rates. Ann. Rheum. Dis. *62*, 222–226.

Moore, K.L., and Dalley, A.F. (2001). Anatomie médicale: aspects fondamentaux et applications cliniques (De Boeck Supérieur).

Morlock, M., Schneider, E., Bluhm, A., Vollmer, M., Bergmann, G., Müller, V., and Honl, M. (2001). Duration and frequency of every day activities in total hip patients. J. Biomech. *34*, 873–881.

Muñoz-Tabares, J.A., Jiménez-Piqué, E., and Anglada, M. (2011). Subsurface evaluation of hydrothermal degradation of zirconia. Acta Mater. *59*, 473–484.

Nevelos, J., Ingham, E., Doyle, C., Streicher, R., Nevelos, A., Walter, W., and Fisher, J. (2000). Microseparation of the centers of alumina-alumina artificial hip joints during simulator testing produces clinically relevant wear rates and patterns. J. Arthroplasty *15*, 793–795.

Nevelos, J.E., Ingham, E., Doyle, C., Fisher, J., and Nevelos, A.B. (1999). Analysis of retrieved alumina ceramic components from Mittelmeier total hip prostheses. Biomaterials *20*, 1833–1840.

Nine, M.J., Choudhury, D., Hee, A.C., Mootanah, R., and Osman, N.A.A. (2014). Wear Debris Characterization and Corresponding Biological Response: Artificial Hip and Knee Joints. Materials *7*, 980–1016.

OECD (2011). Health at a Glance 2011: OECD Indicators, OECD Publishing. http://dx.doi.org/10.1787/health\_glance-2011-en.

Oliver, W.C., and Pharr, G.M. (2004). Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. J. Mater. Res. 19, 3–20.

Omni (2016). SERF Dual Mobility Acetabular System. http://www.omnils.com/healthcare-professionals/serf.cfm.

Ong, K.L., Kurtz, S.M., Lau, E., Bozic, K.J., Berry, D.J., and Parvizi, J. (2009). Prosthetic Joint Infection Risk After Total Hip Arthroplasty in the Medicare Population. J. Arthroplasty 24, 105–109.

Oonishi, H., Nishida, M., Kawanabe, K., Yamamoto, K., Downs, B., Sorensen, K., Good, V., Braham, A., and Clarke, I.C. (1999). In-vitro wear of Al2O3/Al2O3 implant combination with over 10 million cycles duration. Group 1, 0–22.

Paul, J.P. (1966). Paper 8: Forces Transmitted by Joints in the Human Body. Proc. Inst. Mech. Eng. Conf. Proc. 181, 8–15.

Pecharromán, C., Bartolomé, J. f., Requena, J., Moya, J. s., Deville, S., Chevalier, J., Fantozzi, G., and Torrecillas, R. (2003). Percolative Mechanism of Aging in Zirconia-Containing Ceramics for Medical Applications. Adv. Mater. *15*, 507–511.

Pellier, J., Geringer, J., and Forest, B. (2011). Fretting-corrosion between 316L SS and PMMA: Influence of ionic strength, protein and electrochemical conditions on material wear. Application to orthopaedic implants. Wear *271*, 1563–1571.

Perrichon, A., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2016). Effects of in vitro shocks and hydrothermal degradation on wear of ceramic hip joints: Towards better experimental simulation of in vivo ageing. Tribol. Int. *100*, 410–419.

Perrichon, A., Reynard, B., Gremillard, L., Chevalier, J., Farizon, F., and Geringer, J. (2017). A testing protocol combining shocks, hydrothermal ageing and friction, applied to Zirconia Toughened Alumina (ZTA) hip implants. J. Mech. Behav. Biomed. Mater. *65*, 600–608.

Pezzotti, G., Saito, T., Padeletti, G., Cossari, P., and Yamamoto, K. (2010). Nano-scale topography of bearing surface in advanced alumina/zirconia hip joint before and after severe exposure in water vapor environment. J. Orthop. Res. *28*, 762–766.

Piconi, C., and Maccauro, G. (1999). Zirconia as a ceramic biomaterial. Biomaterials 20, 1–25.

Piconi, C., and Streicher, R.M. (2013). 40 Years of Ceramic-on-Ceramic THR Bearings. Semin. Arthroplasty 24, 188–192.

Piconi, C., Maccauro, G., Muratori, F., and Prever, E.B.O. (2003). Alumina and zirconia ceramics in joint replacements. J. Appl. Biomater. Biomech. 1, 19–32.

Rahaman, M.N., Yao, A., Bal, B.S., Garino, J.P., and Ries, M.D. (2007). Ceramics for Prosthetic Hip and Knee Joint Replacement. J. Am. Ceram. Soc. *90*, 1965–1988.

Reyes-Rojas, A., Torres-Moye, E., Solís-Canto, O., Aguilar-Elguézabal, A., and Bocanegra-Bernal, M.H. (2012). X-ray diffraction and atomic force microscopy study in aged zirconia-toughened alumina composite with dispersion of m-ZrO2 nanoparticles. Int. J. Refract. Met. Hard Mater. *35*, 270–278.

Rieger, W. (2001). Ceramics in orthopedics–30 years of evolution and experience. In World Tribology Forum in Arthroplasty, pp. 283–294.

Roualdes, O., Duclos, M.-E., Gutknecht, D., Frappart, L., Chevalier, J., and Hartmann, D.J. (2010). In vitro and in vivo evaluation of an alumina–zirconia composite for arthroplasty applications. Biomaterials *31*, 2043–2054.

Rydell, N.W. (1966). Forces acting on the femoral head-prosthesis: a study on strain gauge supplied prostheses in living persons. Acta Orthop. Scand. *37*, 1–132.

Saikko, V., and Pfaff, H.-G. (1998). Low wear and friction in alumina/alumina total hip joints: A hip simulator study. Acta Orthop. Scand. *69*, 443–448.

Sanders, A., Tibbitts, I., and Brannon, R. (2012). Concomitant evolution of wear and squeaking in dual-severity, lubricated wear testing of ceramic-on-ceramic hip prostheses. J. Orthop. Res. *30*, 1377–1383.

Santos, E.M., Vohra, S., Catledge, S.A., McClenny, M.D., Lemons, J., and Moore, K.D. (2004). Examination of surface and material properties of explanted zirconia femoral heads. J. Arthroplasty *19*, 30–34.

Sariali, E., Stewart, T., Jin, Z., and Fisher, J. (2010a). Three-dimensional modeling of in vitro hip kinematics under micro-separation regime for ceramic on ceramic total hip prosthesis: An analysis of vibration and noise. J. Biomech. *43*, 326–333.

Sariali, E., Stewart, T., Jin, Z., and Fisher, J. (2010b). In vitro investigation of friction under edgeloading conditions for ceramic-on-ceramic total hip prosthesis. J. Orthop. Res. *28*, 979–985.

Schmalzried, T.P., Szuszczewicz, E.S., Northfield, M.R., Akizuki, K.H., Frankel, R.E., Belcher, G., and Amstutz, H.C. (1998). Quantitative Assessment of Walking Activity after Total Hip or Knee Replacement. J Bone Jt. Surg Am *80*, 54–59.

Schneider, J., Begand, S., Kriegel, R., Kaps, C., Glien, W., and Oberbach, T. (2008). Low-Temperature Aging Behavior of Alumina-Toughened Zirconia. J. Am. Ceram. Soc. *91*, 3613–3618.

Scholes, S.C., and Unsworth, A. (2000). Comparison of friction and lubrication of different hip prostheses. Proc. Inst. Mech. Eng. [H] *214*, 49–57.

Shishido, T., Yamamoto, K., Tanaka, S., Masaoka, T., Clarke, I.C., and Williams, P. (2006). A Study for a Retrieved Implant of Ceramic-on-Ceramic Total Hip Arthroplasty. J. Arthroplasty *21*, 294–298.

Stanat, S.J.C., and Capozzi, J.D. (2012). Squeaking in Third- and Fourth-Generation Ceramic-on-Ceramic Total Hip Arthroplasty: Meta-Analysis and Systematic Review. J. Arthroplasty *27*, 445–453.

Stansfield, B.W., and Nicol, A.C. (2002). Hip joint contact forces in normal subjects and subjects with total hip prostheses: walking and stair and ramp negotiation. Clin. Biomech. *17*, 130–139.

Stewart, T., Tipper, J., Streicher, R., Ingham, E., and Fisher, J. (2001). Long-term wear of HIPed alumina on alumina bearings for THR under microseparation conditions. J. Mater. Sci. Mater. Med. *12*, 1053–1056.

Stewart, T.D., Tipper, J.L., Insley, G., Streicher, R.M., Ingham, E., and Fisher, J. (2003a). Severe wear and fracture of zirconia heads against alumina inserts in hip simulator studies with microseparation. J. Arthroplasty *18*, 726–734.

Stewart, T.D., Tipper, J.L., Insley, G., Streicher, R.M., Ingham, E., and Fisher, J. (2003b). Long-term wear of ceramic matrix composite materials for hip prostheses under severe swing phase microseparation. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *66B*, 567–573.

Sutherland, D.H., Olshen, R., Cooper, L., and Woo, S.L. (1980). The development of mature gait. J Bone Jt. Surg Am *62*, 336–53.

Swab, J.J. (1991). Low temperature degradation of Y-TZP materials. J. Mater. Sci. 26, 6706–6714.

Taylor, S.J.G., Perry, J.S., Meswania, J.M., Donaldson, N., Walker, P.S., and Cannon, S.R. (1997). Telemetry of forces from proximal femoral replacements and relevance to fixation. J. Biomech. *30*, 225–234.

The Hospital for Sick Children, Toronto, Canada, © 2004-2012 Mouvements des articulations de la hanche.

http://www.aboutkidshealth.ca/Fr/HowTheBodyWorks/IntroductiontotheSkeleton/HipJointMovements/Pages/default.aspx.

Tipper, J.L., Hatton, A., Nevelos, J.E., Ingham, E., Doyle, C., Streicher, R., Nevelos, A.B., and Fisher, J. (2002). Alumina–alumina artificial hip joints. Part II: Characterisation of the wear debris from in vitro hip joint simulations. Biomaterials *23*, 3441–3448.

Ulrich, S.D., Seyler, T.M., Bennett, D., Delanois, R.E., Saleh, K.J., Thongtrangan, I., Kuskowski, M., Cheng, E.Y., Sharkey, P.F., Parvizi, J., et al. (2008). Total hip arthroplasties: What are the reasons for revision? Int. Orthop. *32*, 597–604.

Uribe, J. (2012). Analyse multi-échelle de la durabilité des biocéramiques pour prothèses de hanche. Études in vitro et ex vivo. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne. N°0642.

Uribe, J., Hausselle, J., Geringer, J., and Forest, B. (2011). Finite Element Modelling of Shock-Induced Damages on Ceramic Hip Prostheses. ISRN Mater. Sci. 2011, 1–14.

Uribe, J., Geringer, J., and Forest, B. (2012). Shock machine for the mechanical behaviour of hip prostheses: a description of performance capabilities. Lubr. Sci. 24, 45–60.

Uribe, J., Geringer, J., Gremillard, L., and Reynard, B. (2013). Degradation of alumina and zirconia toughened alumina (ZTA) hip prostheses tested under microseparation conditions in a shock device. Tribol. Int. *63*, 151–157.

U.S. Food and Drug Administration (2013). FDA Safety Communications: Metal-on-Metal Hip Implants. http://www.fda.gov/MedicalDevices/Safety/AlertsandNotices/ucm335775.htm.

Veeco (2010). Introduction to the NT9080, Webinar Slides 100408. https://fr.scribd.com/document/186571716/A-First-Look-at-NT9080-Webinar-Slides-100408.

Viceconti, M., Cavallotti, G., Andrisano, A.O., and Toni, A. (1996). Discussion on the design of a hip joint simulator. Med. Eng. Phys. *18*, 234–240.
Walter, W.L., Insley, G.M., Walter, W.K., and Tuke, M.A. (2004). Edge loading in third generation alumina ceramic-on-ceramic bearings: Stripe wear. J. Arthroplasty *19*, 402–413.

Walter, W.L., Lusty, P.J., Watson, A., O'Toole, G., Tuke, M.A., Zicat, B., and Walter, W.K. (2006). Stripe wear and squeaking in ceramic total hip bearings. In Seminars in Arthroplasty, (Elsevier), pp. 190–195.

Walter, W.L., Waters, T.S., Gillies, M., Donohoo, S., Kurtz, S.M., Ranawat, A.S., Hozack, W.J., and Tuke, M.A. (2008). Squeaking hips. J. Bone Jt. Surg. *90*, 102–111.

Werner, B.C., and Brown, T.E. (2012). Instability after total hip arthroplasty. World J. Orthop. *3*, 122–130.

Willmann, G. (2000). Ceramic Femoral Head Retrieval Data. Clin. Orthop. 379, 22–28.

Yamamoto, T., Saito, M., Ueno, M., Hananouchi, T., Tokugawa, Y., and Yonenobu, K. (2005). Wear analysis of retrieved ceramic-on-ceramic articulations in total hip arthroplasty: Femoral head makes contact with the rim of the socket outside of the bearing surface. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *73B*, 301–307.

Yoon, T.R., Rowe, S.M., Jung, S.T., Seon, K.J., and Maloney, W.J. (1998). Osteolysis in Association with a Total Hip Arthroplasty with Ceramic Bearing Surfaces. J Bone Jt. Surg Am *80*, 1459–1467.

Zeng, P., Rainforth, W.M., Inkson, B.J., and Stewart, T.D. (2012). Characterization of worn alumina hip replacement prostheses. J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater. *100B*, 121–132.

Zietz, C., Kluess, D., Bergschmidt, P., Haenle, M., Mittelmeier, W., and Bader, R. (2011). Tribological Aspects of Ceramics in Total Hip and Knee Arthroplasty. Semin. Arthroplasty *22*, 258–263.

## École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

NNT: 2017LYSEM002

Armelle PERRICHON

## TRIBOLOGY AND AGEING OF BIOCERAMIC TOTAL HIP PROSTHESES, IN VITRO = IN VIVO? SCIENTIFIC AND SOCIETAL ISSUES

Speciality: Materials Engineering

Keywords: ceramics, zirconia, alumina, shock, micro-separation, wear, ageing, phase transformation, total hip prosthesis, explants

#### Abstract:

The performance of the prosthetic couple (femoral head/cup) influences strongly the lifetime of a total hip prosthesis. Ceramics exhibit an excellent combination of biocompatibility, mechanical resistance and tribological properties. Zirconia toughened alumina (ZTA) composites are made of an alumina matrix and well dispersed zirconia particles. They are tailored in order to offer the best compromise of hardness, chemical stability, toughness and mechanical resistance. The prediction of the performance of such materials must take into consideration the three main sources of degradation identified for Ceramic-on-Ceramic (CoC) bearings: shocks due to micro-separation, friction and low temperature degradation (LTD). Experimental tests on a shock machine, a hip-walking simulator and in an autoclave are able to simulate in vitro each of these sources of degradation, respectively. The aim of the project is to combine these tests in order to solve better the equation in vitro = in vivo. Shocks dominate the processes of degradation with the formation of wear stripes. The tested material showed an excellent resistance to LTD. The damage induced by the standard wear test on a hip-walking simulator is negligible, which raises the question about the relevance of this test for CoC couplings. An analysis of explants confirmed the decisive role of shocks in experimental tests. Zirconia phase transformation was mechanically induced within both in vitro and in vivo wear stripes. A degradation mechanism was suggested within the stripes. The material response is partly determined by the force applied during shocks.

### École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

NNT: 2017LYSEM002

### Armelle PERRICHON

# TRIBOLOGIE ET VIEILLISSEMENT DE PROTHESES TOTALES DE HANCHE EN BIOCERAMIQUE, IN VITRO = IN VIVO ? ENJEUX SCIENTIFIQUE ET SOCIETAL

Spécialité : Sciences et Génie des Matériaux

Mots clefs : céramiques, zircone, alumine, choc, décoaptation, usure, vieillissement, transformation de phase, prothèse totale de hanche, explants

#### Résumé :

La performance du couple prothétique tête fémorale/cupule impacte fortement la durée de vie d'une prothèse totale de hanche. Les céramiques affichent une excellente combinaison de propriétés de biocompatibilité, mécaniques et tribologiques. Les composites ZTA formés d'une matrice d'alumine renforcée en zircone sont optimisés pour offrir le meilleur compromis de dureté, stabilité chimique, ténacité et résistance mécanique. La prédiction de la performance de ces matériaux doit prendre en compte les trois principaux modes de dégradation identifiés en configuration céramique/céramique (CoC) : le choc avec décoaptation, le frottement et le vieillissement à basse température. Ces modes sont susceptibles d'être simulés in vitro à partir de tests expérimentaux, respectivement, sur une machine de chocs, un simulateur de marche et en autoclave. L'objectif de ce projet est de combiner ces tests afin de mieux résoudre l'équation in vitro = in vivo. Les chocs dominent les processus de dégradation avec la formation de bandes d'usure. Le matériau testé a montré une excellente résistance au vieillissement. La dégradation induite par le test d'usure standard sur simulateur de marche est négligeable et pose la question de la pertinence de ce test pour les couples CoC. L'importance de la prise en compte des chocs dans les tests expérimentaux a été confortée grâce à une analyse d'explants. Une transformation de phase de la zircone a été mécaniquement induite dans les bandes d'usure créées in vitro et in vivo. Un mécanisme de dégradation a été suggéré au sein de ces bandes. La réponse du matériau est en partie déterminée par la force appliquée au cours des chocs.