

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la recherche Scientifique
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Badji Mokhtar Annaba University
Université Badji Mokhtar – Annaba
Faculté de Technologie



جامعة باجي مختار – عنابة

كلية التكنولوجيا

Département : Métallurgie

قسم: التعدين

Thèse

Présentée pour obtenir le diplôme de

Doctorat En-Sciences

Spécialité : Métallurgie

Par :

GUERRAB fahima

Thème :

Synthèse et caractérisation structurale, mécanique et tribologique d'un matériau nano structuré à base de Ti (Ti-6Al-xNb) pour applications biomédicales

Thèse soutenue le 12/02/2026

devant le jury composé de :

N°	Nom et prénom	Grade	Etablissement	Qualité
01	TOUHAMI Mohamed Zine	Prof.	Université Badji Mokhtar -Annaba	Président
02	MECHACHTI Said	Prof	Université Badji Mokhtar -Annaba	Rapporteur
03	FELLAH Mamoun	Prof	Université Abess laghrour-Khenchela	Co-rapporteur
04	BENOUDIA Mohamed Cherif	Prof	Ecole Nationale Supérieure de Technologie et Ingénierie	Examineur
05	BELAID Mounia	MCA	Université des Science et de la Technologie Houari Boumediene	Examineur
06	AISSANI Linda	Prof	Université Abess laghrour-Khenchela	Examineur

التوليف والتوصيف الهيكلي والميكانيكي والتربولوجي لمادة ذات بنية نانوية Ti (Ti-6Al-xNb) للتطبيقات الطبية الحيوية "تعتمد على

المخلص:

الهدف من هذا العمل هو دراسة السلوك الهيكلي والميكانيكي والقبلي لسبائك Ti-6Al-xNb والتي تم تصميمها لتطوير مواد طبية حيوية محتملة. تمحور تحقيقنا حول تأثير معيارين هما وقت الطحن ونسبة النيوبيوم (Nb)، حيث تم تحضير السبيكة باستخدام تقنية التخليق الميكانيكي في ظل ظروف مثلى باستخدام مطحنة الكرات الكوكبية 7.Pulverisette.

أظهرت دراسات حيود الأشعة السينية (XRD) للسبائك المصنعة أن سبيكة Ti-6Al-xNb تتميز بمرحلتين، α و β . تشير النتائج إلى أن حجم الحبيبات ينخفض مع زيادة زمن الطحن. في حين تزداد الصلادة المجهريّة ومعامل يونغ لسبيكة التيتانيوم مع زيادة مدة الطحن من ساعتين إلى 18 ساعة. نلاحظ أن معامل يونغ لسبيكة Ti-6Al-7Nb يرتفع من 110 جيجا باسكال عند ساعتين إلى 190 جيجا باسكال عند 18 ساعة. كما تزداد الصلادة المجهريّة للسبائك، حيث تبدأ بقيمة $HV_{0.02}$ 320 بعد ساعتين من الطحن وتصل إلى أقصى قيمة لها عند $HV_{0.02}$ 625 بعد 18 ساعة من الطحن. يمكن عزو زيادة الصلادة إلى تحسن صقل الحبيبات مع زيادة زمن الطحن.

تم أيضًا دراسة السلوك التريبولوجي من خلال اختبارات التآكل بالتلامس البديل باستخدام جهاز التريبولومتر من نوع الكرة على السطح (ball-on-plane). تتضمن هذه الاختبارات قياس فقدان الكتلة ومعاملات الاحتكاك للمواد المدروسة تحت ظروف تحميل مختلفة. القيم المحصل عليها لمعامل الاحتكاك في هذا العمل تؤكد النتائج الواردة في المراجع العلمية، كما أنها تتوافق مع المعايير المفروضة في المجال الطبي الحيوي، خاصة فيما يتعلق بحالة سطح مفاصل الورك الاصطناعية.

تم تصميم هذه الدراسة أيضًا للتحقيق في تأثير محتوى النيوبيوم على السلوك الميكانيكي والتربولوجي لسبائك Ti-6Al-xNb المعالجة بالضغط الساخن المتساوي (HIP) والمستخدم في التطبيقات العظمية. تحت تأثير ثلاث قوى عمودية (2، 8 و 16 نيوتن)، أدى إضافة النيوبيوم إلى انخفاض في معامل الاحتكاك ومعدل التآكل. أظهرت العينات التي تحتوي على 7% من النيوبيوم أدنى القيم من حيث معامل الاحتكاك ومعدل التآكل. يعود هذا التحسن في الخصائص التريبولوجية إلى صقل حجم الحبيبات، وانخفاض المسامية، وزيادة الكثافة.

كلمات مفتاحية: استبدال مفصل الورك الكلي، المواد الطبية الحيوية، سبائك التيتانيوم، معامل يونغ، التآكل، الاحتكاك.

« Synthèse et caractérisation structurale, mécanique et tribologique d'un Matériau nano structuré à base de Ti (Ti-6Al-xNb) pour applications biomédicales »

Résumé :

L'objectif de cette recherche est d'étudier le comportement structural, mécanique et tribologique d'alliage ternaires Ti-6Al-xNb nanostructure qui a été conçue pour développer des matériaux biomédicaux potentiels. Ainsi, notre recherche a porté une attention particulière à l'impact de deux éléments : en particulier, la durée du broyage et le taux de Nb. Les produits sont fabriqués par synthèse mécanique dans des conditions idéales avec l'utilisation d'un broyeur planétaire 7.

L'analyse utilisant la diffraction des rayons X (DRX) des alliages produits a démontré que le Ti-6Al-xNb est un alliage présentant deux phases, α et β . Les études indiquent que la taille des grains a considérablement diminué en fonction de l'augmentation du temps. Alors que le module d'Young, et la microdureté dès l'alliage de titane s'accroissent avec la prolongation de la durée de broyage allant de 2 à 18 heures, nous observons que le module de Young du Ti-6Al-7Nb passe de 110 GPa à 2 heures pour atteindre 190 GPa à 18 heures., et au début du broyage de 2h, la microdureté des alliages augmente (320 HV0.02) et atteint son pic à 18 h (625 HV0.02) de broyage. L'accroissement de la dureté peut être dû à l'affinement des grains à mesure que la durée de broyage s'allonge.

Cette étude vise également à analyser l'impact de la concentration en niobium sur les propriétés mécaniques et tribologiques des alliages Ti-6Al-xNb pressés isostatiquement à chaud (HIPed), utilisés dans le domaine orthopédique. Sous trois forces normales (2, 8 et 16 N), l'ajout de Nb conduit à une réduction du coefficient de friction et du taux d'usure. Les échantillons testés avec une teneur en niobium de 7 % présentaient les valeurs les plus basses concernant de coefficient de frottement et de taux d'usure. Cette amélioration des propriétés tribologiques résulte du raffinement de la taille des grains, d'une porosité réduite et d'une densité plus élevée.

Mots clés : Prothèse de hanche, biomatériaux, Alliages de titane, Module de Young, Usure, Frottement.

« Synthesis, structural, mechanical and tribological characterization of a nanostructured material based on Ti (Ti-6Al-xNb) for biomedical applications»

Abstract:

The aim of this research is to study structural, mechanical and tribological behavior of nanostructured ternary alloy Ti-6Al-xNb which has been designed to develop potential biomedical materials. Our investigation was centered on the impact of two parameters which is the grinding time and the content in Nb. Which developed by mechanosynthesis under optimal conditions using planetary crusher 7.

The Diffraction Analysis of X-rays (DRX) of product alloys has shown that Ti-6Al-xNb is an alloy with two phases, α and β . Observations show that increasing grinding time leads to a reduction in grain size. While the Young module, and the microdurety as soon as the titanium alloy increases with the extension of the grinding time from 2 to 18 hours, we observe that the Young modulus of Ti-6Al-7Nb increases by 110 GPa at 2 hours and 190 GPa at 18 hours, and the micro hardness of the alloys is increased at the beginning of grinding 2h (320 HV0.02) and reaches its maximum value at 18 h (625 HV0.02) of grinding. The increase in hardness can be due to the refinement of the grains as the grinding duration extends.

The study of tribological behaviour by means of alternative contact wear tests using a ball-on-plane tribometer was also investigated. These tests consist of measuring the mass loss and friction coefficients of the materials studied under different loading conditions. The values of the coefficient of friction obtained in this work are confirmed by bibliographical results and comply with the standards imposed by the field of biomedical especially at the level of the surface state of joint hip prostheses.

This study was also designed to investigate the effect of niobium content on the mechanical and tribological behavior of hot isostatically pressed (HIPed) Ti-6Al-xNb alloys used for orthopedic applications. Under three normal forces (2, 8 and 16 N), the addition of Nb results in a decrease in the friction coefficient and wear rate. Samples tested with a niobium content of 7% had the lowest values in terms of friction coefficient and wear rate. This improvement in tribological properties is due to grain size refinement, lower porosity and higher density.

Key words: Ti-6Al-7Nb, Friction and Wear, Orthopedic prosthesis, Biomaterials, Young's modulus.

DEDICACE

Je dédie cette thèse A :

MES PARENTS

MON MARIE

MES ENFANTS

MES FRÈRE

MES SŒURS

MES AMIS

Et enfin à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la

réalisation de ce modeste travail.

REMERCIEMENTS

*Tout d'abord, je remercie **Dieu** Tout-Puissant de m'avoir donné les connaissances et le courage nécessaires pour accomplir ce travail.*

*J'aimerais exprimer ma gratitude envers le Professeur **MECHACHTI Said** et le Professeur **FELLAH Mamoun** pour m'avoir accueilli dans leur groupe de recherche et pour avoir pu profiter de leur disponibilité et de leurs conseils précieux. Grâce à la réalisation de cette étude, j'ai pu approfondir mes connaissances dans le domaine étendu des matériaux, en particulier dans le domaine des biomatériaux. Que ceux-ci trouvent ici ma sincère reconnaissance.*

*J'exprime toute ma reconnaissance à Monsieur **TOUHAMI Mohamed Zine** Professeur au département de métallurgie et génie des matériaux, pour avoir bien voulu accepter de présider le jury de ce travail.*

J'exprime toute ma reconnaissance à

*Monsieur **BENOUDIA Mohamed Cherif** Prof au Ecole Nationale Supérieure de Technologie et Ingénierie, Madame **BELAID Mounia** MCA au Université des Science et de la Technologie Houari Boumediene et Madame **AISSANI Linda** Prof au Université Abess laghrour-Khenchela, d'avoir accepté d'examiner ce travail.*

Afin de n'oublier personne, mes vifs remerciements s'adressent à tous ceux qui m'ont aidée à la réalisation de ce modeste mémoire.

Fahima guerrab

TABLE DES MATIERES

الملخص

Résumé

Abstract

DEDICACE

REMERCIEMENTS

TABLE DE MATIERES

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES ABRÉVIATIONS ET SIGLES

INTRODUCTION GENERALE1

CHAPTRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

INTRODUCTION4

I.1 Prothèses de hanche et les problèmes associés.....4

I.1.1 Généralités4

I.1.2 Les composants d'une prothèse de hanche.....5

I.1.2.1 La tige fémorale7

I.1.2.2 Le col fémorale8

I.1.2.3 La tête fémorale9

I.1.3 Fixation de la prothèse9

I.1.3.1 Prothèses cimentées.....10

I.1.3.2 Prothèses non cimentées.....10

I.1.3.3 Prothèses hybrides.....10

I.1.4. Couple de frottement10

I.1.5 Détérioration des prothèses totales de hanche11

I.1.5.1 Fonctionnement de l'articulation fémorale11

I.1.5.2 Zones sensibles à la dégradation.....	12
I.1.6 Problèmes liés à l'usure mécanique des surfaces articulaires.....	13
I.1.6.1 Luxation.....	14
I.1.6.2 Descellement.....	15
I.1.6.3 Usure	16
I.1.7 Biocompatibilité	19
I.1.7.1 Définition.....	19
I.1.7.2 Évaluation des critères biocompatibles	19
I.1.7.3 La biocompatibilité du titane	20
I.1.8 Biomatériaux	21
I.1.8.1 Définition.....	21
I.1.8.2 Nécessité et domaine d'application.....	21
I.1.8.3 Différentes classes des biomatériaux	21
I.1.8.3.1 Céramiques.....	22
I.1.8.3.2 Polymères	22
I.1.8.3.3 Métaux et alliages.....	22
I.2 Généralités sur les matériaux étudiés.....	23
I.2.1 Le titane et ses alliages	23
I.2.1.1 Le titane pur	23
I.2.1.2 Les alliages de titane	25
I.3 Les matériaux nanostructures	29
I.3.1 Introduction.....	29
I.3.2 Les nanomatériaux.....	29
I.3.3 Classement des nanomatériaux	30
I.3.4 Propriétés spécifique des nanomatériaux.....	30
I.3.5 Méthodes de fabrication des nanomatériaux.....	30
I.3.5.1 Les techniques et les procédés de préparation des poudres.....	30
I.3.5.2 Synthèse mécanique	31
I.3.5.2.1 Broyage des poudres.....	32

I.3.5.2.2 Formation des phases et mécanisme physique du broyage	35
I.3.5.2.3 Les facteurs concernant la mécanosynthèse	36
I.3.6 Frittage	37
I.2.6.1 Frittage en phase solide	38
I.3.7 Compaction sèche des poudres	40
I.4 CONCLUSION.....	40
 CHAPTRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES	
INTRODUCTION	41
II.1 Matériaux et synthèses	41
II.1.1 Matériaux étudiés	41
II.1.2 Synthèse	42
II.1.2.1 Mise en place des échantillons et conditions pour le broyage	42
II.1.3 Etapes d'élaboration par métallurgie des poudres	43
II.1.3.1 Compactage	43
II.1.3.2 Frittage	44
II.2 TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS	44
II.2.1 TECHNIQUE DE CARACTERISATIONS STRUCTURALES.....	45
II.2.1.1 Diffraction par rayons X (DRX).....	45
II.2.1.1.1 Étude de la largeur du pic	46
II.2.1.2 Microscopie à balayage électronique (MEB)	47
II.2.1.3 Étude par spectroscopie de dispersion énergétique des rayons X (EDS)	49
II.2.2 TECHNIQUE DE CARACTERISATION MECANIQUE.....	49
II.2.2.1 Observation Métallographie	50
II.2.2.2 Densité d'Archimède	51
II.2.2.3 Module d'Young.....	51
II.2.2.4 Micro dureté Vickers	51
II.2.3 TECHNIQUE DE CARACTERISATIONS TRIBOLOGIQUES	53
II.2.3.1 Evolution du coefficient du frottement.....	55
II.2.3.2 L'évolution de l'usure	55
II.3 CONCLUSIONS	56

CHAPTER III : CARACTERISATIONS METALLURGIQUES ET DISCUSSION

INTRODUCTION	58
III.1 EFFET DU TEMPS DE BROYAGE	58
III.1.1 CARACTÉRISATION STRUCTURALE	58
III.1.1.1 Morphologie et microstructure.....	58
III.1.1.2 Analyse par DRX.....	60
III.1.1.2.1 Evolutions des paramètres de maille.....	62
III.1.1.2.2 Evaluation de la taille des cristallites et la microdéformation.....	64
III.1.2 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE	66
III.1.2.1 Analyse de densité.....	66
III.1.2.2 La Porosité	67
III.1.2.3 Module de Young.....	68
III.1.2.4 La Microdureté Vickers	69
III.2 INFLUENCES DE LA TENEUR DE NIOBIUM	70
III.2.1 CARACTÉRISATION STRUCTURALE	70
III.2.1.1 Morphologie et microstructure des poudres broyées.....	70
III.2.1.2 Analyse par EDS	73
III.2.1.3 Analyse par DRX	74
III.2.1.3.1 Evolution des paramètres de maille.....	75
III.2.1.3.2 Evaluation de la taille des cristallites et la microdéformation	76
III.2.2 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE	77
III.1.2.1 Analyse de densité	78
III.1.2.2 La porosité.....	78
III.1.2.3 Module de Young	79
III.1.2.4 La Microdureté Vickers	80
III.3 CONCLUSIONS.....	81
 CHAPTER IV : COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE ET DISCUSSION	
INTRODUCTION	85
IV.1 EFFET DU TEMPS DE BROYAGE.....	85

IV.1.1 Evolution du coefficient de frottement	85
IV.1.2 Évolution du volume et du taux d'usure	86
IV.2 INFLUENCES DE LA TENEUR DE NIOBIUM.....	88
IV.2.1 Introduction	88
IV.2.2 Evolution du coefficient de frottement	89
IV.2.3 Évolution du volume et du taux d'usure	90
IV.3 CONCLUSIONS.....	92
CONCLUSION GENERALE	94
FUTURES AXES DE RECHERCHE	96
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	98

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Figure I-1 : La prothèse de hanche	6
Figure I-2 : Configuration de PTH	7
Figure I-3 : Tiges fémorales monobloc courte (a) et longue (+ tête) (b)	8
Figure I-4 : Tiges fémorales modulaires, à col fixe : le col est solidaire de la tige et monobloc, la longueur de tige est variable	8
Figure I-5 : Tige fémorale monobloc à col modulaire	9
Figure I-6 : Divers couples de frottement	11
Figure I-7 : Articulation de la hanche	12
Figure I-8 : Modes de détérioration des PTH : (a)- Effet de piston ; (b)- pivot par rapport au Milieu de la tige fémorale ; (c)- pivot par rapport au col de la tige fémorale (fatigue) ; (d) flexion en porte -à- Faux	13
Figure I-9 : Zones de fragmentation du ciment et de migration des particules	13
Figure I-10 : Radiographie d'une luxation de la prothèse totale de hanche	15
Figure I-11 : Radiographie d'un descellement de la prothèse totale de hanche	15
Figure I-12 : a) l'abrasion à deux corps et à trois corps ; b) mécanismes de l'usure abrasive	17
Figure I-13 : Usure abrasive à 2 et 3 corps	18
Figure I-14 : Biocompatibilité des différents biomatériaux métalliques	20
Figure I-15 : Structure cristallographique des mailles α et β du titane	24
Figure I-16 : transformation Cristallographie du titane pur.	25
Figure I-17 : Schéma du classement des éléments d'alliages selon leur capacité à retenir la phase α ou β	26
Figure I.18 : Représentation Schématique du diagramme pseudo-binaire d'alliages de titane.	28
Figure I.19 : Diagramme des méthodes de fabrication des poudres.	31
Figure I.20 : Broyeurs attriteur et vibrant	34
Figure I-21 : Schéma d'un broyeur à mouvement planétaire et des billes en action pendant le processus.	35
Figure I-22 : Les différents stades de densification	39
Figure I-23 : Évolution des pores lors du frittage	39

CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Figure II-1 : Diagramme schématique du mouvement planétaire et du broyeur à boulets.	43
Figure II-2 : Présentation du procédé de compression en matrice	44
Figure II-3 : Diagramme schématique de la méthode d'analyse par diffraction des rayons X (DRX).	46
Figure II-4 : Graphique du niveau de diffraction en fonction de l'angle 2θ détecté ; incluant les paramètres associés au sommet de la diffraction.	47
Figure II-5 : Les différentes particules libérées pendant de l'interaction entre les électrons incident et l'échantillon	48
Figure II-6: MEB TESCAN VEGA 3	46
Figure II-7 : Microduromètre Zwick ZHV 2.5	52
Figure II-8 : Tribomètre avec une bille sur une surface plane	54

CHAPITRE III : CARACTERISATIONS METALLURGIQUES ET DISCUSSION

Figure III-1 : Images MEB des poudres de Ti-6Al-7Nb après avoir été broyées pendant différents temps.	59
Figure III-2 : Spectres de diffraction des rayons X avec le temps	60
Figure III-3 : l'évolution du paramètre $\langle a \rangle$ (Å) de la maille des alliages de titane Ti- β (CC) avec le temps de broyage.	63
Figure III-4 : Evolution des paramètres $\langle a \rangle$ (Å) et $\langle c \rangle$ (Å) de la maille des alliages de titane Ti- α (HC) selon la période de broyage	64
Figure III-5 : Taille moyenne des cristallites, $\langle D \rangle$, (nm) de la poudre broyée en fonction de la durée de broyage.	66
Figure III-6 : Changement de la densité du Ti-6Al-7Nb en fonction du temps de broyage	67
Figure III-7 : Changement de la porosité du Ti-6Al-7Nb en fonction du temps de broyage	68
Figure III-8 : Module de Young (E) du Ti-6Al-xNb en fonction du temps de broyage	69
Figure III-9 : dureté Vickers des matériaux étudiés des alliages Ti-6Al-7Nb à différentes Temps de Broyage.	70

Figure III-10 : Images MEB de petites particules de poudre de : a) Ti, b) Al et c) Nb	71
Figure III-11 : Micrographies MEB des alliages (a) Ti-6Al-2Nb, (b) Ti-6Al-5Nb, (c) Ti-6Al-7Nb.	72
Figure III-12 : Diffractogrammes de rayons X des poudres Ti-6Al-xNb obtenues après 18h de broyage	74
Figure III-13 : Variation des paramètres de maille de la poudre broyée en fonction de la teneur en Nb.	75
Figure III-14 : Taille moyenne des cristallites, $\langle D \rangle$, (nm) et la microdéformation de la poudre broyée en fonction de la teneur en Nb.	77
Figure III-15 : Variation de la densité des matériaux étudiés du Ti-6Al-xNb en fonction de la teneur en Nb.	78
Figure III-16 : Evolution de la porosité (%) du Ti-6Al-xNb broyée en fonction de la teneur en Nb.	79
Figure III-17 : Evolution du Module de Young des matériaux étudiés des alliages Ti-6Al-xNb à différentes teneurs en Nb	80
Figure III-18 : La dureté Vickers des matériaux étudiés des alliages Ti6AlxNb avec différentes quantités de Nb.	81

CHAPITRE IV : COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE ET DISCUSSION

Figure IV-1 : Coefficient de frottement moyen des alliages de titane sous différent temps de broyage et de charge appliquée.	86
Figure IV-2 : Evolution de volume d'usure ($\times 10^6 \mu\text{m}^3$) des matériaux étudiés en fonction du temps de broyage et de charge appliquée.	87
Figure IV-3 : Evolution du taux d'usure ($\times 10^{-2} \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) des matériaux étudiés en fonction du temps de broyage et de charge appliquée.	88
Figure IV-4 : Évolution des valeurs moyennes du coefficient de frottement des échantillons de Ti-6Al-xNb compactés en fonction de la teneur en Nb testée sous différentes charges appliquées.	89
Figure IV- 5 : Evolution du volume d'usure ($\times 10^6 \mu\text{m}^3$) des échantillons de Ti-6Al-xNb broyé et compactés en fonction de la teneur en Nb et des charges appliquées.	91

Figure IV-6 : Evolution du taux d'usure ($\times 10^{-3} \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) des échantillons de Ti-6Al- 91
xNb broyés et compactés en fonction de la teneur en Nb et des charges appliquée

LISTE DES TABLEAUX**CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**

Tableau I-1 : Classification de SOFCOT	16
Tableau I-2 : Applications biomédicales et industrielles des matériaux métalliques les plus employés en médecine	23
Tableau I-3 : Techniques de broyage couramment employées	32
Tableau I-4 : Caractéristiques des différents stades du frittage	38

CHAPITRE II : MATERIAUX ET TECHNIQUES EXPERIMENTALES

Tableau II-1 : Les propriétés des composants initiaux des alliages fabriqués.	41
Tableau II-2 : les Composition chimique d'alliages Ti-6Al-xNb	42
Tableau II.3 : Les paramètres concernés dans le processus de broyage	43
Tableau II.4 : Paramètres de frittage naturel utilisés pour les poudres Ti-6Al-xNb	44
Tableau II-5 : Conditions de travail des tests d'usure en contact alternatif (bille sur plan)	55

CHAPITRE III : CARACTERISATIONS METALLURGIQUES ET DISCUSSION

Tableau III-1 : Analyse EDS des alliages Ti-6Al-xNb broyé en fonction de teneur de Nb	73
Tableau III-2 : Phases, structure et dimensions (a) et (c) des phases α et β dans les alliages Ti-6Al-xNb.	75

LISTE DES ABBREVIATIONS ET SIGNES

<i>Symboles</i>	Significations
$\beta(2\theta)$	Largeur à mi-hauteur du pic à la position 2θ en degrés
d	Taille moyenne de grains
DRX	Diffraction des rayons X
XRD	X-ray Diffraction
EDS	Spectrométrie de dispersion des électrons (de l'anglais Electron Dispersive)
MEB	Microscope électronique à balayage
D_{hkl}	Taille apparente des cristallites (direction perpendiculaire au plan (hkl)(nm))
ASTM	American Society for Testing Materials
PTH	Prothèse totale de hanche.
<i>n</i>	Entier Caractérisant L'ordre De La Diffraction
a	Résistance mécanique (MPa)
CFC	Structure cubique à faces centrées
HCP	Structure hexagonale compacte
d	Diamètre de l'empreinte (μm).
d	Diamètre (m)
d_0	Distance entre les plans atomiques
E	Module d'Young (GPa)
E	Module d'élasticité (MPa)
F	La charge appliquée
HV	Dureté Vickers
<i>l</i>	Longueur
<i>I</i>	Intensité de Courant (A)
<i>M</i>	Poids moléculaire (g/mole).
<i>MdP</i>	Métallurgie des poudres
<i>f</i>	Fréquence des micro-ondes en Hz
FWHM	Méthode de largeur à mi-hauteur (de l'anglais Full Width at Half Maximum)
<i>k</i>	Paramètre de l'équation d'Hall-Petch qui dépend de la température et de la mobilité des joints de grains
R_m	Résistance (ou contrainte) à la rupture en traction (MPa)

LISTE DES ABBREVIATIONS ET SIGNES

R_p	Résistance de polarisation ($\Omega.cm$) ²
P	Charge appliquée pour mesurer la microdureté.
B	Largeur intrinsèque (rad)
β_s	L'élargissement instrumental, c'est-à-dire la largeur mi-hauteur du pic de l'étalon (rad)
β_M	La largeur à mi-hauteur du pic de la phase analysée (rad)
ε	Déformation mesurée
ε_r	Constante diélectrique
θ	Angle d'incidence du RX de longueur d'onde λ (rad)
θ	Angle de diffraction (correspondant au plan (hkl) considéré)(rad).
K	constante de Scherrer
λ	Longueur d'ondes des rayons X
λ	Longueur d'onde du rayon X (nm)
λ	Longueur d'onde de la radiation (nm)
l	Dimension finale d'une pièce, après frittage
t	Temps de frittage
CF_{max}	Coefficient de frottement maximum.
CF_{moy}	Coefficient de frottement moyen.
PTH	Prothèse totale de hanche.
ρ	Masse volumique.

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Les biomatériaux se distinguent des autres matériaux qui améliorent la qualité de vie [1, 2]. Les implants orthopédiques figurent parmi les nombreuses utilisations des biomatériaux ; ces implants peuvent remplacer ou maintenir le tissu osseux et sont souvent nécessaires pour diverses raisons, y compris des fractures importantes et compliquées, des anomalies osseuses et articulaires, et une perte de tissu osseux [1, 2]. Un biomatériau doit avoir de bonnes propriétés chimiques, mécaniques et physiques [3].

Les matériaux métalliques sont de plus en plus employés dans les applications médicales comme implants pour remplacer des organes qui ne fonctionnent pas à un niveau acceptable ou pour remplacer des fonctionnalités perdues [4]. Les métaux sont fréquemment utilisés dans la fabrication de biomatériaux en raison de leurs excellentes caractéristiques, qui incluent une grande résistance et un grand module d'élasticité, Une capacité de traitement qui répond aux prix les plus compétitifs, avec des caractéristiques comme la conductivité électrique, la ductilité, la ténacité, ainsi que la résistance à la fatigue et à l'usure [5-8]. Ces biomatériaux, souvent utilisés pour les tissus osseux, comprennent du fer inoxydable, des alliages de titane et de cobalt-chrome. Ces applications comprennent des implants dentaires, des implants de genou et de main, ainsi que des plaques osseuses et des vis [9, 10].

Les alliages biomédicaux en titane ont des atouts pour les applications médicales où la compatibilité avec le corps est très importante [11-14]. Une forte résistance à la corrosion est due à la formation d'une couche protectrice en oxyde, surtout composée de TiO_2 . Cette couche dépend de la surface du matériau et du traitement thermochimique [15]. Le film passif naturel sur le titane et ses alliages régule la libération d'ions métalliques et la résistance à la corrosion, et il influence le bon fonctionnement des implants dans le corps [16]. De plus, comme le module d'Young et la densité du titane pur et de ses alliages sont inférieurs à ceux des autres métaux utilisés dans les implants médicaux, ils sont très utilisés en biomédecine [17]. Parmi tous les alliages de titane, le Ti-6Al-4V est beaucoup utilisé comme matériau biologique dans les dispositifs médicaux implantables [18-21]. Des études montrent que le vanadium, un élément toxique, limite l'utilisation de l'alliage Ti-6Al-4V [22-24]. La libération d'ions de vanadium par des processus liés à l'usure ou à la dissolution passive peut entraîner une réponse inflammatoire

qui blesse et même desserre le tissu environnant en raison de l'ostéolyse [11]. Un autre problème concernant l'alliage Ti-6Al-4V est la différence considérable dans le module élastique entre l'alliage (~115 GPa) et l'os cortical (~30 GPa) [25]. Quand le module d'élasticité de l'implant n'est pas identique à celui de l'os, un phénomène appelé protection contre les contraintes se produit ; Cela entraîne la résorption osseuse et, finalement, le desserrement de l'implant [26]. Par conséquent, les alliages Ti-6Al-4V ne sont pas les meilleurs matériaux pour la biomédecine [27].

Par conséquent, les scientifiques essaient de développer de nouveaux matériaux qui fonctionnent mieux et sont complètement compatibles avec le corps humain sans provoquer d'effets secondaires négatifs. Pour cette raison, les éléments bêta eutectiques (β) non allergiques et Des éléments non toxiques comme le niobium (Nb) et le fer (Fe) ont été utilisés pour fabriquer des alliages de titane qui ont une faible élasticité et une grande résistance [28, 29].

Ce travail concerne l'étude de la fabrication de l'alliage Ti-6Al-xNb en utilisant un broyeur à boulets haute énergie, Fritsch P7. Cette partie vise à étudier comment différents temps de broyage (entre 2 et 18 heures) et des teneurs en Nb ($x = 0, 2, 5$ et 7) affectent la composition chimique par rapport aux propriétés structurelles, mécaniques et tribologiques. Pour cela, différentes techniques d'analyse ont été utilisées, comme la diffraction des rayons X et la microscopie électronique à balayage (MEB) avec EDS, la microdureté Vickers, et enfin tribomètre. Cette thèse est constituée de quatre chapitres :

Le premier chapitre : est une revue bibliographique où nous avons cherché à examiner les définitions et l'histoire essentielle des prothèses orthopédiques d'une manière générale, et plus spécifiquement des prothèses de hanche, Nous y avons également présenté les matériaux particuliers utilisés en orthopédie. Les principaux types de biomatériaux, où l'accent a été mis sur les nanomatériaux, nous avons brièvement évoqué leurs propriétés, ainsi que certaines de leurs applications industrielles, et enfin leurs processus de production, y compris leur structure mécanique, que nous avons détaillés en détail.

Le chapitre deux : comporte deux sections. La première section détaille la méthode de fabrication de l'alliage nanocristallin Ti-6Al-xNb, en incluant une présentation du broyeur planétaire P7 que nous avons employé pour élaborer nos échantillons. La deuxième section

présente une description des méthodes expérimentales de caractérisation employées dans cette étude. Cette section a pour but de Plusieurs techniques, comme la microscopie optique, la microscopie à balayage, la diffraction des rayons X et la microdureté, ont été utilisées pour étudier les métaux et le frottement.

Le troisième chapitre : présente la caractérisation structurale et mécanique d'alliages, Ti-6Al-7Nb. Nous présentons et analysons les résultats sur les effets de différents temps de broyage et de la teneur en niobium sur les caractéristiques morphologiques, structurelles et mécaniques des alliages

Le quatrième chapitre : Cette étude analyse le comportement tribologique de différents alliages (Ti-6Al-xNb) sous différentes conditions de charge dans un contact alternatif. Nous allons étudier et discuter les résultats sur la friction obtenus en fonction des différents temps de broyage et des concentrations de niobium.

Enfin, un résumé général et quelques des perspectives à réfléchir pour continuer ce travail

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

INTRODUCTION

Les prothèses totales de hanche ont radicalement transformé la chirurgie de cette articulation. Ces critères étaient traditionnellement destinés aux personnes âgées, mais ils ont été étendus à des adultes jeunes. Ce changement a permis d'améliorer le diagnostic des blessures graves à la hanche. Malgré les défis techniques rencontrés lors de ces interventions, ces patients ont réussi à vivre une existence quasi normale.

Cette intervention a connu un développement remarquable qui a fortement augmenté le nombre de patients qui peuvent avoir une opération de la hanche, ainsi que les indications causales, telles que l'adrénalite associée au rhumatisme inflammatoire chronique. Le premier sous-chapitre abordera les définitions, l'histoire et les matériaux utilisés en orthopédie. Puisqu'ils sont employés dans le corps humain, ces matériaux font l'objet d'un contrôle strict tout au long de leur production et de leur usage. Le fretting, la corrosion, l'abrasion et l'usure peuvent entraîner le retrait des prothèses de hanche, ce qui diminue l'endurance de l'implant. Nous expliquerons le fonctionnement de l'articulation de la hanche. Dans la deuxième partie, l'objet de l'étude sur le titane et ses alliages. Dans la troisième partie nous allons spécifiquement détailler le processus de fabrication des alliages utilisés.

I.1. Prothèses de hanche et les problèmes associés

I.1.1 Généralités

La prothèse est un dispositif inséré dans le corps humain, afin de substituer un organe manquant ou de rétablir une fonction défaillante du fémur. Une prothèse orthopédique substitue une articulation ou un membre. L'insertion d'une prothèse articulaire requiert une expertise poussée en anatomie, biomécanique et chirurgie reconstructive du système musculosquelettique et doit être effectuée exclusivement par un chirurgien certifié. L'arthroplastie totale de la hanche ne doit être envisagée qu'après que toutes les autres options chirurgicales ont été soigneusement étudiées et jugées moins adaptées [30].

On parle de prothèse « totale » lorsqu'on remplace la tête fémorale sphérique et la cavité acétabulaire du bassin. L'articulation coxo-fémorale, communément appelée hanche est formée par ces deux dernières qui s'emboîtent l'une dans l'autre. Il existe plusieurs types de prothèses

cervico-céphaliques, y compris les prothèses monoblocs et les prothèses intermédiaires, également appelées prothèses cervico-céphaliques à cupule mobile.

Le développement de l'articulation de la hanche est constitué de :

- Insertion du col fémoral et de la cotyle naturelle dans une cupule ;
- La tête fémorale et la cotyle sont remplacées par la prothèse ;
- L'emploi du ciment associé à une réduction du diamètre de la tête fémorale prothétique et à un frottement métallique sur l'insert ;
- Le développement de nouvelles méthodes de fixation excluant l'utilisation du ciment ;
- Le remplacement de l'acétabulum par une prothèse ;
- L'emploi du ciment, couplé à une réduction du diamètre de la tête fémorale prothétique et à un frottement métallique sur l'insert ;

L'élaboration de techniques d'attachement sans recours au ciment. En France, près de 75 000 individus reçoivent une arthroplastie de la hanche chaque année, ce qui représente à peu près 1,5 % de la population. On dénombre environ 200 000 individus aux États-Unis, ce qui équivaut à approximativement 730 000 procédures exécutées annuellement à travers le monde. En Occident, c'est la sixième procédure chirurgicale la plus courante et elle compte pour 10 % des interventions réalisées par les chirurgiens orthopédistes. Depuis de nombreuses années, elle est considérée comme la chirurgie fonctionnelle la plus impressionnante parmi toutes [30].

I.1.2 Les composants d'une prothèse de hanche

Le remplacement total de la hanche est un procédé chirurgical sûr et fiable, classé parmi les opérations les plus performantes de notre établissement. Elle a révolutionné la vie de nombreux patients au quotidien. Pour les aider à bouger à nouveau tout en ayant moins mal. Il existe une variété de prothèses totales de la hanche modernes, qui varient selon leurs configurations spécifiques, les matériaux utilisés et les méthodes d'ancrage. Toutefois, la structure élémentaire de ses composants n'a pas changé depuis 40 ans.

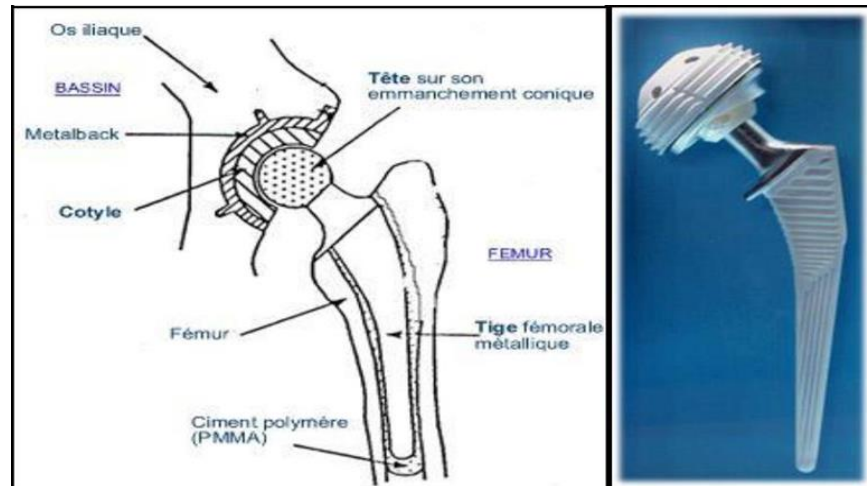


Figure I-1 : La prothèse de hanche [31].

Une prothèse totale de hanche (PTH) se compose d'un assemblage d'éléments majeurs, dont le nombre varie de deux à cinq, qui varient selon le modèle et la méthode de fixation choisie. Ces composants incluent généralement :

- La tête fémorale : Remplaçant la tête du fémur, elle est généralement fabriquée en métal, en céramique ou en alliage de titane.
- Le fût fémoral : Inséré dans le fémur, il sert à maintenir la tête fémorale en place. Il peut être cimenté ou non cimenté.
- L'acétabulum (aussi appelé cotyle) : Élément qui substitue l'acétabulum du bassin, généralement conçu en métal ou en polyéthylène de haute densité. Il comprend fréquemment une insertion en céramique ou en polyéthylène pour assurer un mouvement souple.
- L'insert acétabulaire est un élément essentiel qui peut être fabriqué en polyéthylène, en métal ou en céramique. Il est inséré dans l'acétabulum avec pour objectif d'optimiser la mobilité de la tête fémorale. Les attaches (sur certains modèles) : On peut recourir à des dispositifs de fixation, comme les vis ou les barres, pour assurer un maintien plus sûr des composants (Fig. I-2).

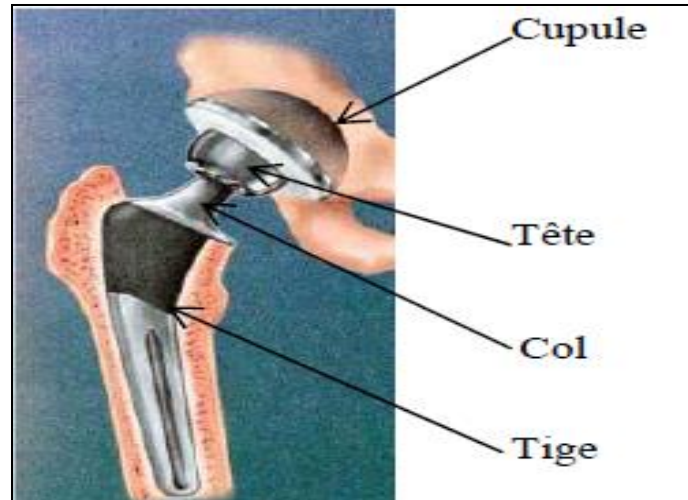


Figure I-2 : Configuration de PTH [32].

Il convient de noter que les PTH comprenant seulement deux éléments très rares. Ces prothèses sont principalement utilisées pour des patients présentant une morphologie très spécifique, fabriquées selon des dimensions précises pour répondre à des besoins particuliers.

Cependant, les industriels offrent une multitude d'options techniques, qui ont continuellement progressé dans l'objectif d'augmenter la longévité des prothèses. Une large gamme de solutions techniques est ainsi mise à disposition des chirurgiens.

En général, un chirurgien se sent plus à l'aise avec un équipement connu et auquel il fait confiance. La majorité des chirurgiens choisissent de deux à trois prothèses différentes, chacune adaptée à une indication précise. Par la suite, On sélectionne parmi ces diverses prothèses en considérant l'âge, la mobilité et le passé médical du patient [33].

I.1.2.1 La tige fémorale

La tige se compose d'une ou deux parties [34, 35] : Alors qu'une tige monobloc est constituée d'un unique élément de longueur déterminée (qu'elle soit longue ou courte) voir la Figure I-3, Une tige modulaire est composée de divers composants qui peuvent être échangés, permettant d'adapter plus précisément la prothèse aux besoins du patient, comme indique dans la Figure I-4. Ce genre de tige modulaire à « longueur variable » est couramment employé dans les révisions prothétiques, car il offre la possibilité d'ajuster sa longueur avant l'opération en fonction de la structure du fémur du patient.



Figure I-3 : Tiges fémorales monobloc courte (a) et longue (+ tête) (b) [34].



Figure I-4 : Tiges fémorales modulaires, à col fixe : le col est solidaire de la tige et monobloc, la longueur de tige est variable [35].

I.1.2.2 Le col fémoral

Il propose une alternative de modularité du côté fémoral. Cette solution permet d'ajuster l'orientation et la longueur du col fémoral en fonction des besoins anatomiques spécifiques du patient, offrant ainsi une meilleure personnalisation de l'implant [36, 37]. La tige a une longueur prédéfinie, et à son bout proximal, On ajoute un cône entre la tige et la tête. Cette jonction garantit une fixation stable et précise de la tête fémorale à la tige, contribuant ainsi à une meilleure performance de l'implant (Fig.I-5). Cette méthode technique a été instaurée pour aider le chirurgien à restaurer de manière plus efficace les caractéristiques biomécaniques de l'articulation coxo-fémorale. Cela comprend l'endroit où le centre de pivotement se trouve, comment la jambe s'incline et sa longueur. Tout cela est fait pour que ça marche du mieux possible.

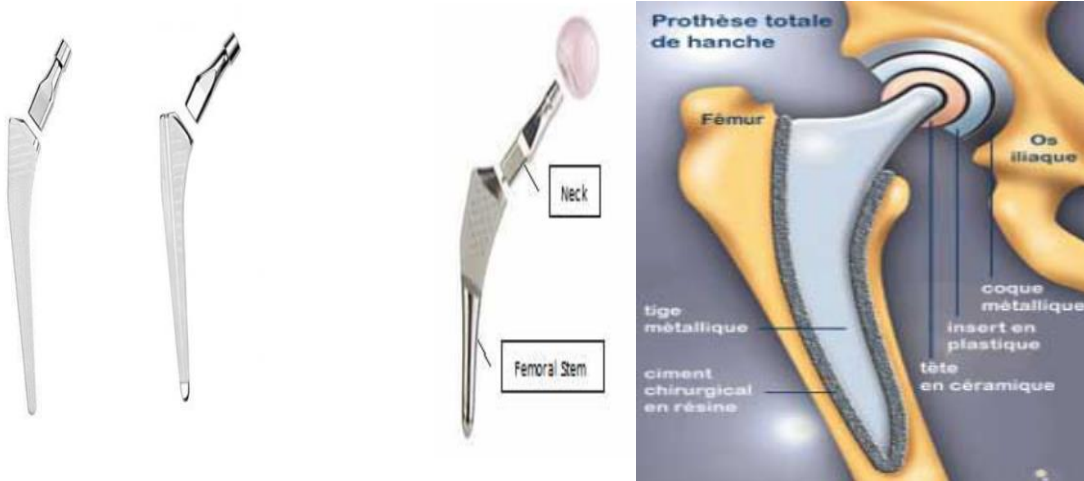


Figure I-5 : Tige fémorale monobloc à col modulaire [36].

I.1.2.3 La tête fémorale

Plusieurs dimensions sont proposées, allant de 22 mm à 46 mm, en vue de prendre en compte les disparités morphologiques des patients. Actuellement, un consensus a été établi concernant l'utilisation de billes d'un diamètre de 28 ou 22 mm [38], qui limitent le frottement entre la tête et la cotyle [39], et une réduction de l'usure lorsque l'emboîtement cotyloïdien est en polyéthylène [40, 41]. La taille de la bille a une influence sur le risque de déplacement de la prothèse de hanche [42, 43]. Il est donc essentiel de parvenir à un équilibre optimal entre ce risque et la réduction du frottement. La prothèse peut avoir une tête réalisée en métal, en acier inoxydable ou en alliage de chrome et cobalt, qui est un acier très durable [45]. Depuis le début des années 1980, des avancées technologiques ont permis l'introduction de têtes céramiques, telles que l'alumine ou la zircone, qui affichent une résistance supérieure à celle de l'acier tout en possédant des caractéristiques tribologiques bénéfiques [46].

I.1.3 Fixation de la prothèse

Il apparaît que les premières prothèses totales de hanche cimentées n'ont pas contribué à l'amélioration de la longévité de la prothèse. Et la prothèse modèle serait celle de Charnley. Les prothèses totales de hanche non cimentées, qu'elles soient avec ou sans hydroxyapatite, ainsi que les prothèses hybrides montrent après une décennie, un niveau de survie équivalent aux PTH cimentées. Pour l'instant encore, aucune donnée ne permette d'évaluer les résultats après 20 ans ou plus.

I.1.3.1 Prothèses cimentées

Lors du processus de cimentation, le praticien applique un ciment chirurgical de type polymérisé à base de résines acryliques. Ce ciment, sert uniquement à immerger une prothèse clé vers l'os, doit au préalable respecter la production et l'implémentation qui en soient des qualités essentielles. Pour garantir ses caractéristiques mécaniques [47].

I.1.3.2 Prothèses non cimentées

L'option de fixation qui ne nécessite pas l'utilisation de ciment favorise la croissance osseuse dans les cavités de surface pour fixer les implants [47]. La pièce cotyloïdienne de la prothèse peut être soit insérée dans l'os (en utilisant une vis), soit fixée par le biais d'un vissage [48]. Le coupon fémoral doit être instantanément fixé et s'ajuster suffisamment aux différences spécifiques de l'anatomie du fémur [47]. On peut recouvrir les implants avec des matériaux ostéoconducteurs, comme l'hydroxyapatite et le phosphate tricalcique, afin de favoriser la régénération osseuse [47].

I.1.3.3 Prothèses hybrides

On parle de prothèse hybride quand une partie de la prothèse est cimentée et l'autre non. La tige fémorale est fixée par ciment, alors que l'acétabulum (cotyle) n'est pas cimenté.

I.1.4 Couple de frottement

Quand l'articulation bouge, la tête du fémur repose sur la cotyle. Les deux matériaux prothétiques entrent en contact et frottent l'un contre l'autre. [49, 50]. Il y en a principalement quatre types (Fig. I-6), Aucun accord n'a été totalement établi pour lesquels [51] :

- 1- *Le couple métal-polyéthylène* : est encore fréquemment employé de nos jours, particulièrement pour les patients plus âgés.
- 2- *Le couple céramique-polyéthylène* : ce qui en fait une option intéressante pour les patients présentant des caractéristiques spécifiques. Le frottement entre une surface dure (la tête) et l'insert cotyloïdien en polyéthylène est responsable des performances de ce couple. Il a été démontré que l'érosion d'une surface d'insert plus épaisse est plus

significative lors des mouvements [52]. Notamment l'utilisation de polyéthylène haute densité, a amélioré sa durabilité et sa résistance, réduisant ainsi l'usure et la dispersion des particules autour de l'implant.

- 3- **Le couple céramique-céramique** : Cela permet d'atteindre un taux de rejet de débris extrêmement bas. Avec ce binôme (ainsi que les débris inertes) [53- 55]. Mais cela peut causer d'autres problèmes : des luxations, des fractures de la prothèse et de la céramique. [56].
- 4- **Le couple métal-métal** : Ce couple était prévu avec un faible taux de débris, mais il s'est révélé plus élevé qu'on ne l'avait prévu. L'usure peut entraîner un relargage important d'ions métalliques (chrome et cobalt principalement) [57], Cette pathologie induit fréquemment la formation de kystes et de tissus inflammatoires au niveau des prothèses. Ces tissus peuvent être symptomatiques ou non [58, 59].

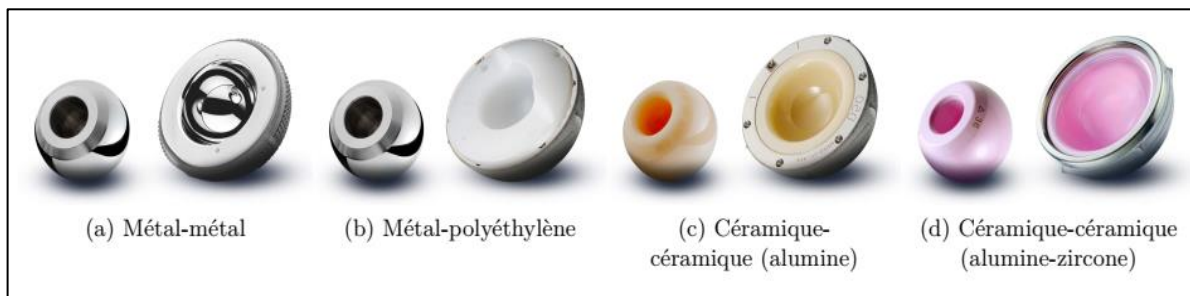


Figure I-6 : Divers couples de frottement.

I.1.5 Détérioration des prothèses totales de hanche

I.1.5.1 Fonctionnement de l'articulation fémorale

L'articulation susmentionnée présente une importante capacité de mouvement, attribuable à la forme sphérique convexe de la tête du fémur et de la cavité cotyloïde. Le bourrelet cotyloïdien, caractérisé par son élargissement de la cavité de l'articulation, joue un rôle crucial dans cette fonctionnalité, ainsi que les ligaments épais, tendus du bassin à l'extrémité supérieure du fémur, renforcent la capsule articulaire. Les douleurs articulaires causées par des problèmes de mobilité [60]. L'angle formé entre le fémur et la section centrale du fémur est de 135°. Les ligaments capsulaires renforcent la stabilité de l'articulation (Fig. I-7).

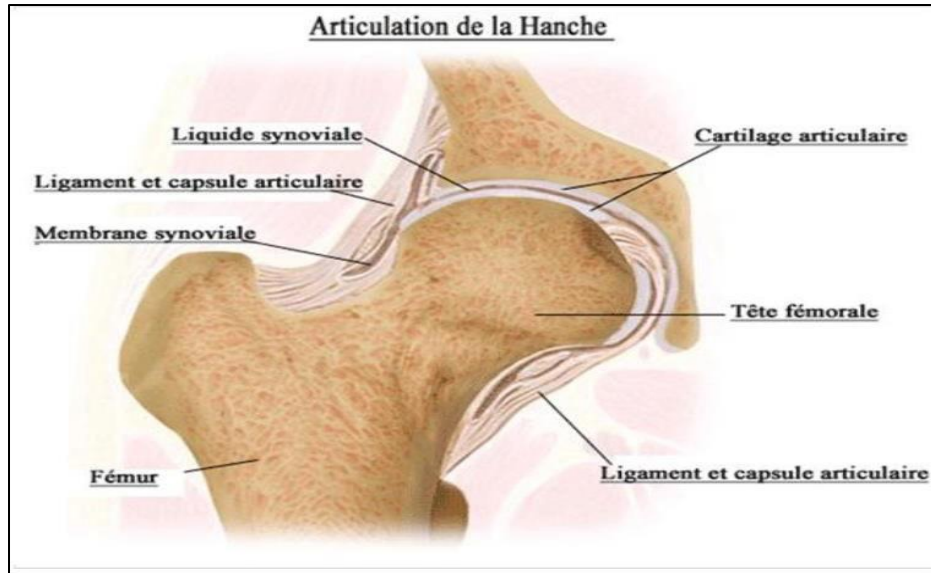


Figure I-7 : Articulation de la hanche [61].

I.1.5.2 Zones sensibles à la dégradation

Il a été constaté que de nombreuses zones du corps humain sont susceptibles d'endommager une prothèse totale de hanche. L'articulation de la tête du fémur est notamment concernée par ce problème. Nous allons aussi examiner un autre type de frottement, qui concerne les prothèses de hanche fixées avec du ciment, en regardant comment la tige fémorale interagit avec le ciment [62]. On peut noter un déplacement entre la tige prothétique et le ciment, ou entre la tige et l'os. Cette détérioration est causée par une insuffisance de ciment chirurgical, cependant peut aussi être attribué à la tendance de la force exercée à perturber le lien mécanique entre le ciment et l'os, ce qui occasionne des déplacements minimes. La (Fig. I-8) Identifie les zones où se trouvent des fragments de ciment et où le ciment est brisé. On distingue cinq zones majeures de production de débris :

La fragmentation du ciment que l'on voit dans les zones a, b et d est due à une pression intense localisée, qui provient essentiellement des liaisons pivots (Fig. I-8 b et I-8 c).

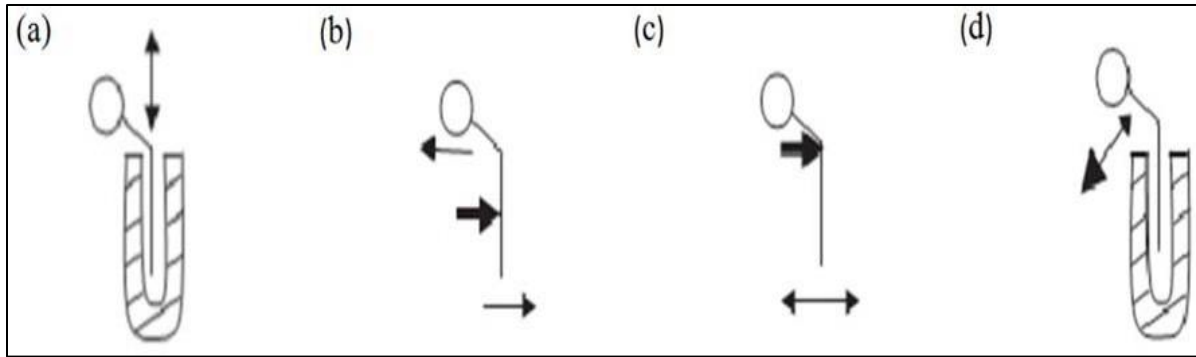


Figure I-8 : Modes de détérioration des PTH : (a)- Effet de piston ; (b)- pivot par rapport au Milieu de la tige fémorale ; (c)- pivot par rapport au col de la tige fémorale (fatigue) ; (d) flexion en porte -à- Faux [63].

Comme le montre la [Figure. I-9](#), l'effet du piston entraîne une friction entre la diaphyse fémorale et le ciment, plus précisément dans la zone C [64]. La zone E, qui représente la zone finale, indique l'usure survenant entre l'anneau cotyloïdien et le ciment. Il est important de noter que les endroits où le ciment se casse et où des débris se forment sont aussi ceux où se produit l'ostéolyse (destruction des os qui les affaiblit).

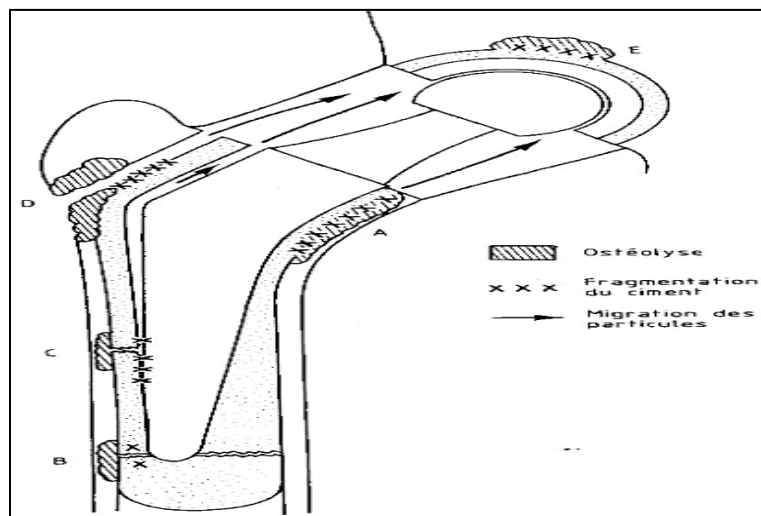


Figure I-9 : Zones de fragmentation du ciment et de migration des particules [65].

I.1.6 Problèmes liés à l'usure mécanique des surfaces articulaires

La prothèse de hanche est conçue pour soutenir le poids du corps. Pendant un pas, qui dure environ 1 seconde, La pression exercée sur la tête fémorale peut monter jusqu'à trois fois le poids de l'organisme, équivalant à 3 kN.

Pour une marche lente, on applique une force F élevée sur la tête fémorale. Lorsqu'on marche plus rapidement ou simplement lorsqu'on monte des escaliers, la force exercée peut atteindre 7 à 8 fois le poids du corps. Différentes raisons peuvent conduire à l'échec des implants, ce qui peut causer des dommages plus ou moins importants et entraîner une réinterventions [66].

I.1.6.1 Luxation

La luxation, telle qu'illustrée à la [figure I-10](#), se caractérise par la dislocation de la tête de la prothèse par rapport à l'extérieur du support de la prothèse., Cela arrive souvent dans les trois mois après l'opération à cause d'un mauvais mouvement ou d'une faiblesse des muscles. Sa fréquence est généralement d'environ 2 %. Elle suggère un autre type d'anesthésie pour remettre la prothèse en place et, dans certains cas de retour du problème, une nouvelle opération pour changer la prothèse [67].

La luxation représente la seconde complication, après le dévissage, susceptible de compromettre l'issue d'une arthroplastie totale de la hanche. La fréquence de cette variable présente une variation entre 0,11 et 9 %, en fonction des différentes séries diffusées [68]. Elle peut se produire dans des délais variables, être précoce et souvent causée par un simple faux mouvement, ou tardive et dans ce cas, survient généralement suite à un traumatisme violent. Elle peut se manifester après ou plus exceptionnellement avant, et demeurer unique ou réapparaître. Plusieurs éléments peuvent être responsables de sa naissance, tels que les facteurs liés au terrain, à la conception prothétique, à l'opération et à ses conséquences.

La multiplicité des facteurs en jeu constitue un défi majeur pour la recherche des causes et le traitement. Le choix de l'approche chirurgicale, déterminant pour la gestion de la luxation, joue un rôle crucial dans la prise en charge médicale, les luxations antérieures se produisent lors des interventions par voie antérieure.



Figure I-10 : Radiographie d'une luxation de la prothèse totale de hanche [69].

I.1.6.2 Descellement

Les prothèses ont une durée de vie finie, généralement estimée entre 15 et 20 ans. Le descellement, qui se manifeste par une mobilisation progressive de la prothèse due à une défaillance de la fixation (Fig. I-11), représente un risque pour l'évolution future des prothèses, surtout celles qui sont cimentées. Des douleurs apparaissent en marchant et même en se retournant dans le lit. Le taux de désolidarisation change selon le type de prothèse [70].



Figure I-11 : Radiographie d'un descellement de la prothèse totale de hanche [71].

Le dysfonctionnement des prothèses de hanche est causé par des problèmes mécaniques et biologiques. Bien qu'il existe plusieurs classifications de lésions osseuses, souvent très compliquées, nous adoptons celle proposée par la SOFCOT datant de 1988 (Tableau I-1), [72, 73]. Qui identifie quatre phases de détérioration au niveau de la cotyle, partagée avec le fémur.

Tableau I-1 : Classification de SOFCOT [74].

Fémur	Cotyle
Corticales correcte+ lyse de Meckel	Capital osseux correct
Corticales internes en partie disparue sous le petit trochanter	Disparitions de deux parois
Fémur placide ou disparu	Disparition de plus de deux parois et/ ou facture
Corticales externes amincies. Bonne corticale interne	Cotyles continues fragiles. Voire pellucide trou au fond

Dans un contexte clinique, le descellement se manifeste par une douleur qui apparaît dès la mise en charge, ce qui restreint l'étendue de la marche. Cette douleur est localisée à la cuisse si elle concerne un descellement fémoral, ou à la fesse si elle est d'origine cotyloïdienne.

I.1.6.3 Usure

L'usure désigne le processus qui se produit lors d'un frottement ou d'un roulement entre les surfaces de deux solides, ou encore lorsqu'un fluide chargé de particules solides s'écoule sur une surface (érosion) [74].

a. Usure par adhésion

L'abrasion est un processus mécanique d'élimination de matière résultant du frottement ou du roulement de particules rigides sur une surface en raison d'une pression extérieure [74]. Il convient de distinguer deux types de ce phénomène : l'usure abrasive à deux corps et l'usure abrasive à trois corps, comme l'illustre-la (Fig. I-12a). En effet, lors du déplacement des particules solidement fixées à la surface d'un matériau, si celles-ci traversent la surface d'un autre

matériau, on parle d'usure abrasive à deux corps. Si ces particules ont la possibilité de se déplacer librement entre les deux surfaces, on parle alors d'usure abrasive à trois corps.

Les processus qui permettent d'enlever de la matière incluent le labour, la coupe, l'usure de la surface et la fragmentation (Fig. I-12b). Mais le mécanisme le plus important pour les matériaux ductiles est l'écroutage ou le labourage, tandis que la coupe est particulièrement notable pour les matériaux fragiles. Il faut toutefois souligner qu'aucun processus n'est à lui seul responsable des pertes de matière [74, 75].

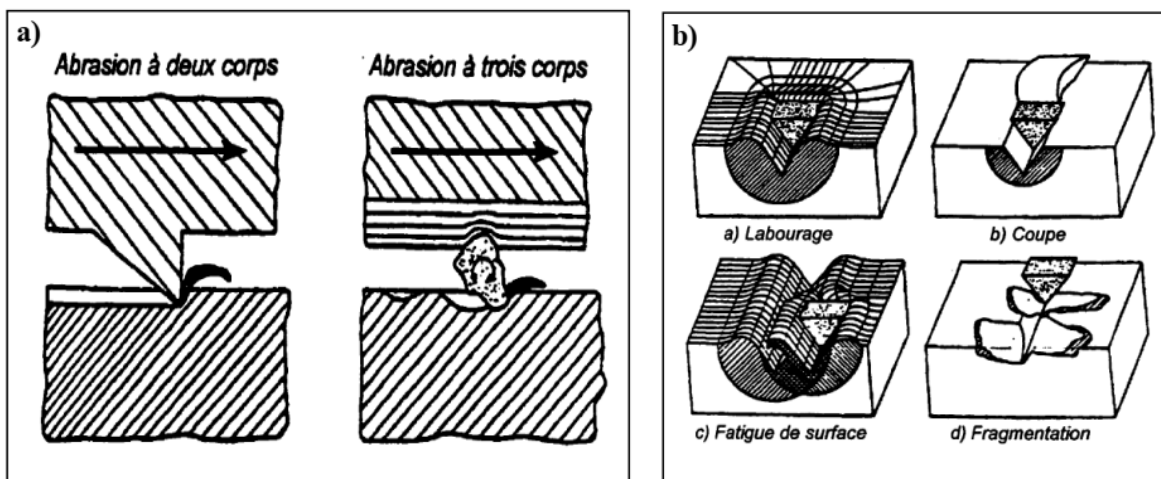


Figure I-12 : a) l'abrasion à deux corps et à trois corps ; b) mécanismes de l'usure abrasive [76].

b. Usure par abrasion

Elle est définie comme le mouvement de matière à l'occasion du déplacement de particules dures contre une surface solide. Les deux façons de perdre de la matière sont le cisaillement et la déformation, qui provoquent la formation de micro-copeaux et une déformation du matériau. L'usure abrasive se caractérise par l'apparition de rayures, de coups ou par un effet poli [77].

Ce type d'usure désigne la déformation physique d'un corps solide ou mou, avec ou sans détérioration de la matière. À l'origine, cette usure concerne seulement les corps opposés, mais elle se transforme rapidement en une usure portant sur les particules du troisième corps. Il peut donc se transformer en une usure à 2 ou 3 corps (Fig. I-13) (généralement plus légère) en

fonction des duretés relatives des 3 corps [75]. Ce type d'usure se caractérise par le micro labourage ou l'extraction de particules.

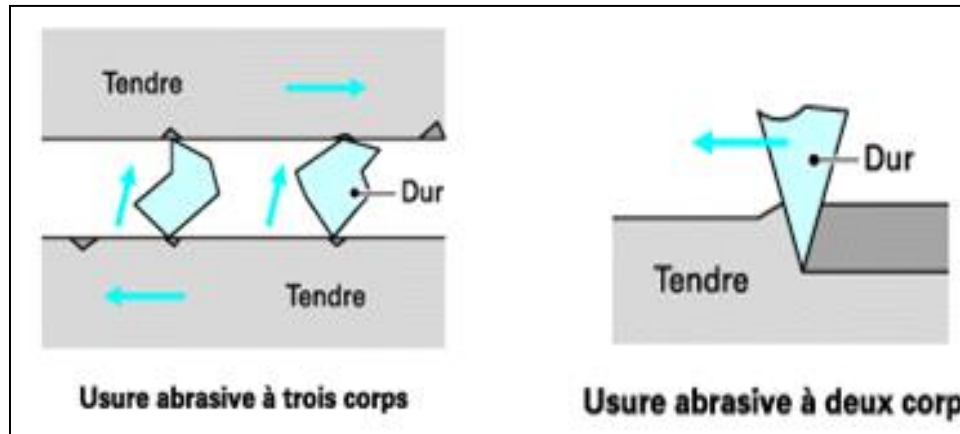


Figure I-13 : Usure abrasive à 2 et 3 corps [75].

c. Usure par érosion

Elle vient des petites particules qui sont dans un liquide en mouvement ou dans l'air. Cela fait moins de matière. L'érosion cause des fissures et de petits éclats dans les matériaux fragiles, tandis qu'elle se manifeste par des piqûres ou des rayures pour les matériaux ductiles, ou encore par du polissage [77].

d. usure par fatigue

Celle-ci survient lorsque les aspérités de contact sont soumises à des contraintes cycliques, ce qui entraîne divers types de dommages. Il est possible d'attribuer ces dommages à une fatigue mécanique ou thermique. La fatigue entraîne des fissures superficielles qui peuvent entraîner des piqûres ou des écaillages, voire la rupture [77].

e. Usure par corrosion

Dans un environnement de lubrification réactif, le frottement peut provoquer une réaction chimique spécifique entre l'environnement et les surfaces en contact entre elles en raison de l'énergie dissipée dans l'interface. Ces réactions tribologiques conduisent à la formation d'un

revêtement de surface solide, insoluble dans le milieu ambiant, d'une minceur modeste, qui se fixe aux surfaces flottantes et évite l'usure adhésive. Par la suite, le mouvement sollicite ces couches et les particules d'usure qui se forment sont alors des éclats de cette couche. En général, ces réactions sont provoquées par l'application de pressions et de températures élevées lors du contact [77].

I.1.7 Biocompatibilité

I.1.7.1 Définition

La biocompatibilité d'un matériau concerne ses interactions avec son environnement et les effets qu'elles peuvent avoir sur la santé, que ce soit à court ou à long terme, de manière temporaire ou définitive [78]. La biocompatibilité est la bonne relation entre une technologie et un organisme vivant. Il est aussi important de regarder la biocompatibilité des structures et des surfaces, même si ces deux idées sont souvent liées.

- ✓ **La biocompatibilité structurale** : l'interaction entre la structure du biomatériau et les caractéristiques du système biologique. Selon ces interactions, un biomatériau possède une certaine capacité à réaliser une tâche spécifique à l'intérieur d'un dispositif médical [79].
- ✓ **Biocompatibilité des surfaces** La biocompatibilité des surfaces signifie l'existence d'une compatibilité, tant topographique que biochimique, entre le biomatériau et les cellules environnantes. En d'autres termes, cette compatibilité se traduit par la capacité de la surface de l'implant à favoriser ou à inhiber la fixation et la prolifération des cellules [80].

I.1.7.2 Évaluation des critères biocompatibles

En prenant en compte tous ces critères biocompatibles, l'orthopédie et la dentisterie ont créé plusieurs biomatériaux minéraux cristallins : alliages de métaux nobles (Pt, Pd, Au, Ag), acier inoxydable (316L), chrome, cobalt, nickel (Ni-Cr) et titane. Les études actuelles se concentrent sur la création de matériaux qui ne sont plus inertes, mais biologiquement actifs pour interagir directement avec l'environnement biologique et favoriser la guérison [81].

Il existe différents types de biomatériaux métalliques. Par exemple :

- Le matériau bio-inerte ne libère pas de substances dangereuses, n'interagit pas avec le corps et ne participe à aucun processus biologique. C'est vrai pour le titane et ses alliages ;
- Les substances qui influencent l'attachement et la croissance des cellules. C'est aussi le cas pour des matériaux comme l'hydroxyapatite (HA), qui aide à réparer les os ;
- Il existe des éléments qui ne s'entendent pas bien avec le corps, comme le nickel et le vanadium. Ils peuvent libérer des ions nocifs pour les tissus voisins et causer des allergies ou des inflammations.

Dans ce contexte (Fig. I-14), le titane s'est rapidement imposé en raison de sa grande résistance mécanique et de son caractère biocompatible.

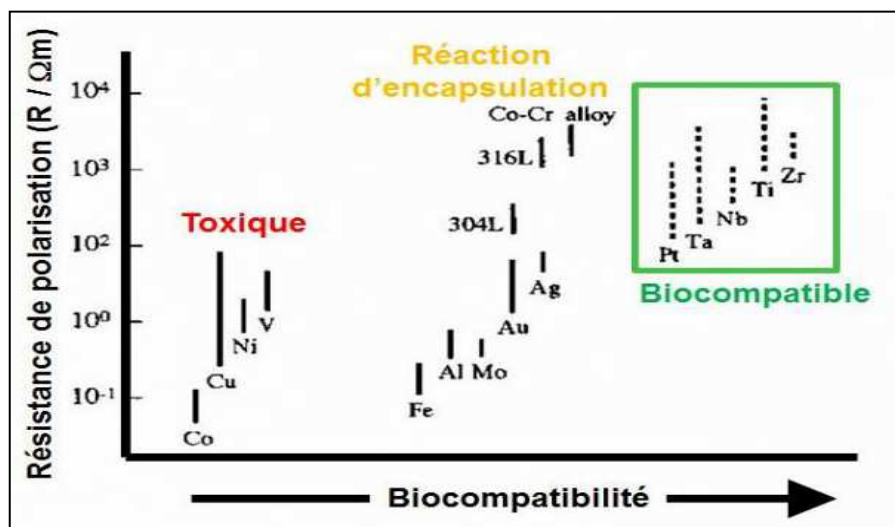


Figure I-14 : Biocompatibilité des différents biomatériaux métalliques [81].

I.1.7.3 La biocompatibilité du titane

La biocompatibilité se réfère à la capacité de l'implant et de l'organisme à interagir entre eux, où l'implant peut entraîner des réactions inflammatoires, toxiques, allergiques voire métaphasiques, tandis que l'organisme peut provoquer une dégradation physico-chimique du matériau en rassemblant des éléments biologiques. En ce qui concerne le titane et ses alliages, sa capacité à

résister à la corrosion améliorée et le faible passage des ions métalliques dans les tissus, et des métaux apparemment sans effet biologique, favorisant une meilleure biocompatibilité [81].

I.1.8 Biomatériaux

I.1.8.1 Définitions

Un biomatériau est une matière, qu'elle soit fabriquée ou naturelle, qui peut être utilisée plus de trois semaines pour aider ou remplacer un tissu, un organe ou une fonction du corps humain [82].

En outre, il s'agit de matériaux conçus pour restaurer, modifier ou traiter des tissus, organes ou fonctions du corps en contact direct avec le système biologique [83]. Il est donc prévu qu'ils soient soumis à des contraintes biologiques, mais également à des contraintes mécaniques, chimiques et biochimiques. Chaque biomatériau est sélectionné en tenant compte de son rôle et de son emplacement. Il est donc possible d'envisager des combinaisons de différents matériaux [84- 85].

I.1.8.2. Nécessité et domaine d'application

Les biomatériaux ont été améliorés pour remplacer les fonctions des organes endommagés. En général, les biomatériaux sont caractérisés par leur utilisation spécifique. Des matériaux artificiels (métaux, alliages métalliques, céramiques, matières plastiques) et naturels (corail, nacre, cellulose, autogreffes, hétérogreffes...) sont synchronisés.

En outre, l'application principale des biomatériaux se concentre sur deux domaines d'intervention spécifiques : la préparation et la restauration de l'intégrité fonctionnelle. Elle les expose à des contraintes biologiques lors de leur implantation, le milieu artificiel étant particulièrement corrosif.

I.1.8.3 Différentes classes des biomatériaux

Une classification des biomatériaux est communément établie en quatre grandes catégories : les céramiques, les polymères, les métalliques et les autres matériaux.

I.1.8.3.1 Céramiques

Les céramiques présentent des bénéfices tels que leur biocompatibilité (notamment avec l'os), leur inertie, leur résistance aux interactions microbiennes et aux contraintes de compression. Les désavantages comprennent : La fragilité, la capacité de désagrégation potentiellement catastrophique et la complexité de l'installation sont des caractéristiques attribuables à la composition atomique des céramiques. Néanmoins, les atomes des métaux présentent une faible liaison et une capacité de mobilité, tandis que les céramiques sont caractérisées par des liaisons fortes et des structures composites.

Il est à noter que certaines céramiques, verres et composites se distinguent par une capacité de contenance particulièrement élevée, favorisant ainsi l'adhésion directe de l'os. Ces céramiques « bioactives », dont la performance dans les domaines de l'orthopédie est remarquable, sont capables de provoquer l'adhésion de l'os à leur surface grâce à une couche de phosphate de calcium.

I.1.8.3.2 Polymères

Les polymères sont des matériaux dont la composition chimique et les propriétés physiques peuvent varier de manière significative, ce qui les rend très utiles dans le domaine médical. Ils peuvent être souples ou durs, solides ou se décomposer naturellement, et ont des formes compliquées

Les polymères sont formés par polymérisation de molécules plus petites, appelées monomères.

I.1.8.3.3 Métaux et alliages

Les métaux utilisés comme biomatériaux offrent des caractéristiques mécaniques notables, avec des limites d'élasticité et des résistances à la rupture supérieures. Ils ont été conçus afin de faire face à la corrosion. Ils sont largement reconnus en orthopédie : articulations de substitution pour la hanche ou le genou. Les implants sont un atout majeur pour notre établissement, car ils contribuent à réduire la souffrance des patients et à rétablir efficacement la fonction des articulations affectées par l'usure ou des lésions. On utilise souvent des plaques et des vis

métalliques pour fixer des os. Le défaut des métaux réside dans leur grande sensibilité à la corrosion, ce qui a conduit à la sélection d'alliages tels que le titane et le cobalt-chrome.

Le titane et ses alliages sont des matériaux de choix dans le secteur médical en raison de leur combinaison exceptionnelle de résistance et de légèreté et ne réagissent pas avec le corps. Ils seront étudiés plus en détail par la suite. Le [Tableau I-2](#) présente les matériaux métalliques utilisés en médecine et dans l'industrie.

Tableau I-2 : Applications biomédicales et industrielles des matériaux métalliques les plus employés en médecine [88].

Matériaux	Applications Biomédicales	Applications industrielles (Exemples)	Eléments
Titane et alliages de Titane	Prothèse de la hanche Vis, Implants dentaires	Aérospatiale Echangeurs de chaleur Bâtons de golf	Titane, Aluminium, Vanadium
Nitinol (Ni-Ti)	Stents, Filtres à veine cave, Odontologie	Monture de lunettes	Nickel, titane
Alliages de Co-Cr Aciers inoxydables	Odontologie, Prothèse de la hanche Valves cardiaques Stents, Vis et plaques de Fixation, pompes , valves	Turbine, aérospatial Tuyauterie Electroménager Ustensiles de cuisine	Cobalt, chrome, molybdène, fer, nickel Fer, chrome, Nickel, Manganèse, Molybdène

I.2 Généralités sur les matériaux étudiés

I.2.1 Le titane et ses alliages

I.2.1.1 Le titane pur

Le titane fait partie du groupe IV et de la période 4 du tableau périodique, avec le numéro 22. Le titane, La règle de Klechkowski dit que la sous-couche électronique (d) se trouve en dessous d'une sous-couche (s) qui est pleine. Par exemple, pour le titane (Ti), la configuration est : $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^2$. Il peut donc faire des ions avec différents niveaux d'oxydation, comme le monoxyde de titane, le trioxyde de di-titane, le dioxyde de titane et le trioxyde de titane.

À température ambiante, on observe un alliage de titane commercialement pur avec un maximum de 1% d'autres atomes. Cette phase présente les paramètres cristallographiques suivants : $a = b = 0,295 \text{ nm}$ et $c = 0,468 \text{ nm}$. À l'état pur, sa température de fusion est de $1668 \text{ }^\circ\text{C}$, ce qui en fait un siège de transformation allotropique de type martensitique à environ $882 \text{ }^\circ\text{C}$ (aussi connue sous le nom de transus β) (Fig. I-15). La structure cristalline hexagonale compacte (HC) du titane est appelée phase alpha (α). Quand sa température dépasse $882 \text{ }^\circ\text{C}$, il se produit une transition de phase qui change sa structure cristallographique en cubique centrée, connue sous le nom de phase bêta (β), qui est la phase Ti_β . Observer Figure I-16, Elle se maintient jusqu'à $1672 \text{ }^\circ\text{C}$, à partir de quoi le matériau passe à l'état liquide [89]. En ce moment, on utilise l'alliage Ti-6Al-4V, mais il contient du vanadium et un peu d'aluminium, qui sont tous les deux nocifs pour la santé humaine. Cependant, cet alliage ne peut pas être utilisé en médecine à cause de ses dangers pour la santé.

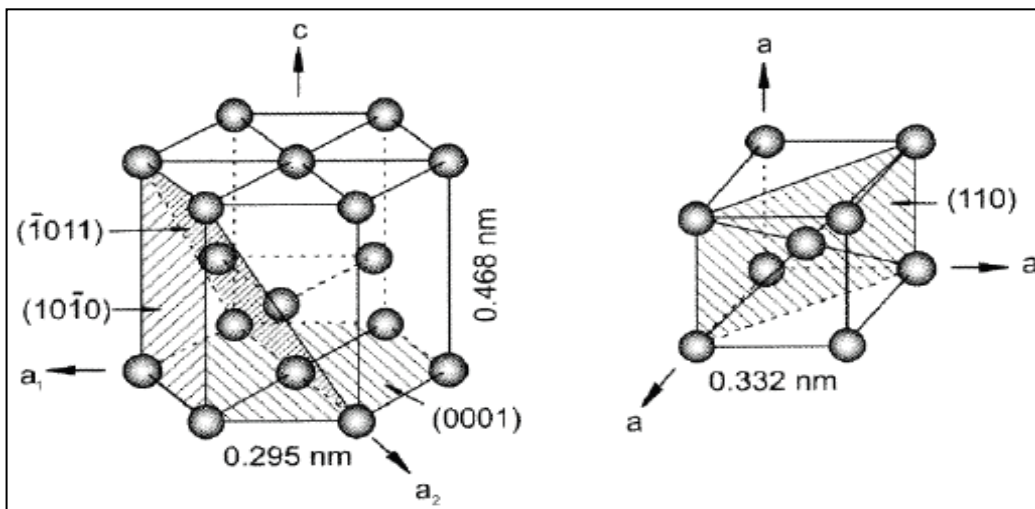


Figure 1-15 : Structure cristallographique des mailles α et β du titane [89].



Figure 1-16 : transformation allotropique du titane pur [89].

I.2.1.2 Les alliages de titane

Comme nous l'avons déjà souligné, la modification de la structure cristalline du titane pur, par des traitements thermiques et l'adjonction d'éléments d'alliage, est à l'origine de la vaste gamme d'alliages de titane est largement employé dans les domaines biomédicaux pour substituer les tissus durs tels que les os ou les dents, dans des applications cardiaques comme les valves cardiaques, dans la fabrication de prothèses, etc [90]. À cause sa faible densité, sa résistance élevée et sa bonne biocompatibilité font de ce matériau un candidat idéal pour la création de dispositifs médicaux. Toutefois, l'emploi du titane pur restreint grandement les domaines d'application auquel il peut être employé, car ses caractéristiques mécaniques ne sont pas les meilleures. On utilise des alliages de titane plutôt que du titane pur pour les implants orthopédiques et d'autres applications de haut niveau, où l'ajout de divers éléments d'alliage permet d'améliorer considérablement ses propriétés, pour les applications nécessaires.

Les alliages de titane utilisés en médecine doivent être compatibles avec le corps humain et solides. De plus, leur module d'élasticité de Young ne doit pas être trop élevé par rapport à celui de l'os ($E = 110$ GPa), afin d'éviter une défaillance prématurée de l'implant. Pour garantir la performance mécanique des alliages en médecine, des matériaux supplémentaires tels que Fe, Al,

Mo, Nb, Ta et Zr sont ajoutés, avec un rapport de charge spécifié [91, 92]. Cela permet de mélanger une grande résistance avec une élasticité semblable à celle des os ($E = 20$ GPa), pour améliorer la façon dont les os se remodelent et s'encapsulent.

Pour améliorer la résistance et la durabilité des alliages de titane, on peut changer leur composition en ajoutant d'autres éléments ou en modifiant leur structure cristalline. En plus, un alliage de titane ajouté de Nb ou Zr ne résistera pas aussi bien à la corrosion et à l'usure que l'alliage de titane standard TiAl6V4 [93- 95].

L'élément d'alliage est appelé soit alphagène, soit bétagène, soit neutre en fonction de sa propension à stabiliser l'une ou l'autre des deux formes allotropiques [96, 97]. On peut voir ce schéma dans la (Fig. I-17).

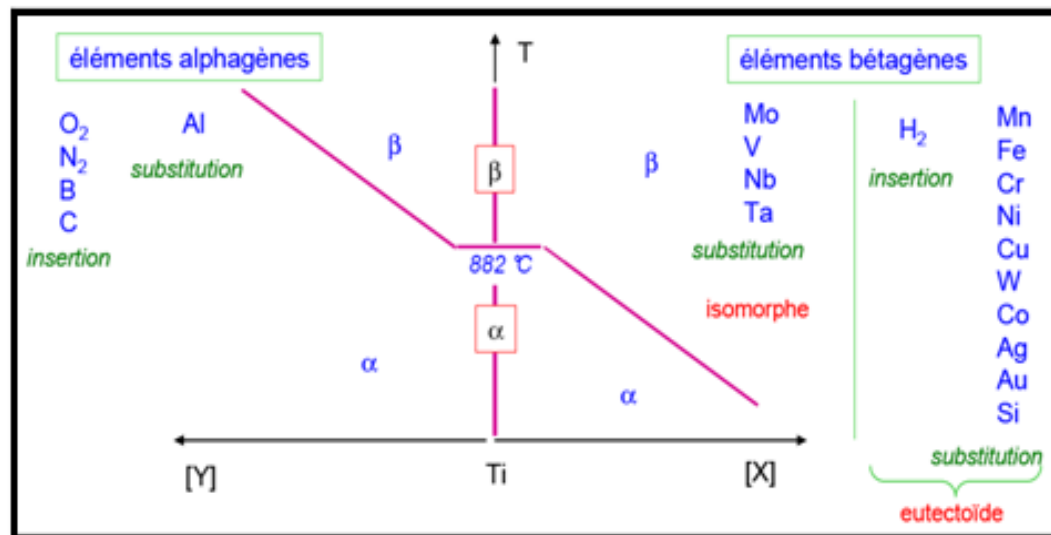


Figure I-17 : Schéma du classement des éléments d'alliages selon leur capacité à retenir la phase α ou β [96, 97].

Dans les composants bétagènes, on identifie des composants isomorphes qui conduisent à une solution solide ininterrompue et des composants eutectoïdes qui stimulent la création de composés intermétalliques [98, 99].

Compte tenu de la possibilité que le titane et ses alliages se trouvent en plusieurs phases décrites ci-dessus, leur champ d'application est très varié et peut inclure l'industrie aérospatiale, le domaine médical, l'industrie automobile, entre autres.

Certes, les alliages de titane ont une gamme assez complète, ce qui différencie considérablement leur constitution d'application à l'application. Cette différenciation est directement liée à la composition chimique et aux traitements thermiques employés et peut, selon la nature de ses microstructures, être classée en trois catégories : α , β et aussi $\alpha+\beta$ [89]

a. Les éléments alphagènes : La caractérisation du type d'alliage se fait par la présence d'un certain type de stabilisants, c'est-à-dire lorsque sont agrégés dans le titane des éléments chimiques, tels que l'aluminium (Al), l'azote (N), l'oxygène (O) ou le carbone (C), ces stabilisants sont appelés α . L'ajout de ces éléments tend à augmenter la dureté et la résistance mécanique, étant généralement de densité inférieure [90].

b. Les éléments d'addition bêtagènes : En réduisant la température de transus, on stabilise la phase β . On distingue deux catégories d'éléments bêtagènes : les isomorphes (Mo, V, Nb et Ta) qui constituent une solution solide au titane. Les eutectoïdes interstitiels (H) ou substitutionnels (Mn, Fe, Cr, Ni, Cu, W, Co, Ag, Au et Si) peuvent, en fonction de leur quantité, produire des composés eutectoïdes au titane.

Les alliages ne conviennent pas aux applications à basse température et entraînent une fracture, car s'ils sont à haute température, ils offrent une grande flexibilité, à basse température, ils deviennent fragiles, étant préférés pour les applications nécessitant une résistance à chaud [100].

c. Les éléments neutres tels Sn, Zr, Hf et Ga n'ont pas de solubilité préférentielle dans l'une ou l'autre de ces deux phases, et donc pas ou peu d'influence sur la température de transes. Ils provoquent essentiellement une consolidation de la solution solide.

On distingue cinq types d'alliages de titane :

Le classement de ces éléments s'effectue en fonction de la nature des phases dominantes à température ambiante dans le contexte d'utilisation [101]. On peut visualiser ces alliages sur une représentation pseudo-binaire, basée sur la température et le pourcentage d'éléments bêtagènes [102]. Ce schéma est présenté (Fig. I-18).

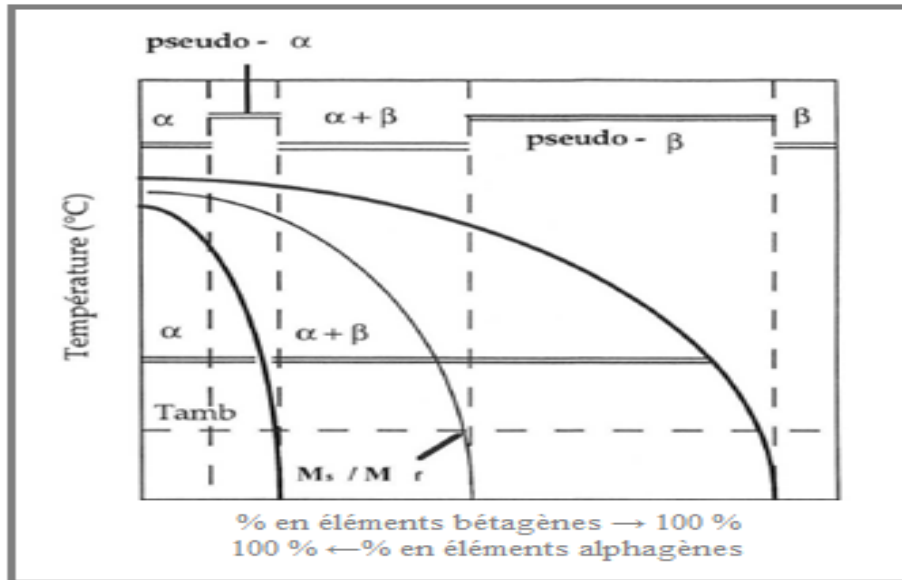


Figure I-18 : Représentation Schématique du diagramme pseudo-binaire d'alliages de titane.

En fonction du type d'éléments additionnels (alphagènes ou bêtagènes), les différents alliages peuvent être comparés suivant leur équivalent Al ou Mo, notés respectivement Al_{eq} ou MO_{eq} [103]. Al_{eq} représente la teneur en aluminium qui est équivalente à la somme pondérée des quantités d'éléments α -gènes présents dans l'alliage, tandis que MO_{eq} représente la teneur en molybdène qui est équivalente à la somme pondérée des quantités d'éléments β -gènes. Les valeurs d'équivalence sont données par les relations suivantes :

- Al_{eq} (% massique) = $Al + Sn/3 + Zr/6 + 10 O_2$
- MO_{eq} (% massique) = $Mo + V/1,5 + Cr/0,6 + Fe/0,35 + Cu/1,3 + Nb/3,6$

Ainsi, Il a été observé que les phases α et β sont présentes dans le titane pur ainsi que dans les alliages de titane [104]. Les caractéristiques de maille du titane pur en phase hexagonale ont également été étudiées, à température ambiante : $aa = 2,95 \text{ \AA}$ et $Ca = 4,68 \text{ \AA}$. La phase haute température ~ est cubique centrée de paramètre $ap = 3,28 \text{ \AA}$. Pour les alliages de titane, ces paramètres changent selon la quantité d'éléments additionnels : les paramètres de la phase α présentent une stabilité significative, contrairement au paramètre de la phase β qui est très sensible aux variations de composition chimique [105- 107].

I.3 Les matériaux nanostructures

I.3.1 Introduction

Depuis les années 1980, la recherche en nanotechnologie a permis de mettre en évidence des caractéristiques physiques et chimiques distinctes entre les matériaux à l'échelle nanométrique et les microstructures. Cette revue bibliographique a pour objectif de présenter une synthèse des matériaux nanostructures, incluant leur catégorisation, leurs principales caractéristiques, ainsi que leurs multiples applications et les deux principales méthodes de création des nanomatériaux. En outre, nous répertorierons diverses méthodes de production, y compris la méthode mécanique. Enfin, nous présenterons en détail les phénomènes provoqués par le broyage haute énergie des poudres.

I.3.2 Les nanomatériaux

Les nanomatériaux sont définis comme étant des substances polycristallines, qu'elles soient monophasées ou polyphasées, et dont les grains ont une taille inférieure à 100 nm [108-111]. Cette limite de 100 nm est une mesure clé qui reflète la réalité physique des matériaux massifs, où la proportion volumique des atomes présents dans les joints de particules diminue de manière significative dès cette taille [112]. Par conséquent, une grande partie des atomes d'un nanomatériau se trouve dans les joints de grains [113]. Donc, les nanomatériaux constituent une catégorie de matériaux possédant des attributs distinctifs par rapport aux matériaux classiques.

Une vaste variété de techniques physiques, chimiques et mécaniques est utilisée pour obtenir des matériaux nanostructures. Ces dernières concernent principalement la mécanosynthèse (alliage technique, milling à balles, mécanochimie).

Durant cette thèse, nous aborderons les diverses techniques pour obtenir ces nanomatériaux sous forme de pulvérisation et/ou de masse. On présentera les caractéristiques particulières générées par cette échelle nanométrique. On traitera également du marché des nanomatériaux et de leurs applications.

I.3.3 Classement des nanomatériaux

Il est essentiel de comprendre la notion de transformation soudaine des caractéristiques physiques et chimiques d'un matériau. Cette transformation se caractérise par une diminution significative de la taille des cristallites, qui est habituellement comprise entre 10 et 100 nanomètres. Ainsi, un nanomatériau se définit comme un objet pour lequel ces caractéristiques subissent une altération majeure, induite par une réduction de la dimension de ses cristallites. Elle présentait une forte corrélation avec la caractéristique recherchée. En outre, des recherches supplémentaires ont révélé qu'elle était également associée à une propriété spécifique du matériau lui-même (inorganique, organique, semi-conducteur, métallique). On peut classer 4 principales catégories de nanomatériaux en se basant sur la dimensionnalité :

- **Matériaux de dimension 0** : Les groupes d'atomes, qu'ils soient dispersés, aléatoires ou structurés.
- **Matériaux de dimension 1** : ce sont des matériaux en couches tels que les nanofils ou les nanotubes.
- **Matériaux de dimension 2** : sont des matériaux en fine couche, à l'instar des dépôts d'agrégats ou des revêtements épais obtenus par projection de plasma ou par des méthodes électrochimiques.
- **Matériaux de dimension 3** : Correspondent aux matériaux solides tels que les céramiques et les métaux structure nanométrique.

I.3.4 Propriétés spécifique des nanomatériaux

Les structures nanométriques offrent la possibilité d'élaborer des matériaux inédits qui possèdent des caractéristiques spécifiques en matière de physique, mécanique, électricité, magnétique, optique et catalytique, qui peuvent parfois être différentes selon la taille du matériau [114].

I.3.5 Méthodes de fabrication des nanomatériaux

I.3.5.1 Les techniques et les procédés de préparation des poudres

Il convient de noter que le comportement de la poudre lors de sa formation et de son processus de frittage est grandement influencé par la méthode utilisée pour obtenir ladite poudre. Chaque

technique impose à la poudre des caractéristiques physico-chimiques et mécaniques données (dimension et forme de la particule, composition granulométrique, état de surface, pureté...) (Fig. I-19).

Caractéristiques de la poudre = fonction de la technique de préparation

On peut diviser les techniques d'élaboration des poudres comme suit :

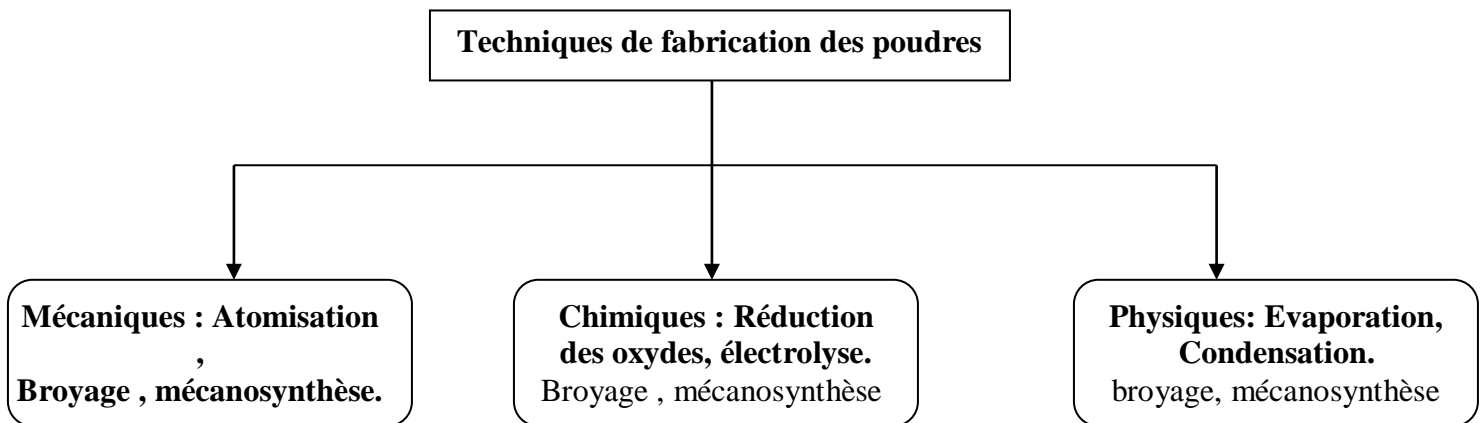


Figure I-19 : Diagramme des méthodes de fabrication des poudres.

I.3.5.2 Synthèse mécanique

Le broyage à haute puissance consiste à mélanger fortement une poudre et des billes dans un récipient étanche. À cause des chocs, les particules de poudre se déforment, se cassent et se recollent, ce qui entraîne un mélange de leurs différents éléments. La relation entre les fractures et les recollages influe sur la taille des poudres à la fin du processus. Ces mécanismes sont à l'origine de la formation d'une structure de très petits cristaux. Pendant le broyage, la poudre se déforme beaucoup, Cette situation induit la formation de multiples imperfections, telles que des vides et des espaces, ainsi que des zones de cisaillement résultant de mouvements internes. Par destruction et réassemblage, ces défauts se transforment en surfaces, créant des zones plus petites et donc des sous-grains. [87, 88]. On appelle ce technique la polygonisation des grains.

Lors du broyage, la dimension des sous-grains se réduit. Cependant, la contrainte minimale σ_p requise pour la déformation plastique d'un matériau peut se révéler [117]

$$\sigma_p = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \text{ (loi de Hall Petch)..... (Eq. I.1)}$$

Les constantes σ_0 et k se diffèrent selon le matériau et la taille des sous-grains. Pendant le broyage, la contrainte de déformation plastique σ_p augmente avec d . Quand la contrainte σ_p est plus élevée que celle appliquée pendant les chocs, cette contrainte n'est pas assez forte pour déformer le matériau de façon permanente.

I.3.5.2.1 Broyage des poudres

Le broyage visait à rendre la poudre plus réactive pour le frittage. La rupture par choc et l'usure par frottement sont les principales façons dont le broyage se produit. On recense les diverses méthodes de broyage dans le [tableau I-3](#).

La taille des particules est une caractéristique physico-chimique qui varie selon la méthode d'analyse employée. Postérieurement au broyage, la taille des particules demeure constante, car l'énergie produite n'est plus assez forte pour casser les particules qui deviennent de plus en plus petites et qui ont moins de faiblesses [118].

Tableau I-3 : Techniques de broyage couramment employées [118].

Technique	Mécanisme de broyage
Broyeur à marteaux	Impact
Broyeur planétaire	Impact
Tourne-jarres	Impact
Attrition	Frottement, cisaillement

I.3.5.2.2 Création de nanostructures magnétiques

La fabrication de poudres très fines utilise plusieurs méthodes, comme la chimie douce (sol-gel, précipitation), l'évaporation-condensation, les jets atomiques et le broyage à haute énergie. Cette méthode de fabrication est très efficace. Cette technique permet la création d'alliages par le biais

d'un mélange de poudres simples.

a. Broyage mécanique d'énergie plus élevée

Dans les années 60, J. Benjamin a mis au point une méthode permettant de mélanger des oxydes, notamment l'alumine (Al_2O_3) et Y_2O_3 dans des alliages de nickel. L'objectif de cette démarche est d'optimiser les propriétés mécaniques de ces matériaux [119]. Cette méthode a été utilisée depuis les années 80 pour faire des alliages amorphes [120, 121], des solutions stables avec des éléments qui ne s'accordent pas et des matériaux très petits [122, 123].

Dans la littérature scientifique anglo-saxonne, deux objectifs sont communément proposés pour décrire le broyage à haute énergie. Le premier est le « mechanical milling » ou « grinding », qui désigne le processus de création des poudres nanostructurés à partir des poudres de base, lesquelles n'ont pas la même composition que le produit final. Le second terme est aussi « mechanical milling » ou « grinding », mais il concerne la mécanosynthèse directe. Ce procédé de broyage mécanique implique l'enfermement de poudres de métal, d'alliages ou de composés, afin de générer un matériau nanostructural dont l'homogénéité est relativement faible.

b. Méthode de broyage à haute énergie

Le broyage mécanique à haute puissance utilise une jarre avec des billes en acier et une poudre, qui peut être faite de différentes poudres ou de poudres précuites. La force centrifuge, combinée aux impacts répétés des billes contre les parois de la jarre fait que le mélange se cassera jusqu'à obtenir de très petites particules. On peut utiliser divers broyeurs, tels que le broyeur attriteur qui déplace les billes grâce à des palettes en mouvement rotatif (Figure. I-20. a), Le broyeur vibrant où les billes bougent grâce à des vibrations rapides (Figure. I-20. b) et Le broyeur planétaire où les billes bougent grâce à la rotation du jarre (Figure. I-21). Pour cette recherche, nous avons choisi le type trois.

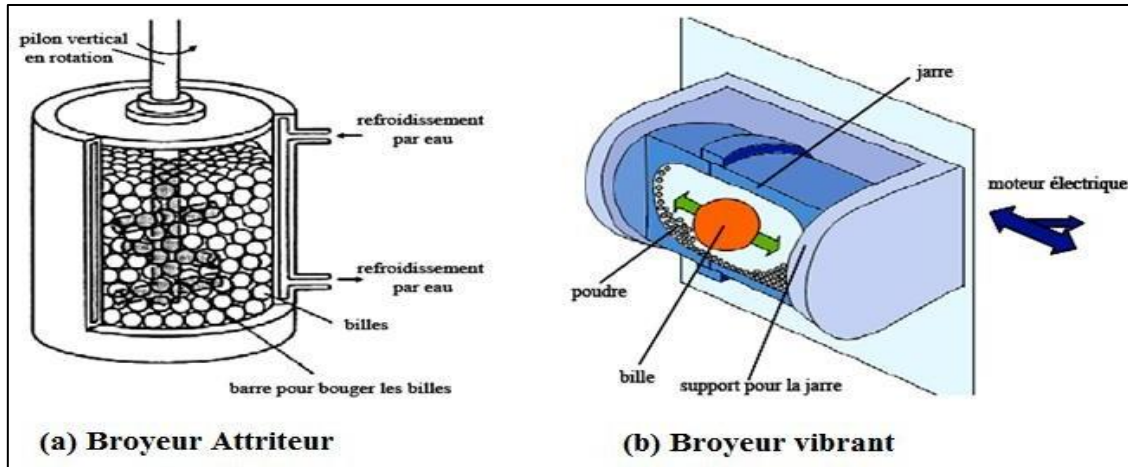


Figure I-20 : Broyeurs attriteur et vibrant.

a. Le broyeur planétaire

Dans le contexte des broyeurs centrifuges, des récipients, équipés de billes de 1 ou 2 cm de diamètre et de poudre, sont fixés à des bras rotatifs, qui sont eux-mêmes montés sur un plateau en mouvement. Les jarres du rayon R tournent à une certaine vitesse, tandis que le plateau du même rayon avance à cette même vitesse (Fig. I-21). Le broyage se fait par collisions ou par frottements. À part le chauffage extérieur, la température des jarres change entre 50 et 120 degrés Celsius selon le mouvement des billes. La température augmente localement entre 60 et 300 degrés Celsius. Pour éviter de trop chauffer, le broyage se fait souvent en plusieurs étapes, avec des pauses entre chaque étape. En général, la stabilité de l'état stable se fait entre 24 et 100 heures de broyage, selon les matériaux [124]. Dans les labos, on utilise surtout des broyeurs planétaires Fritsch Pulvérisette, comme les modèles P7, P6, P5 et P4. Ils servent à transformer les solides en poudre ou en petites particules.

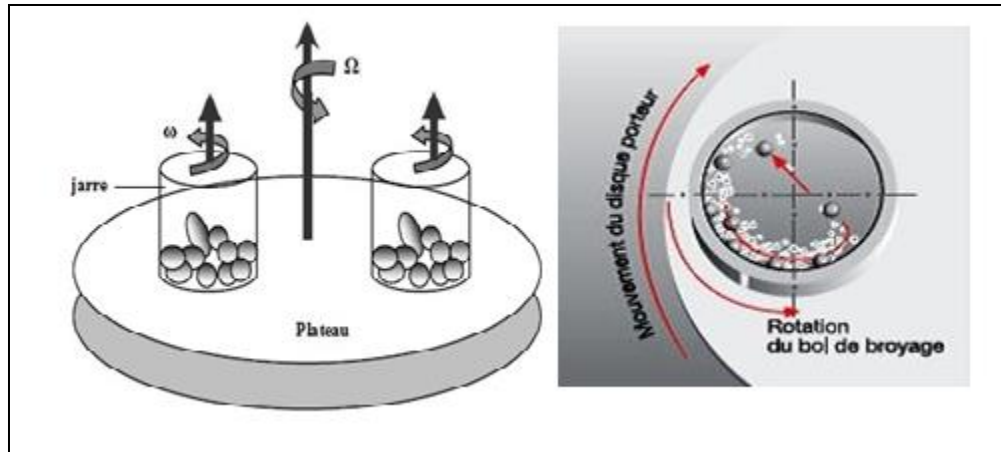


Figure I-21 : Schéma d'un broyeur à mouvement planétaire et des billes en action pendant le processus.

I.3.5.2.2 Formation des phases et mécanisme physique du broyage

La production d'un composant à partir d'éléments purs ou mélangés, par broyage mécanique, implique des processus répétitifs de soudage et de casse, résultant des interactions entre les billes, les poudres et les parois de la jarre. Le mélange des particules pendant le broyage s'effectue par soudage et rupture des poudres, générant un mélange très fin des matériaux de départ. La réduction des particules en poudre donne naissance à de nouvelles surfaces pouvant se séparer d'autres particules ou sur lesquelles des petits morceaux peuvent s'accrocher. La combinaison des atomes est vérifiée par la répartition à froid des atomes du soluté dans le solvant, en raison des irrégularités créées pendant le processus. L'ajout d'énergie aux poudres permet de créer de nouvelles phases, telles que des formes amorphes, des solutions solides ou des composés intermétalliques. Il a été observé que les processus de fracture et de soudage présentent des similitudes, ce qui garantit une taille constante des particules. La diffusion et la formation des fissures dans le cristal déterminent la taille minimale des particules [125]. Par ailleurs, il est important de noter que le broyage mécanique se distingue des méthodes traditionnelles par son caractère dynamique, impliquant des déformations et de la chaleur générées par les impacts. [126].

I.3.5.2.3 Les facteurs concernant la mécanosynthèse

Le broyage mécanique dépend de nombreux facteurs qui affectent beaucoup la composition du produit final. On peut séparer les paramètres qu'on peut contrôler de ceux qu'on ne peut pas contrôler ou qu'on maîtrise mal.

a- Les choses que l'on peut contrôler

- **L'énergie du broyeur** : Elle change selon le type de broyeur. En général, plus on a d'énergie, plus on finit le produit rapidement [99]. Un autre point important est l'énergie du broyeur : sa vitesse de broyage. Un rythme trop rapide fait que les billes restent collées aux parois sans toucher la poudre et chauffe la jarre, ce qui nuit au produit final (comme l'oxydation) [128, 129] ;
- **Le type de billes** : Elle prend en en considération le type d'acier des billes, ainsi que leur taille et leur nombre, étant donné que ces éléments exercent une influence sur le processus de broyage [118-120] ;
- **Le rapport masse bille/masse poudre** : Il exerce une influence sur le processus de formation des phases dans les poudres écrasées. Sa proportion peut varier dans une fourchette allant de 1/1 et 220/1. En augmentant ce ratio, on peut réduire le temps nécessaire pour obtenir le produit final [128-130] ;
- **La quantité de billes dans la jarre** : Si le volume de la jarre est trop petit ou trop grand, cela diminue son efficacité. Il est conseillé de remplir la jarre à 50 ou 60 % de sa capacité totale. La quantité de billes dans la jarre peut influencer le produit final [128-130] ;
- **Temps de broyage** : Le temps nécessaire à l'obtention du résultat final est déterminé par ce critère. Cette durée est fonction de la méthode de broyage employée, de l'effet des billes sur la poudre (collisions ou frottements) et de la température régnant lors du processus de broyage [130] ;
- **Broyage en continu ou par étapes** : Il est possible d'obtenir un produit qui diffère de celui obtenu par un broyage continu [131].

b- Les paramètres non contrôlables

- L'atmosphère dans laquelle le processus a lieu peut influencer sur les caractéristiques du produit final et sa taille. Il est communément admis d'utiliser des gaz inertes tels que l'argon (Ar) et l'hélium (He) afin de prévenir toute forme de contamination. Néanmoins, il est également possible d'employer de l'air, de l'azote (N₂) ou de l'hydrogène (H₂) afin de générer des nitrures, des hydrures, des oxydes, et autres substances. [128, 129]. On a remarqué que les gaz inertes causent des défauts dans le matériau, mais aussi qu'ils peuvent rester piégés dans le produit final [132]. La mécanosynthèse peut se faire dans un environnement sec (comme l'air ou des gaz comme l'argon, l'hélium, l'azote ou l'hydrogène) ou humide (en ajoutant des composés organiques dans un gaz inerte) ;
- La température de broyage affecte le résultat final du produit. Une température élevée fait grossir les cristaux, mais diminue leurs contraintes et leur solubilité à l'état solide [128, 129]. La température augmente pendant le broyage et est plus élevée quand le produit final est créé. Une différence a été observée entre la température des billes et celle de la paroi, ainsi qu'entre les différents types de poudres broyées [133].
- La contamination représente un défi majeur dans le domaine de la mécanosynthèse [128, 129].

I.3.6. Frittage

Ce traitement à chaud se fait à une température plus basse que celle de fusion, pour garder une bonne résistance. On peut expliquer simplement le frittage comme le processus de rendre un groupe de petites particules plus solide grâce à la chaleur, avec ou sans fusion de certaines de ces particules. Pendant le chauffage, la pièce devient plus dense en réduisant son volume. Pendant le traitement, si la chaleur est assez bonne pour que la matière se diffuse, deux choses se produisent en même temps : les grains se soudent et deviennent plus gros, ce qui réduit la surface. On observe généralement trois étapes dans le frittage qui se déroulent à la fois pendant le chauffage et la phase de frittage :

- Les particules se regroupent et se collent, parfois aidées par un liquide ;
- Rendre les grains plus compacts et enlever les espaces entre eux ;
- Augmentation des grains et disparition des petites trous fermés.

Il y a deux sortes de frittage

- Lorsqu'une partie de la matière passe à l'état liquide, des phénomènes de viscosité et de mouillabilité se manifestent ;
- Dans l'état solide, quand il n'y a pas de fusion, seuls les petits défauts sont importants.

Pour augmenter la densité, on fait souvent un traitement thermique sous pression. Pour résumer les étapes du frittage, le [Tableau I-4](#) présente l'affectation de la température sur la densité, le type de porosité, la taille et la forme des grains.

Tableau I-4 Caractéristiques des différents stades du frittage.

Caractéristiques	Stade initial	Stade intermédiaire	Stade final
Densité (% théorique)	Fraction solide de poudre	< 94 %	> 94 %
Type de pores	Ouvert	Ouvert	Fermé
Forme des pores	Espace entre particules de poudre	Arrondie Cylindrique	Sphérique
Taille es grains	≅ Taille initiale	>Taille initiale	>Taille intermédiaire

I.3.6.1 Frittage en phase solide

Lors de ce frittage, Les éléments demeurent solides et le compactage fait que les grains se soude et changent de forme. La densification se fait en trois étapes pendant le frittage à l'état solide, comme l'indique la courbe montrant l'évolution de la densité au fil du temps ([Fig. I-22](#)) :

Extraction de l'échantillon du moule.

- Il s'agit ici de la première étape du processus, à savoir la formation et la croissance des ponts entre les grains, qui a une densité de 0,65 ;
- La prochaine étape consiste à enlever la porosité ouverte qui apparaît avec des densités relatives entre 0,65 et 0,92 ;
- La dernière étape consiste à augmenter la taille des grains tout en réduisant les espaces vides jusqu'à l'achèvement du frittage. Il est à noter que cette phase représente la partie la

plus ardue du processus.

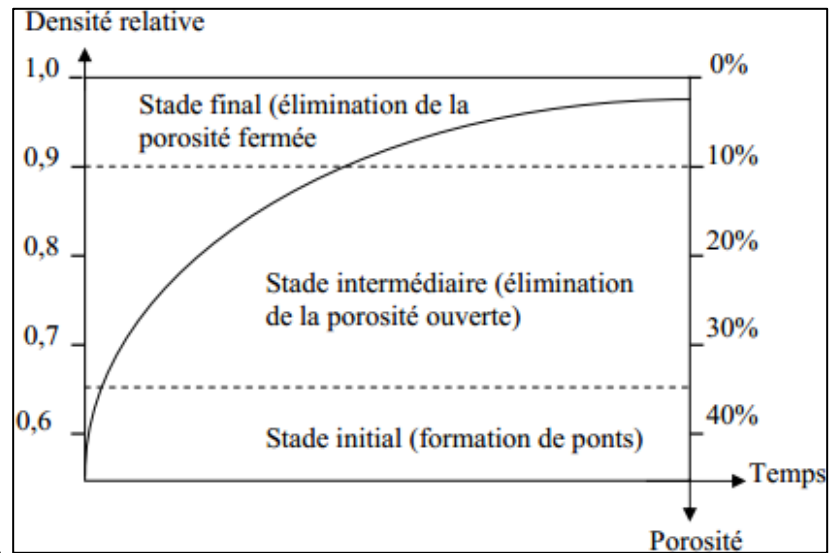
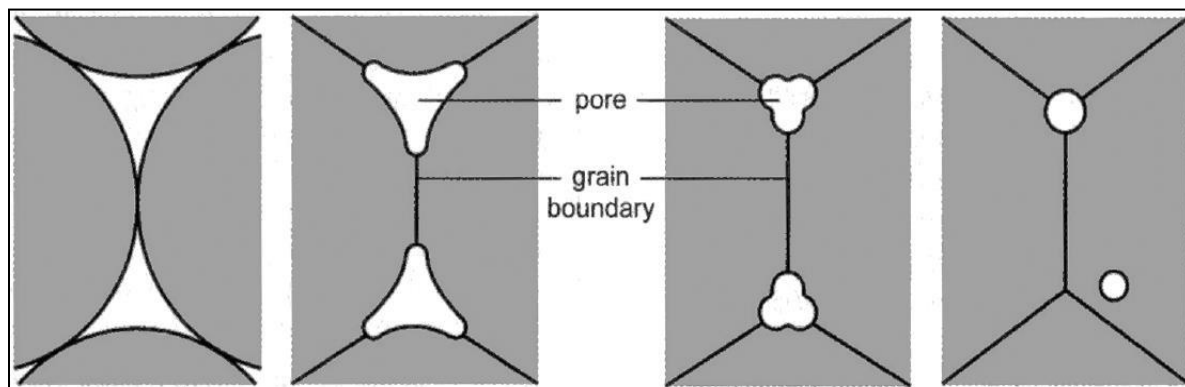


Figure I-22 : Les différents stades de densification [134].

Le processus de frittage induit un changement de la forme et du nombre de pores comme l'illustre la Figure I-23 [135]. Avec des pores qui deviennent plus grands, leur nombre diminue. Ainsi, au stade final, les grains grossissent plus vite parce qu'il y a moins de pores.



Avant frittage

stade initial

stade intermédiaire

stade final

Figure I-23 : Évolution des pores lors du frittage [135].

I.3.7 Compaction sèche des poudres

Dans cette méthode, on coule progressivement les poudres dans un moule en acier, en utilisant une compression légère. En règle générale, cette méthode est suivie d'une pression isostatique et sera considérée pour la production de pièces de formes complexes. Puisque cela s'applique également à la méthode du pressage isostatique, et de manière industrielle. Globalement, la capacité d'une poudre à être pressée se manifeste principalement en changeant la densité d'un échantillon selon la pression. On peut mesurer la densité pendant ou après le pressage.

I.4 CONCLUSIONS

Dans ce chapitre, nous avons parlé de quelques points importants à propos des prothèses de hanche et leurs difficultés. Les zones vulnérables à l'érosion et leurs difficultés ont été expliquées de manière précise. Les divers biomatériaux employés dans la fabrication de ces membres sont présentés de manière succincte. Toute la recherche bibliographique permet de saisir les caractéristiques physicochimiques des biomatériaux et leurs différentes méthodes de synthèse.

CHAPITRE II
MATERIAUX ET TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

INTRODUCTION

Ce chapitre présente les matériaux utilisés pour cette étude. Il explique comment on fabrique ces alliages et comment on compacte les poudres. Le frittage est la dernière étape de la fabrication. Nous présentons ensuite en détail les méthodes de caractérisation utilisées pour caractériser les poudres obtenues. L'utilité et le concept de chaque méthode de caractérisation utilisée seront expliqués. Parmi les outils de mesure, on peut citer le microscope électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons X (XRD) et la microdureté Vickers, et enfin le tribomètre.

II.1 Matériaux et synthèses

II.1.1 Matériaux étudiés

Pour fabriquer du Ti-6Al-xNb, on utilise surtout des poudres de titane, d'aluminium et de niobium très pur. Sa pureté dépassait 99,94 %. Nous avons rassemblé les informations les plus importantes sur ces poudres dans le [Tableau II-1](#).

Tableau II-1 : Les propriétés des composants initiaux des alliages fabriqués.

Eléments	Pureté %	Forme	Point de fusion (°C)	Taille de particule
Ti	> 99,94	Sphérique	1670	150 µm
Al	99,99	Sphérique	660	10 µm
Nb	> 99,94	Angulaire	2468	45 µm

Au Laboratoire de l'Université Larbi Ben M'hidi d'Oum El Bouaghi, nous avons utilisé un broyeur à boulets Fritsch P7 à haute énergie pour broyer les poudres dans une période allant de 2 à 18 heures. Ensuite, les alliages Ti-6Al-xNb broyées ont été pressées uniaxialement à 100 MPa, Ensuite, placées au four à vide poussé à 3×10^{-5} mbar à 1150 °C pendant 1 h [136]. Les échantillons frittés ont ensuite été pressés isostatiquement à chaud en utilisant ASEA-HIP à 1050 °C pour obtenir une porosité fermée [137-139].

II.1.2 Synthèse

II .1.2.1 Mise en place des échantillons et conditions pour le broyage

Pour préparer les échantillons, nous avons utilisé deux séries d'alliages nanocristallins, le Ti-6Al-7Nb. Le temps de broyage a été prolongé de 2 à 18 heures et Ti-6Al-xNb avec une teneur variable en niobium ($x=0, 2, 5$ et 7% en poids), Quatre types d'alliages ont été étudiés, caractérisés par des variations dans la proportion du troisième élément par rapport au poids total de l'échantillon, comme indiqué dans le tableau ci-dessous ([tableau II-2](#)).

Tableau II-2 : les Composition chimique d'alliagesTi-6Al-xNb.

Alliage	Composition chimique (at. %)		
	Ti	Al	Nb
Ti-6Al	94	6	/
Ti-6Al-2Nb	92	6	2
Ti-6Al-5Nb	89	6	5
Ti-6Al-7Nb	87	6	7

En utilisant une balance analytique, on a pesé les poudres dans les proportions souhaitées. Pour garantir une répartition uniforme des composants de départ. Ensuite, on a placé le mélange de poudres préparé dans une enceinte, Le milieu de broyage est constitué d'un récipient de 100 ml contenant des billes d'alumine de 12 mm de diamètre comme l'illustre la [Figure. II-1](#). Le rapport pondéral de la bille à la poudre s'élevait à environ 20. Afin d'éviter une surchauffe excessive, Le broyage est généralement réalisé en plusieurs phases, avec des pauses intermédiaires. Le broyage s'est déroulé par intervalles de 15 minutes, avec une pause de 5 minutes entre chaque intervalle. Les flacons ont été ouverts Après une durée de refroidissement comprise entre 35 et 40 minutes. Ce genre de broyeur présente non seulement un avantage en termes d'énergie d'impact, mais aussi une fréquence élevée qui pourrait réduire la durée du broyage et élever la température interne des jarres, qui pourrait approximativement atteindre 393K. pendant un broyage de 30 à 60 minutes. Le broyage a été fait à température ambiante, D'après les conditions du [Tableau II-3](#).

Tableau II-3 : Les paramètres concernés dans le processus de broyage.

Vitesse d broyage (tr/mn)	410
Capacité de la jarre (ml)	100
Diamètre des billes (mm)	12
Durée de broyage (h)	2-18
Rapport masse billes-poudre	20 : 1
Nombre de billes	5
Masse d'une bille (g)	0.6
Masse totale de la poudre utilisée dans une jarre (g)	1.5-3
Cycle de broyage	15 min de broyage et 5 min de pause

Les poudres résultantes du broyage ont été analysées à différents temps et avec des teneurs en Nb dans l'alliage Ti-6Al-xNb en utilisant MEB, DRX et EDS.

**Figure II-1** : Diagramme schématique du mouvement planétaire et du broyeur à boulets.

II.1.3. Etapes d'élaboration par métallurgie des poudres

II.1.3.1 Compactage

Il est possible de décrire les étapes majeures par le biais d'une compression matricielle, comme l'illustre la [Figure II-2](#). C'est composé de quatre étapes : Après avoir remplir la matrice, compresser ou charger, décharger ou retirer le poinçon avant d'éjecter.

Après chaque opération de broyage. Les poudres broyées de Ti-6Al-7Nb (6 % en poids d'Al, 7 % en poids de Nb et le reste Ti), Ils ont été soumis à une pression uniaxiale de 100 MPa. Cette procédure a permis la formation de disques ronds de 13 mm de largeur et d'une épaisseur de 5 mm.. Par l'intermédiaire d'une matrice en acier rigide, Le volume des poudres est réduit en moyenne d'au moins la moitié et les grains alors sont liés mécaniquement. La pièce est très friable mais peut être manipulée (Fig. II-2).

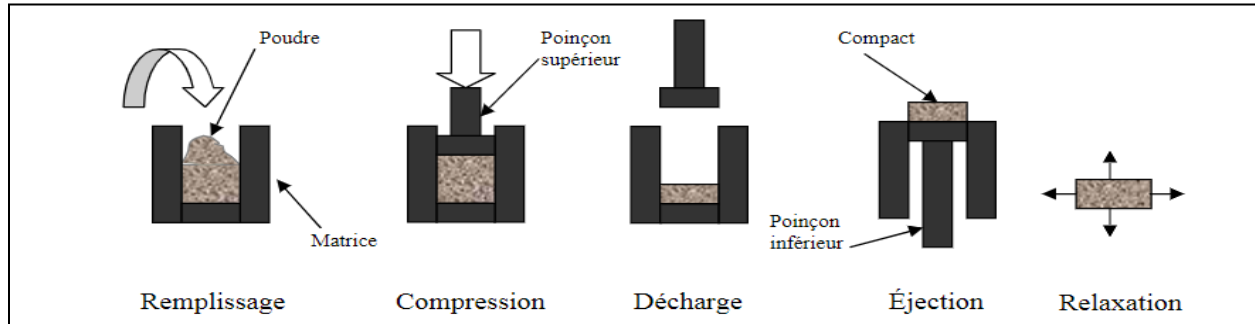


Figure II-2 : Présentation du procédé de compression en matrice [140].

II.1.3.2 Frittage

Les échantillons ont été frittés dans un four à vide poussé jusqu'à 3×10^{-5} mbar à 1150 °C [141]. Le Tableau II-4 regroupe les paramètres du cycle thermique utilisé.

Tableau II-4 : Paramètres de frittage naturel utilisés pour les poudres Ti-6Al-xNb.

Paramètres du cycle thermique		
Durée de la rampe de chauffage (mn)	Palier en température	Durée de la rampe de refroidissement (mn)
60	1150 °C	90

II.2. TECHNIQUES DE CARACTERISATIONS

Différentes méthodes ont été utilisées pour optimiser l'analyse des échantillons ceci inclut l'utilisation de techniques de pointe pour la caractérisation structurale, mécanique et tribologique des matériaux préparés. Comme suit : Les différentes étapes ont été identifiées par le biais de microscopie électronique à balayage, EDS et diffraction des rayons X, dans cet ordre et vérifier

la composition chimique. Le Microduromètre, ainsi que l'usure en contact alternatif, ont servi à effectuer la caractérisation structurale. Il convient de souligner que toutes ces caractérisations ont été réalisées à température ambiante.

II.2.1 TECHNIQUE DE CARACTERISATIONS STRUCTURALES

II.2.1.1 Diffraction par rayons X (DRX)

Principe

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique d'analyse largement utilisée pour la caractérisation des matériaux, qu'ils se présentent à l'état massif ou sous forme de poudre. Elle facilite l'identification des phases minérales micro et polycristallines présentes dans les matériaux. L'approche générale du DRX implique d'injecter l'échantillon en rayons X et d'observer la répartition des rayons X en fonction de leur direction dans l'espace. L'interférence entre les rayons X diffusés entraîne des pics d'intensité dans certaines directions, ce que nous appelons la « diffraction ». L'intensité identifiée est enregistrée en relation avec l'angle de déviation 2θ « deux-thêta » du faisceau (Fig.II-3), et la courbe résultante est désignée sous le terme de diffractogrammes. L'étude des fluctuations de l'intensité diffractée, liées à l'angle d'incidence, permet d'identifier les caractéristiques cristallographiques et microstructurales du matériau examiné [142, 143]. Pour que le rayonnement X émis dans une direction précise soit visible, les atomes du cristal doivent être en phase (ce qui crée des interférences positives): la présence d'un faisceau diffracté, comme illustré dans la Figure II-3. Cette observation valide la loi de diffraction de Bragg, formulée comme suit [144].

$$2d_{hkl}\sin\theta=n\lambda \dots\dots\dots (Eq. II-1)$$

Où :

L'angle de Bragg est défini par θ , l'ordre de diffraction par n , la longueur d'onde des rayons X par λ et la distance interréticulaire par d_{hkl} . h , k et l sont les indices de Miller.

Il faut reconnaître au moins trois de ces pics distinctifs pour détecter une phase, tandis que sa prédominance est signalée par les plus forts [145].

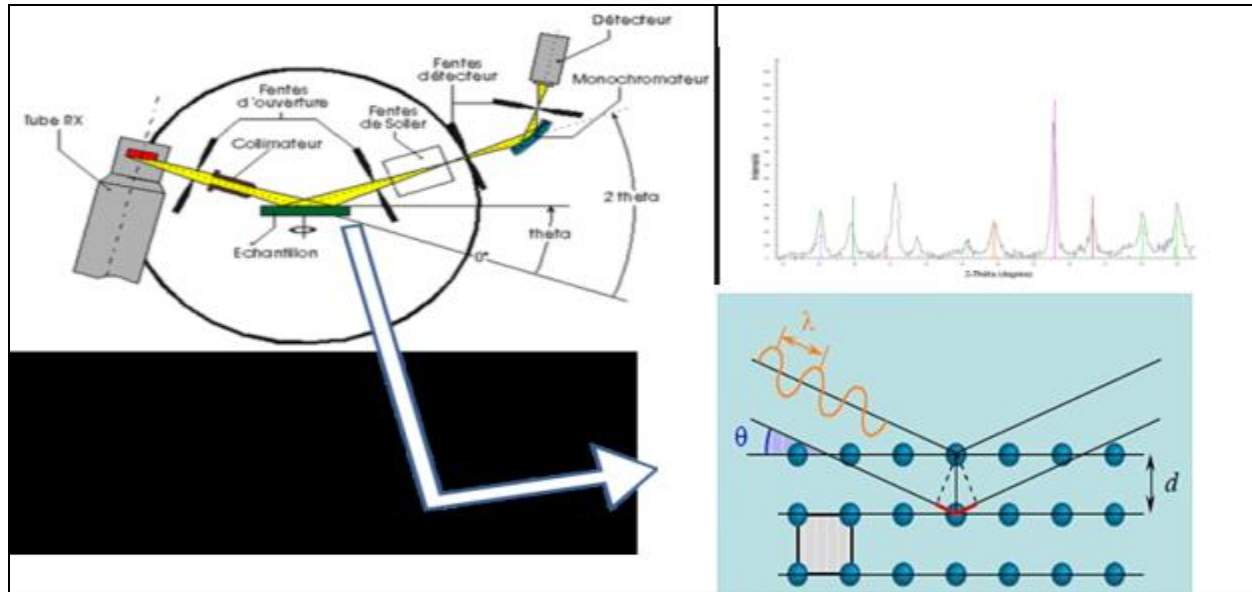


Figure II-3 : Diagramme schématique de la méthode d'analyse par diffraction des rayons X (DRX).

b. Appareillage

Durant cette recherche, nous avons procédé à des analyses. Sur différents échantillons présentés sous forme de poudres ou de pastilles avec un diffractomètre goniomètre de texture MFDP (multi figure de pole) doté d'un détecteur courbe CPS 120 °C (INEL), qui offre la possibilité de recueillir simultanément les photons provenant de l'échantillon sur une plage angulaire de 120°. L'anticathode en cuivre de la source de rayons X a été utilisée avec une longueur d'onde de 0,15406 Å. Pour identifier les phases, on couvre un intervalle de 20 à 120° (en 2θ) avec des étapes de 0,005° (en 2θ).

II.2.1.1.1 Étude de la largeur du pic

Quand un faisceau de rayons X d'une seule couleur passe à travers une surface qui les diffuse, il se produit que la loi de Bragg précédemment définie se manifeste. On peut montrer l'intensité de La diffraction selon l'angle 2θ du détecteur, basée sur un pic de diffraction qui indique la position 2θ du cristal analysé. La hauteur maximale du pic dépend de son intensité I_{max} . Il a été démontré que le pic de diffraction peut être perturbé par un bruit de fond résultant de la fluorescence X de l'échantillon, de la diffusion incohérente, de la diffusion provenant des

appareils, des substrats d'échantillon et de l'air. On détermine donc la hauteur nette du pic d'intensité I_{nette} par la différence entre I_{max} et B_f , pour la position 2θ qui correspond à I_{max} .

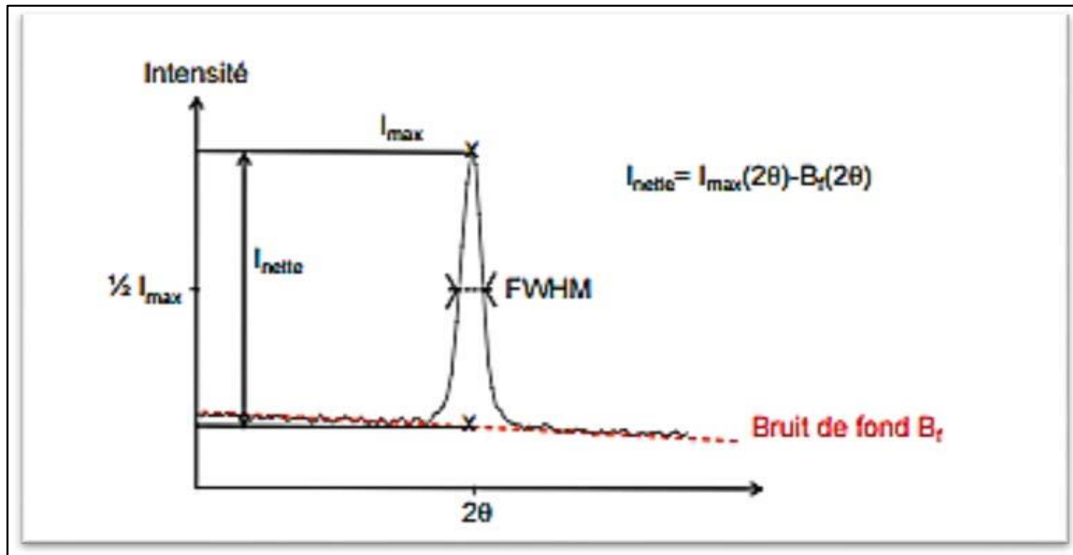


Figure II-4 : Graphique du niveau de diffraction en fonction de l'angle 2θ détecté ; incluant les paramètres associés au sommet de la diffraction.

Pour la détermination de la largeur du pic de diffraction, deux mesures sont couramment utilisées. La première est la largeur à mi-hauteur, désignée par l'acronyme FWHM (Full Width Half Maximum). La seconde est la largeur intégrale (LI). La première (FWHM) représente la largeur en degré du segment qui atteint la raie à une hauteur nette équivalente ($1/2I_{\text{max}}$) (Fig. II-4). La largeur intégrale (LI) correspond à la surface qui se situe sous le pic, en fonction de son intensité nette.

II.2.1.2 Microscopie à balayage électronique

a. Principe

La microscopie électronique à balayage, également désignée par les acronymes SEM ou MEB, est une technique de microscopie électronique qui permet d'obtenir des images d'une grande précision de la surface d'un échantillon. En utilisant les interactions entre les électrons et la matière. La source émet des électrons qui, lorsqu'ils entrent en collision avec la surface de

l'échantillon à examiner, libèrent différentes particules (rayonnement et électrons d'énergies différentes) (Fig. II-5). Divers outils sont utilisés pour collecter et examiner ces particules, Ainsi, une représentation de la surface est créée, comprenant à la fois sa composition physique et chimique, ainsi que sa structure cristalline.

Appareillage

Afin de procéder à l'analyse du mélange broyé et des particules, nous avons eu recours à la microscopie électronique à balayage (JSM-3C, JEOL). Il est équipé d'un détecteur SE et d'un détecteur BSE. Les échantillons sont placés sur une colle en carbone appliquée sur un métal, puis on regarde à l'intérieur d'un vide. Ce microscope optique MO est capable d'observer des structures d'une dimension pouvant aller des millimètres au nanomètre, ce qui donne une résolution mille fois plus grande. Il est équipé de détecteurs d'énergie dispersée (EDS) pour la spectrométrie des rayons X. (MEB TESCAN VEGA 3) (Fig. II-6) sur une tension de l'ordre de 230V. L'analyse de certains échantillons pour des études au microscope électronique à balayage (MEB) a été effectué à l'Université d'Annaba en Algérie.

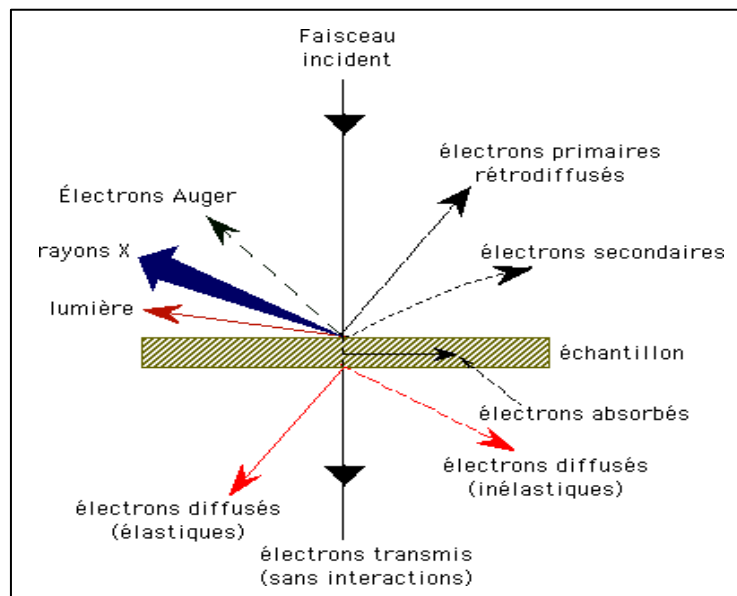


Figure II-5 : Les différentes particules libérées pendant de l'interaction entre les électrons incident et l'échantillon [146].

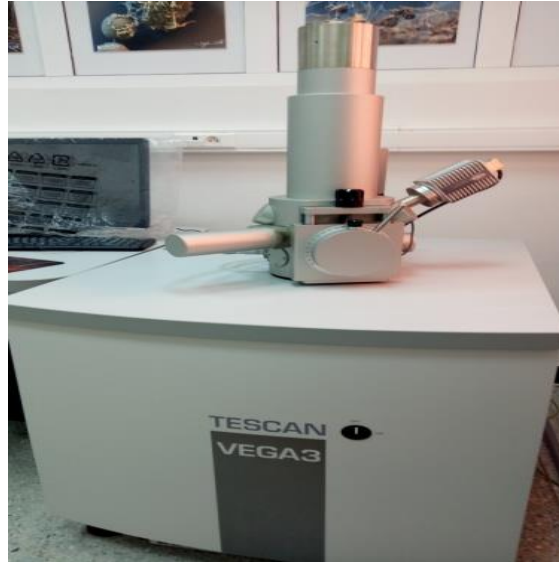


Figure II-6: MEB TESCAN VEGA 3

II.2.1.3 Étude par spectroscopie de dispersion énergétique des rayons X (EDS)

L'analyse EDS est une méthode employée afin d'identifier la composition d'un échantillon ou un segment spécifique de celui-ci. Dans le processus d'analyse dispersive en énergie (EDS), un groupe d'électrons est exposé au microscope électronique à balayage. Ces électrons entrent en interaction avec ceux qui se trouvent à la surface de l'échantillon, entraînant un changement de trajectoire pour certains d'entre eux hors de leurs orbitales. Les cases quantiques dépourvues d'énergie sont recouvertes par des électrons, Ce processus est caractérisé par des émissions de rayons X qui se produisent de manière continue. L'analyse des rayons X émis permet de déterminer la composition du groupe examiné.

II.2.2 TECHNIQUE DE CARACTERISATION MECANIQUE

La détermination de certaines propriétés des Alliages du Ti-6Al-xNb est nécessaire pour certaines applications. Nous présenterons ici les caractérisations les plus utiles pour les applications en mécanique.

II.2.2.1 Observation Métallographie

a. Le polissage mécanique

Les préparations en laboratoire de divers échantillons d'alliages nécessitent un polissage mécanique fin. Cela consistait en une série successive de polissage d'abord avec des feuilles rotatives (SiC) avec une granulométrie croissante (120 à 4000), Il est impératif de procéder au nettoyage de la surface à l'aide d'eau distillée en fin de processus de polissage, afin d'assurer l'élimination des particules indésirables susceptibles de déformer la surface, tout en diminuant le pouvoir d'abrasion et dans l'eau.

La prochaine étape est de finir le polissage en ayant recours à des disques tournants. Il est nécessaire d'insérer des pâtes diamantées comportant des grains de taille progressivement réduite (jusqu'à 0,1 μm). Après avoir été polis, chaque échantillon est nettoyé en le mettant dans de l'eau distillée pour enlever les oxydes. Ils sont d'abord séchés avec de l'air chaud, puis rincés avec un solvant qui s'évapore (comme de l'alcool).

b. L'attaque chimique et observation microscopique

Pour les observations microscopiques, une attaque chimique est effectuée après le polissage pour mettre en lumière la microstructure. Pour les alliages de titane analysés, la durée d'attaque fluctue entre 10 et 30 secondes. On rince ensuite l'échantillon avec de l'eau. L'objectif de l'attaque métallographique est d'établir un contraste qui révèle la microstructure de l'alliage analysé. L'attaque se fait en plongeant dans un mélange :

Le premier produit, appelé HF/HNO₃ équivolumique, est mélangé avec 90% d'eau distillée.

Le second mélange comporte 3 ml d'HF, 6 ml de HNO₃ et 100 ml d'eau, et doit être laissé en place pendant 10 secondes.

On a utilisé un microscope optique pour faire l'observation des métaux de marque {LEIKA DMLM} assisté par un microordinateur, équipé d'une caméra vidéo CCD type {KAPPA}. Avec des grossissements pouvant varier entre 50 et 1000. Le microscope est connecté à un ordinateur avec un logiciel pour modifier des images (Matrox Inspector), qui envoie immédiatement la

photo qui apparaît sur l'écran et que l'on peut conserver dans des fichiers spécifiques pour chaque catégorie d'échantillon. Par la suite, ces fichiers seront récupérés pour une possible analyse d'image.

II.2.2.2 Densité d'Archimède

La densité est le rapport entre la masse d'un matériau et celle d'un objet de référence. Pour les liquides et les solides, on utilise l'eau pure comme référence. La densité est une grande mesure qui n'a pas d'unité.

La détermination de la porosité a été effectuée à l'aide des données relatives au volume total et à l'espace poreux des échantillons, alors que le Principe d'Archimède a servi pour mesurer la densité. La méthode est établie par le standard ASTM C373-88 [147, 148].

II.2.2.3 Module d'Young

La caractéristique intrinsèque d'un matériau est déterminée par le quotient de la tension appliquée et la déformation élastique induite par cette dernière. La déformation est exprimée en tant que quantité sans dimension. Le module comprend le MPa.

Par conséquent, les tests dynamiques sont couramment mis en œuvre pour cette raison. Dans cette étude, le module de Young est déterminé à l'aide d'un dispositif (Zwick ZHV 2.5).

II.2.2.4 Microdureté Vickers

a. Principe

Nous faisons des tests de dureté Vickers avec un microduromètre. Le pénétrateur, qui se présente sous la forme d'un diamant en pyramide dont l'angle atteint 136° en son sommet, joue un rôle crucial. La détermination de la dureté Vickers s'effectue en prenant en compte la distance de l'empreinte résiduelle (d en mm) et la force appliquée (P en N).

Il est à noter que l'indentation est grandement influencée par la nature de la surface du matériau. Les mesures ont été effectuées sur les surfaces lisses des échantillons, avec une pression de 50 N pendant 10 secondes.

Appareillage

Dans cette étude, nous avons mesuré la dureté des échantillons avec une machine spéciale (Zwick ZHV 2.5) et un microscope Mitutoyo HM112 (Fig. II-7). La détermination de la dureté d'une pyramide en diamant est une tâche fondamentale. Cette mesure est effectuée en soumettant le matériau à une pression qui pénètre dans celui-ci. La relation entre la dureté Vickers (HV), la taille de l'empreinte (d) et la force appliquée (P) est exprimée par la formule suivante [149]:

$$HV = \frac{1.8544P}{d^2} \dots\dots\dots (Eq. II-2)$$

Où P (N) : étant la charge, qui produit l'empreinte de diagonale, d (mm).



Figure II-7 : Microduromètre Zwick ZHV 2.5.

II.2.3 TECHNIQUE DE CARACTERISATIONS TRIBOLOGIQUES

a. Appareillage

La compréhension du comportement des mécanismes impliqués dans les contacts nécessite une étude tribologique. Elle offre la possibilité de résoudre des problèmes associés au contact entre les composants mécaniques et d'accroître leur longévité.

Dans ce chapitre, notre objectif est d'exposer les sujets clés traités pour examiner le comportement tribologique d'un couple de matériaux solides en contact sphère/plan alternatif (oscillant) (Fig. II-8). Dans ce type de contact, les tests effectués consistent en des tests de mouvement contraire. Le tribomètre bille sur plan est un instrument de laboratoire utilisé pour analyser l'usure et la friction d'un contact mécanique. Grâce à sa facilité d'emploi et la brève durée des tests, il est largement utilisé. Le bille/plan est employé pour obtenir rapidement des informations sur le comportement en friction d'un couple de matériaux spécifiques, l'un présentant une forme de pion et l'autre celle du disque.

On a utilisé un tribomètre avec une bille sur une surface plate. Le pion était une petite boule en alumine Al_2O_3 qui se voyait sur les échantillons. Les tests sont effectués en milieu air, avec une humidité de 35 à 50% et des températures entre 20 à 25 °C. L'interaction entre les deux opposés est un mouvement inverse (6 mm) en ce qui concerne la longueur de la trace ($L = 12$ mm aller-retour). Le glissement se produit à une vitesse de (15 mm/s). Les tests de friction et d'usure oscillante ont été réalisés avec oscillation tribomètre conformément aux normes Tribomètre module / Version 4.5.Q dans des conditions différentes de charges normales (2, 8 et 16N).

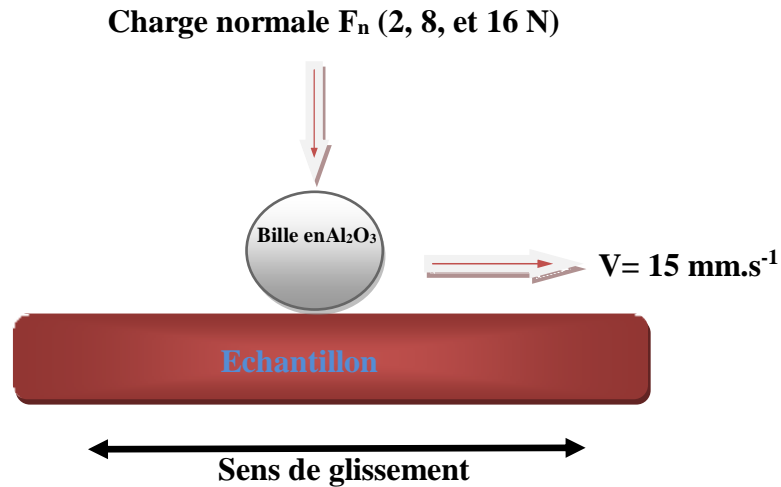


Figure II-8 : Tribomètre avec une bille sur une surface plane.

b. Echantillons

Une série d'échantillons de Ti-6Al-xNb ont été soumis à un processus de compactage, aboutissant à la formation d'un disque d'une épaisseur de 5 mm et d'un diamètre de 13 mm. Ensuite, on les a polis et testés pour le frottement et l'usure. Cette étude a choisi l'alumine parce qu'elle est très dure.

c. Condition d'essai

Les tests tribologiques ont été effectués dans un milieu humide en utilisant une solution physiologique (solution de Hank), en respectant les normes ASTM G 133-95, ISO 7148-1 : 2012 et ASTM G 99 [150]. Le [Tableau II-5](#) montre les paramètres des tests que nous avons réalisés.

Tableau II-5 : Conditions de travail des tests d'usure en contact alternatif (bille sur plan).

Couple de frottement	Bille en Al ₂ O ₃ /Ti-6Al-7Nb
Vitesse de glissement	15 mm/s
Charge appliqué	2, 8 et 16 N
Diamètre de la Bille	6 mm
Amplitude du glissement	15 mm
Température	20 à 25 °C
Humidité	35 à 50 %

II.2.3.1 Evolution du coefficient du frottement

Ce test consiste à faire bouger une bille ou un crayon en avant et en arrière sur une plaque qui ne bouge pas. On utilise ensuite les forces normale et tangentielle pour calculer le coefficient de frottement.

Le coefficient de frottement est défini comme suit : Une charge N est appliquée perpendiculairement à un corps (que ce soit par son propre poids ou une force imposée), tandis qu'une force T est exercée sur le bord de l'objet pour conserver une vitesse stable. Une puissance de réaction R Ces deux forces sont réglées par R .

Une autre définition est souvent utilisée : deux matériaux en contact sur une surface d'aire S ne peuvent se déplacer l'un vers l'autre que si une force T tangentielle à la surface est exercée pour contrer la friction. Cette force accroît en proportion de la force normale N , exercée perpendiculairement sur la surface S :

$$T = \mu_s \cdot N \text{ (La loi de coulomb) } \dots\dots\dots \text{ (Eq. II-3)}$$

II.2.3.2 L'évolution de l'usure

Beaucoup d'auteurs ont suggéré des modèles pour décrire et mesurer l'usure. La loi d'Archard illustre les liens empiriques suggérés.

$$V = K \frac{F.L}{H} \dots\dots\dots (Eq. II-4)$$

V est le volume de matière extraite, désigné par la lettre V, le coefficient d'usure, symbolisé par K, la distance de mouvement, représentée par L, la force normale exercée, notée F, et la dureté du matériau, indiquée par H. Il y a quelques divergences par rapport à la relation empirique antérieure car le volume V n'est généralement pas une fonction linéaire de la distance de mouvement [151]. Si on remplace un matériau de dureté H par un matériau de même dureté dans un couple frottant, la quantité d'usure n'est pas forcément la même. Pour les matériaux vulnérables, la régulation de l'usure repose principalement sur les mécanismes de rupture. La perte de matière se produit soit au niveau du croisement des fissures latérales, soit par leur extension jusqu'à la surface Evans et al. [152], Moore et al. [153] ou encore Zum Gahr. Des expressions ont été formulées pour estimer le volume d'usure causée par le rayage de matériaux délicats de la manière suivante :

$$V \propto \alpha \cdot K_c^n \cdot H^m \dots\dots\dots (Eq. II-5)$$

Quand α est fixé selon les conditions de l'expérience et les propriétés des matériaux, alors $-2 < n < -3/4$ et $-1/2 < m < 1/2$.

Ces relations ne concernent que certaines conditions de sollicitation (charge normale F, longueur glissée L ; c'est-à-dire le rapport entre la vitesse et la dureté des premiers corps (dureté H, ténacité K_c), qui ne reflètent pas tous les paramètres majeurs intervenant dans un contact. Cependant, ces modèles présentent le bénéfice de proposer des mesures facilement identifiables et quantifiables tandis que la méthode basée sur les débits du troisième corps est nettement plus complexe pour une évaluation quantitative.

II.3 CONCLUSIONS

Dans ce chapitre, nous avons expliqué comment fabriquer les alliages de Ti-6Al-xNb en utilisant un broyeur à boulets à haute énergie (Fritsch P7) et en les mettant en forme par compactage et frittage.

Nous avons aussi présenté différentes façons de caractériser la structure et la résistance des matériaux (MEB, EDS, DRX, Dureté). Dans un premier temps, l'observation de la forme et de la surface des films s'effectue au moyen d'un microscope électronique à force atomique. Par la suite, la méthode de diffraction des rayons X (configuration θ - 2θ) est utilisée afin de déterminer la structure cristalline des films. L'analyse de la largeur des sommets de Bragg permet quant à elle de déterminer la taille des grains pour chaque phase. Des tests mécaniques avec différents types de charge permettent de comprendre comment ces alliages se comportent et d'évaluer leurs propriétés superélastiques.

Enfin, Le tribomètre a été utilisé pour l'analyse tribologique des biomatériaux élaborés. Les diverses méthodes tribologiques et les procédés de caractérisation microstructurale employés pour examiner le comportement face à l'usure et à la corrosion du Ti-6Al-7Nb, avec différents paramètres.

CHAPITRE III
CARACTERISATIONS
METALLURGIQUES
ET
DISCUSSION

INTRODUCTION

Nous avons principalement étudié les alliages ternaires de type Ti-6Al-xNb. Où nous comptons deux facteurs importants : le temps de broyage et la teneur de Nb. Fabriqués avec le broyeur planétaire 7. Ce chapitre présente les différents résultats structurels et mécaniques des alliages Ti-6Al-xNb, obtenus grâce à plusieurs méthodes, Telles que la microscopie électronique à balayage, l'analyse EDS et la diffraction des rayons X, les sections suivantes expliquent comment la réduction de la taille des particules en nanoparticules affecte certaines propriétés des matériaux, telles que la ténacité rigidité, la dureté et le module d'élasticité.

III.1 EFFET DU TEMPS DE BROYAGE

Actuellement, dans le domaine scientifique, l'intérêt pour les matériaux nanostructurés est grandissant grâce à leurs caractéristiques physiques, chimiques et mécaniques particulières qui les différencient des matériaux de masse [155]. L'emploi de ces nanostructures s'avère intéressant, car on peut ajuster leurs caractéristiques en variant leurs dimensions [156].

III.1.1 CARACTERISATION STRUCTURALE

III.1.1.1 Morphologie et microstructure

La [Figure III-1](#) montre des photographies de particules d'alliage Ti-6Al-7Nb qui ont été broyées à différents moments. Dans les 2 heures suivant le broyage ([Fig. III-1a](#)), des particules de poudre irrégulières et angulaires dont la taille varie de 20 à 100 μm sont observées. En augmentant le temps de broyage à 6 heures ([Fig. III-1b](#)), les particules deviennent plus compactes, ce qui peut être dû à des forces plus fortes. En touchant les parois du flacon, la poudre et la bille, causant une plus grande déformation plastique. On observe ainsi deux types de particules, dont certaines de plus grande taille en raison du cycle continu de soudage à froid et certains sont plus petits à cause de la fracturation continue. On voit que les particules sont mieux réparties entre 10 μm et 50 μm à ce moment. Après 12 heures de broyage, on voit des particules allongées avec une forme irrégulière, faites de petites particules, comme montré sur la [Figure III-1c](#). Un constat plus clair est fait. En raison de la fragilité des particules de niobium, c'est la principale cause du phénomène de fracture, qui entraîne une diminution de la taille et de la répartition des particules

(<10 μm). Légère différence de taille des particules. L'observation à ce stade peut être attribuée au phénomène de soudure des particules brisées et à l'incorporation de fines particules dans la matrice lamellaire formée. Avec une augmentation supplémentaire du temps de broyage à 18 h, les particules sont déformées par l'énergie de broyage plus élevée et se compriment résultant en une taille réduite de particule d'environ 15 nm. Cela s'explique par le fait qu'avec un temps de broyage plus long, la rupture des matériaux est plus importante que le collage à froid. (Fig. III-1d) conduisant à une distribution granulométrique plus petite, car l'équilibre entre le phénomène de soudure et de rupture est atteint. Il est bien connu que le processus de broyage se compose de trois étapes principales : le sodage à froid, la fracturation et l'état d'équilibre [157, 158]. En conclusion, un broyage plus long peut réduire la taille des particules. En raison de la fracturation excessive des réactifs [159, 160].

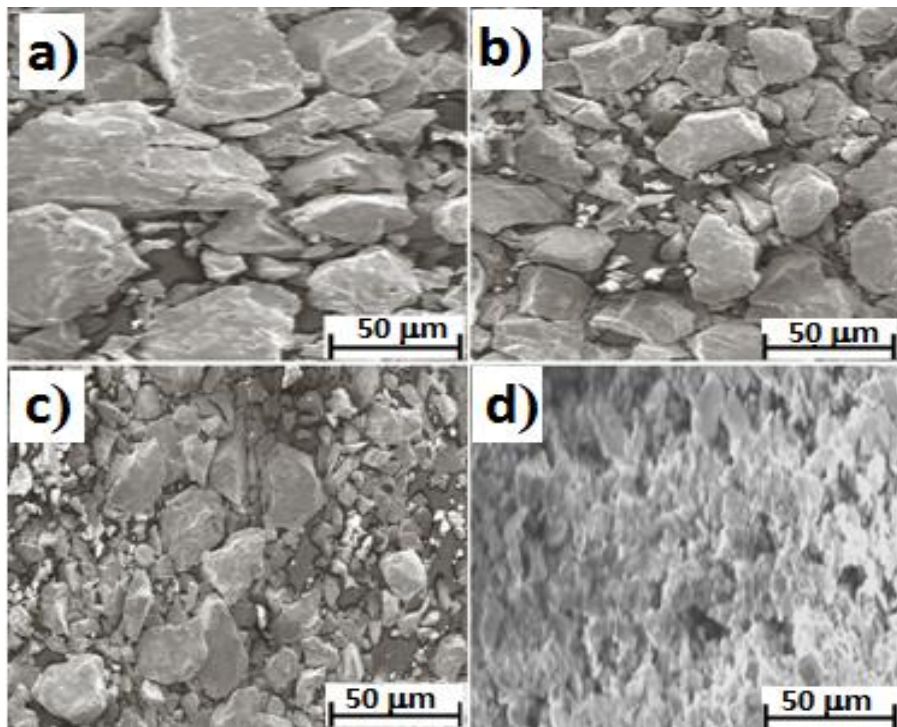


Figure III-1 : Images MEB des poudres de Ti-6Al-7Nb après avoir été broyées pendant différents temps.

III .1.1.2 Analyse par DRX

Les diagrammes XRD des poudres broyées Ti-6Al-7Nb a été réalisée pour observer les changements de phase pendant le broyage à différents moments, comme la montre la [Figure III-2](#). Le modèle XRD mixte indique clairement un mélange de Ti, Nb et Al, confirmant qu'il n'y a pas d'interaction mécanique et que le mélange est le seul processus de mélange.

Les modèles XRD ([Fig. III-2](#)) des poudres d'alliage de titane broyées montrent la présence uniquement de phases ($\alpha+\beta$).

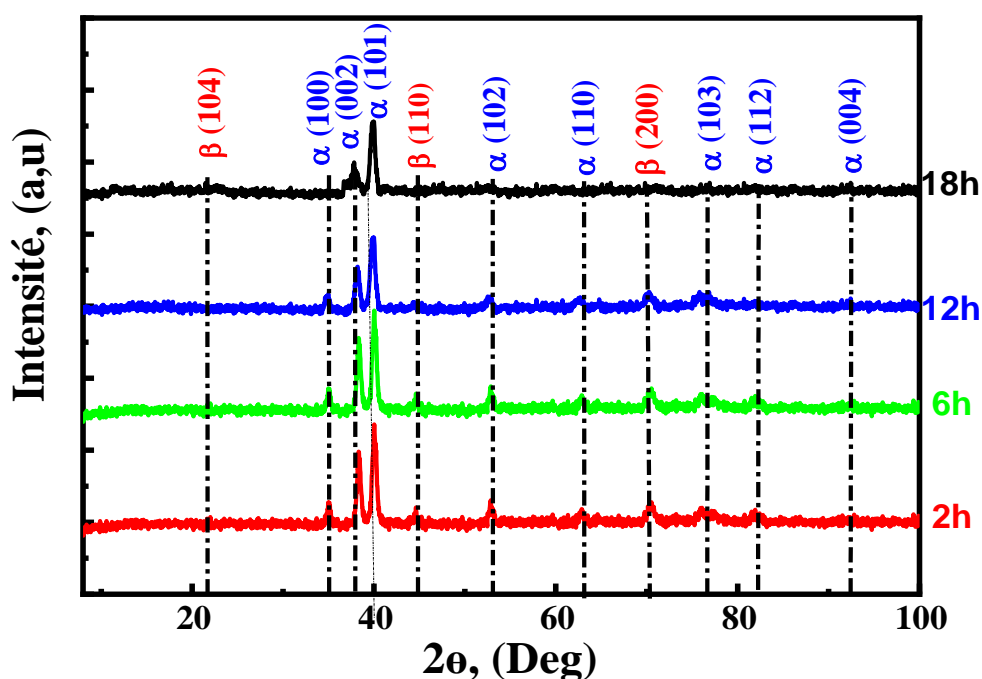


Figure III-2 : Spectres de diffraction des rayons X avec le temps.

Les diffractogrammes correspondant aux plans du réseau pour α (structure hc) (001), (002), (101), (102), (110), (103), (112) et pour β (structure cc) (104), (110), et (200) sont indiqués. Comme observé dans les motifs, tous les poudres d'alliage de titane présentent des pics similaires en fonction du temps de broyage. Cependant, la taille augmente lentement quand on prolonge le broyage, et l'intensité diminue parce que les cristallites deviennent plus petites [147].

Cependant, le modèle de broyage à boulets haute puissance à deux heures de broyage avait les mêmes phases, mais de faibles intensités pour les pics α Ti. Lorsque le temps de broyage a été prolongé de 2 à 6 heures, l'intensité des pics α Ti ont diminué, et après 18 heures, certains pics ont disparu.

Après 12 et 18 heures de broyage, les pics correspondant aux plans, $\alpha(110)$, $\alpha(100)$, $\alpha(112)$ et $\beta(110)$ ont complètement disparu. À ce moment-là, On voit bien l'apparition d'un mélange de phases α -Ti et β -Ti. Le pic de Ti est décalé vers un angle inférieur en raison de la distribution des atomes de Nb ($r=1,47 \text{ \AA}$) et d'Al ($r=1,83 \text{ \AA}$) avec des rayons atomiques similaires et plus grands dans Ti ($r = 1,48 \text{ \AA}$). [161].

Des études précédentes ont indiqué que la façon dont les atomes d'aluminium sont répartis dans une structure de Ti provoque des pics de diffraction de l'Al après 6 à 12 heures de broyage. Et confirmant qu'Al a été soluble dans Ti pour former une solution solide de Ti (Al) [162]. Cela montre que plus il y a de défauts dans les cristaux, plus l'Al et le Nb peuvent se dissoudre dans le réseau de l' α -Ti. (C'est-à-dire les espaces vides, les déformations, la texture interne, les erreurs d'empilement, etc.). La longue durée de broyage peut expliquer pourquoi l'aluminium et le niobium se dissolvent dans le réseau de l'alpha-titane. Les vides, les dislocations, les grains intérieurs et les défauts d'empilement sont dus aux temps de broyage prolongés. La fréquence des pics d' α -Ti pendant le broyage est en partie due à la façon dont l'Aluminium se dissout dans les alliages de Titane [163, 164]. Changer la composition des échantillons augmente la quantité de la phase β -Ti, ce qui montre que le broyage en billes de la poudre initiale a bien fonctionné [165]. Ceci est lié à l'addition de Nb, qui est un stabilisateur β . Cependant, l'intensité du pic β -Ti est relativement faible, car la quantité de Nb n'est pas élevée. En augmentant le temps de broyage, on a remarqué de nouveaux pics, tandis que l'intensité des pics de diffraction α -Ti diminuait. Ce résultat est cohérent avec celui des paramètres structuraux (paramètre de réseau et taille de cristallite, microdéformation, etc.) qui sera calculé dans les parties suivantes.

Après 18 heures de broyage des billes, on remarque que les sommets α -Ti sont moins intenses indiquant une réduction pure du Ti. Les pics α -Ti se déplacent régulièrement vers un angle θ inférieur signifiant une augmentation des paramètres du réseau en raison de la formation d'une

solution solide Ti (Nb, Al). Comme le contenu en Nb en tant que stabilisateur β est faible, l'intensité de crête du β -Ti est relativement faible. Comme indiqué précédemment [165]

III.1.1.2.1 Evolutions des paramètres de maille

Le programme a utilisé la distance entre les cristaux pour trouver le paramètre de la maille. Chaque pic montre un angle de diffraction, qui correspond à une distance entre le plan et l'espace réciproque. Dans l'espace déterminé par les axes cristallographiques, ces plans parallèles se caractérisent par trois coordonnées (h, k, l).

D'après la Figure III-2 qui montre les deux phases de β (cubique) et de α (hexagonale) dans ce composé, nous allons déterminer les dimensions des deux structures. Le paramètre du réseau a été trouvé en utilisant ces équations. [166] :

- Pour les symétries cubiques, on peut ainsi calculer le paramètre de maille avec cette formule :

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{(h^2 + k^2 + l^2)}} \dots \dots \dots \text{(Eq. III-1)}$$

- La formule suivante relie la distance entre les réseaux aux indicateurs de Miller dans le cas de la structure hexagonale compacte :

$$d_{hkl} = \frac{a\sqrt{3}}{2} \frac{1}{\sqrt{(h^2 + k^2 + h.k + \frac{3}{4} \frac{a^2}{c^2} . l^2)}} \dots \dots \dots \text{(Eq. III-2)}$$

Où :

$d_{h, k, l}$: distance inter réticulaire;

a : paramètre de maille;

c : paramètre de maille;

h, k, l : indices de Miller.

Le paramètre de lattice (c) de la phase α a été déterminé en utilisant l'équation ci-dessous :

$$\frac{c}{a} = 1.5963 \dots \dots \dots \text{(Eq. III-3)}$$

Pour examiner comment le paramètre de maille des alliages Ti-6Al-7Nb change avec le temps de broyage, nous avons analysé le pic le plus fort (101) de la phase alpha Ti dans la structure hexagonale compacte et de 110 de la phase beta du titane avec une structure cubique centrée, ainsi que du pic le plus fort.

La [Figure. III-3](#) montre comment le paramètre de la maille $a\beta$ (Å) de la phase cc varie en fonction du temps de broyage (2 h, 6 h, 12 h, 18 h). D'après la [Figure. III-3](#), nous avons observé que le paramètre a (Å) augmente lorsque le temps de broyage s'allonge. Le paramètre de maille passe de 3,25 Å après 2 heures de broyage à 3,32 Å après 18 heures de broyage.

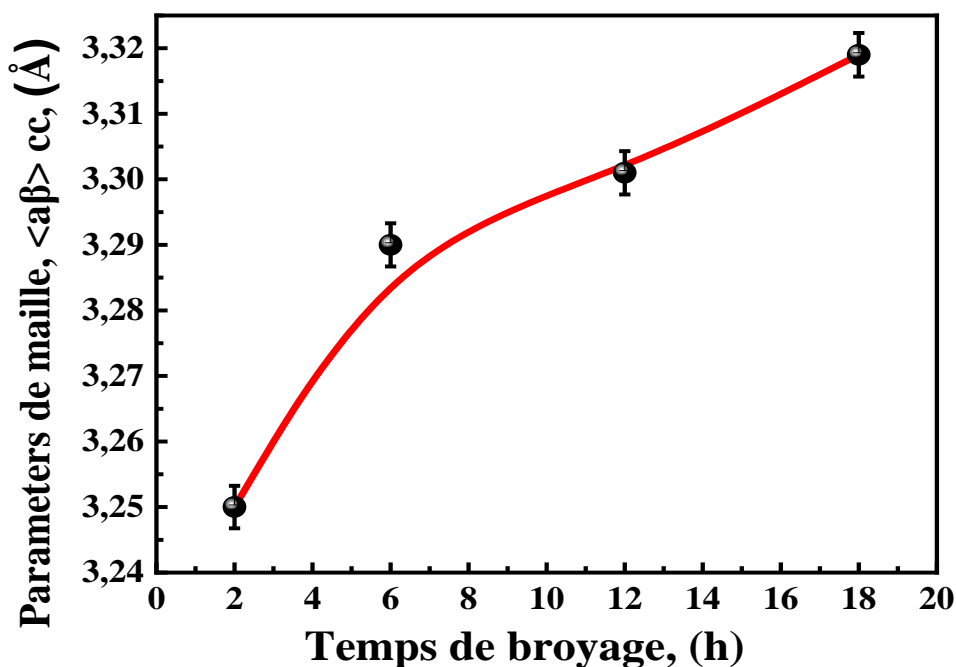


Figure III-3 : l'évolution du paramètre $\langle a \rangle$ (Å) de la maille des alliages de titane Ti- β (CC) avec le temps de broyage.

La [Figure. III-4](#) montre comment les propriétés des mailles $a\alpha$ (Å) et $c\alpha$ (Å) de la phase hc changent selon le temps de broyage (2 h, 6 h, 12 h et 18 h). Selon cette image, nous avons remarqué que les caractéristiques de la maille augmentent avec le temps de broyage, en raison de différents types de défauts. Ces défauts augmenteront aussi l'énergie de surface du cristal à cause

de la petite taille des particules [167]. De plus, l'augmentation de la taille des cristaux pendant le broyage peut être due à la répartition des atomes de Nb dans le Ti.

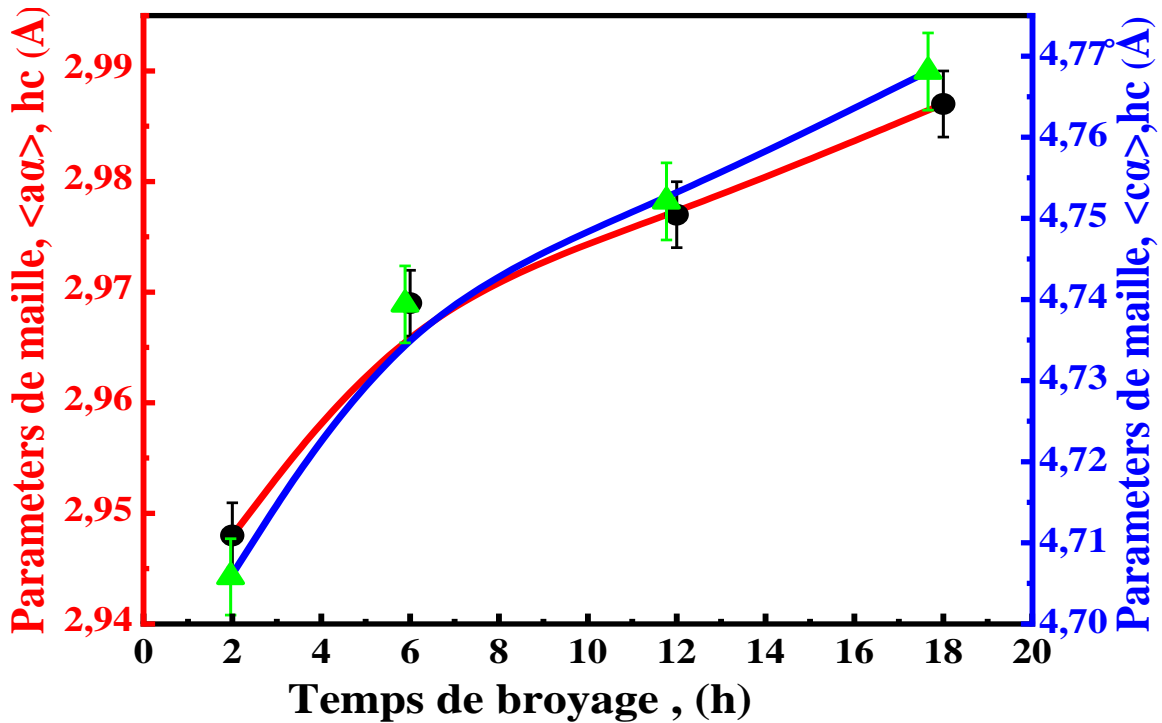


Figure III-4 : Evolution des paramètres <a> (Å) et <c> (Å) de la maille des alliages de titane Ti-α (HC) selon la période de broyage

III.1.1.2.2 Evaluation de la taille des cristallites et la microdéformation

La taille apparente moyenne des cristaux dans la poudre Ti-6Al-7Nb peut être estimée en appliquant une relation de Scherrer [168, 169] :

$$D \approx \frac{K\lambda}{\beta \cos(\theta)} \dots \dots \dots \text{(Eq. III-4)}$$

Avec :

D (nm) : Taille apparente des cristallites ;

λ (nm): Longueur d’onde;

θ (rad): angle de diffraction;

β (rad):largeur intrinsèque déterminée selon: $\beta^2 \approx \beta_m^2 - \beta_s^2$

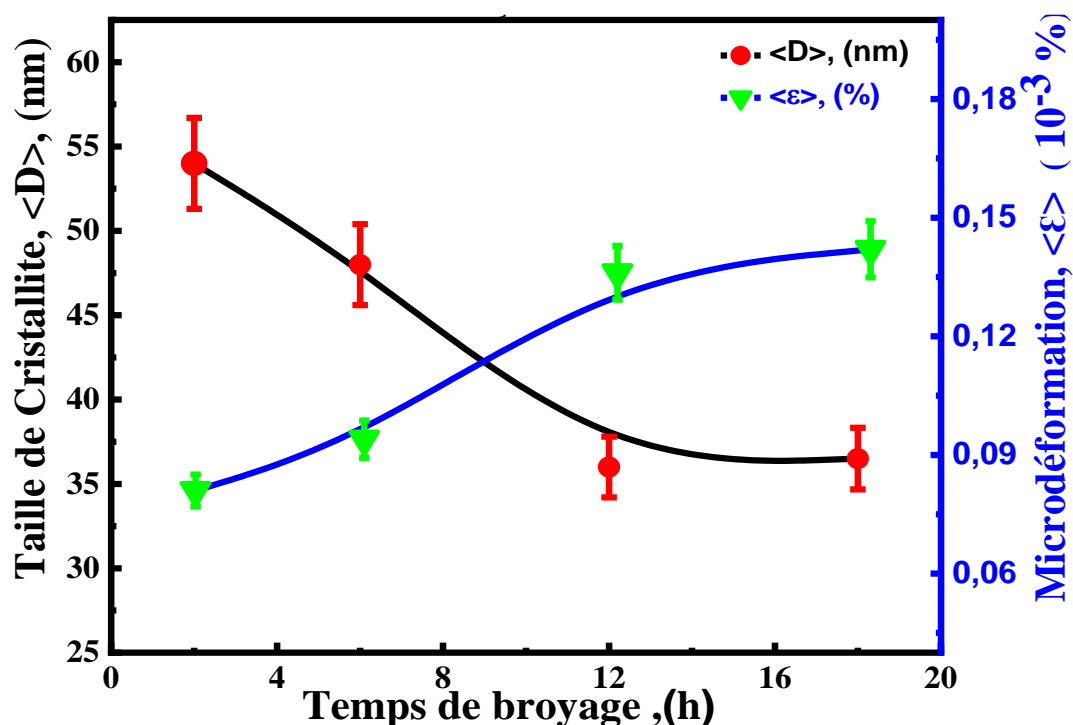
Déterminée avec :

β_m (rad) le largeur à mi-hauteur du pic principal de la phase examinée, β_s (rad) l'expansion instrumental, Autrement dit la largeur instrumental du pic de l'étalon interne, K : Constante de Scherrer, considérée égale à 0,9 [170].

La [Figure. III-5](#) montre comment la taille des cristaux $\{D\}$ et la microdéformation interne $\langle \epsilon \rangle$ (%) changent selon le temps de broyage à haute énergie dans le broyeur planétaire P7 d'un échantillon de Ti-6Al-7Nb qui a été traité par HIP et fritté. Au début du broyage, on a remarqué que la microdéformation augmentait et que le volume des cristaux diminuait avec un temps de broyage plus long.

On a remarqué que broyer les billes réduit rapidement la taille des cristaux. Au début du broyage, les cristaux deviennent plus petits et passent en dessous de 54 et 55 nm après 2 heures. Après 18 heures, leur taille se stabilise autour de 35 nm. On observe une réduction de la taille des grains jusqu'à un certain point, car le broyage mécanique est dû à la compétition entre les méthodes et aux répétitions de cassures et de soudures. Les cristaux sont très petits, à l'échelle nanométrique, à cause de fractures causées par une intense déformation pendant un temps de broyage prolongé. [171]. Une tendance semblable a également été signalée dans la littérature [172]. Méthodes de broyage mécanique à haute puissance pour la préparation de nanomatériaux. Simultanément, les microdéformations internes ont augmenté de façon significative avec le temps de broyage de 0,082 à 0,093, 0,135 et 0,141 à 2, 6 12 et 18 h de broyage, respectivement. Cette augmentation peut être liée à la déformation plastique, qui aggrave les problèmes. L'augmentation des petites déformations de la structure, quand le temps de moulage de l'alliage passe de 12 à 18 heures, est causée par la disparition de certaines dislocations. Cela se produit à cause de leur réarrangement provoqué par l'élévation des températures [171].

Il est important de souligner que pendant le broyage, il y a un échange constant entre le soudage



à froid et la fragmentation. Cela conduit à un affinement des petits cristaux et rend les particules plus actives, ce qui augmente les petites déformations. Cependant, le taux de soudage et de rupture sera équilibré à un niveau stable [171, 173]. L'augmentation des microdéformations peut être due à une croissance de la densité de dislocation à cause de fortes déformations [171, 173].

Figure III-5 : Taille moyenne des cristallites, $\langle D \rangle$, (nm) de la poudre broyée en fonction de la durée de broyage.

III.1.2 CARACTÉRISATION MÉCANIQUE

III.1.2.1 Analyse de densité

La densité compare la masse volumique d'une substance à celle d'un objet de référence. Pour les liquides et les solides, on utilise l'eau pure comme référence. Pour un gaz ou une vapeur, le corps de référence est l'air à la même température et pression.

La variation de densité des poudres après 2, 6, 12 et 18 heures de broyage est clairement montrée dans la Figure. III-6. Le résultat a montré que la densité augment avec la croissance du temps de broyage dans l'intervalle (2 h à 18 h) ont été obtenues de 87 % jusqu' à 98 % respectivement. La

densité mesurée d'environ 4 g/cm³ pour les alliages Ti-6Al-7Nb dans cette étude est proche de celle des os naturels (1,8 à 2,1 g/cm³), contrairement aux autres biomatériaux métalliques comme l'acier inoxydable (8 g/cm³) ou les alliages de cobalt (8,5 g/cm³) [171].

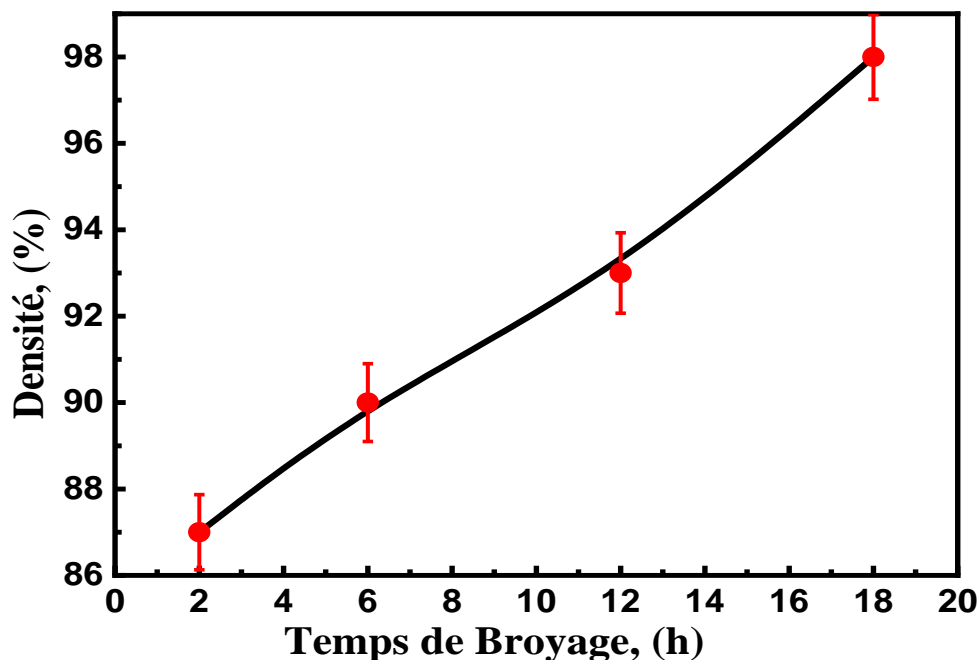


Figure III-6 : Changement de la densité du Ti-6Al-7Nb en fonction du temps de broyage.

III.1.2.2 La porosité

La Figure III-7 montre la porosité mesurée des échantillons de Ti-6Al-7Nb frittés. Les résultats montrent que le broyage augmente, ce qui réduit la porosité à des niveaux de 11,063 %, 9,055 %, 3,08 % et 2,209 % après 2, 6, 12 et 18 heures de broyage, respectivement, Dercz et al. ont signalé que les valeurs de porosité démontrées par la méthode d'Archimède sont inférieures à celles mesurées par l'analyse d'images à cause de l'implication réduite des pores fermés [174, 175]. La présence de pores, en particulier un réseau de pores connectés, facilite l'infiltration des cellules et des fluides corporels à travers le corps poreux, créant des variantes tissulaires par différenciation cellulaire résultant dans l'ostéogenèse indirecte. Donc, la taille des pores et leur répartition sont très importantes pour aider les cellules à se multiplier et pour la croissance des tissus dans différents stades, comme indiqué dans plusieurs articles de recherche [176].

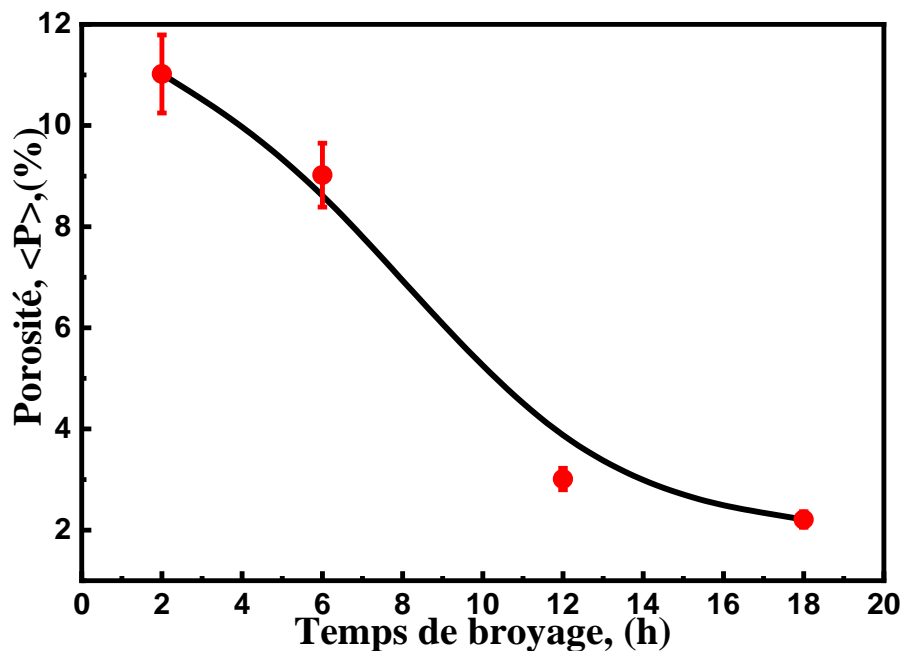


Figure III-7 : Changement de la porosité du Ti-6Al-7Nb en fonction du temps de broyage.

III.1.2.3 Module de Young

Le module de Young est très important pour étudier les alliages de titane. Il est vraiment lié à la structure de ces matériaux. La présence de petits trous et de petites fissures est montrée par un changement plus ou moins important de ce paramètre. La [Figure III-8](#) montre que le module de Young des alliages de titane a augmenté l'allongement du temps de broyage de 2 à 18 heures, on remarque que le module du Young de Ti-6Al-7Nb augmente de 110 GPa à 2 h jusqu'à 190 GPa à 18 h. Ils sont beaucoup plus grands que ceux d'un os dont le module d'élasticité est généralement compris entre 17 et 28 GPa [177-180]. Cela peut être dû à la porosité totale des alliages, car le module d'élasticité augmente la porosité est faible [181].

Donc, le module de Young des échantillons broyés pendant 2 heures est le plus bas, ce qui signifie mieux, à utiliser comme biomatériau [181].

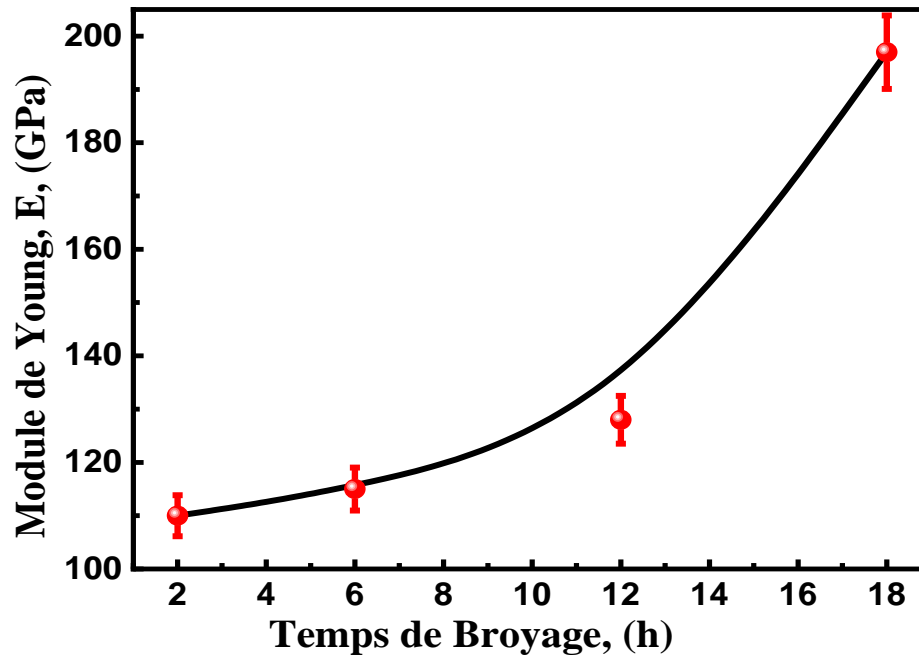


Figure III-8 : Module de Young (E) du Ti-6Al-7Nb en fonction du temps de broyage.

III.1.2.4 La Microdureté Vickers

Dans la plupart des cas, des propriétés mécaniques supérieures sont nécessaires pour les applications industrielles. Étant donné que la résistance et la dureté des alliages dépendent principalement de sa microstructure, beaucoup d'efforts ont été consacrés au raffinage des grains de l'alliage afin d'améliorer les propriétés mécaniques [182, 183]

La Figure III-9 représente la microdureté des alliages élaborés en fonction du temps nécessaire pour broyer. (2, 6, 12 et 18 h de broyage). Les tests montrent que la dureté augmente après 2 heures de broyage (320 HV0.02) et atteint son maximum après 18 heures (625 HV0.02). La valeur de dureté augmente parce que les grains deviennent plus fins lorsque le temps de broyage augmente [182-185]. Dans ce contexte, réduire la taille des cristaux tout en prolongeant le temps de broyage a plus d'impact sur l'augmentation des valeurs de dureté. Les changements de dureté sont en accord avec les transformations qui se produisent pendant le broyage. Il est important de noter que réduire la taille des cristaux peut rendre l'alliage de titane plus dur, grâce à un processus qui renforce les grains.

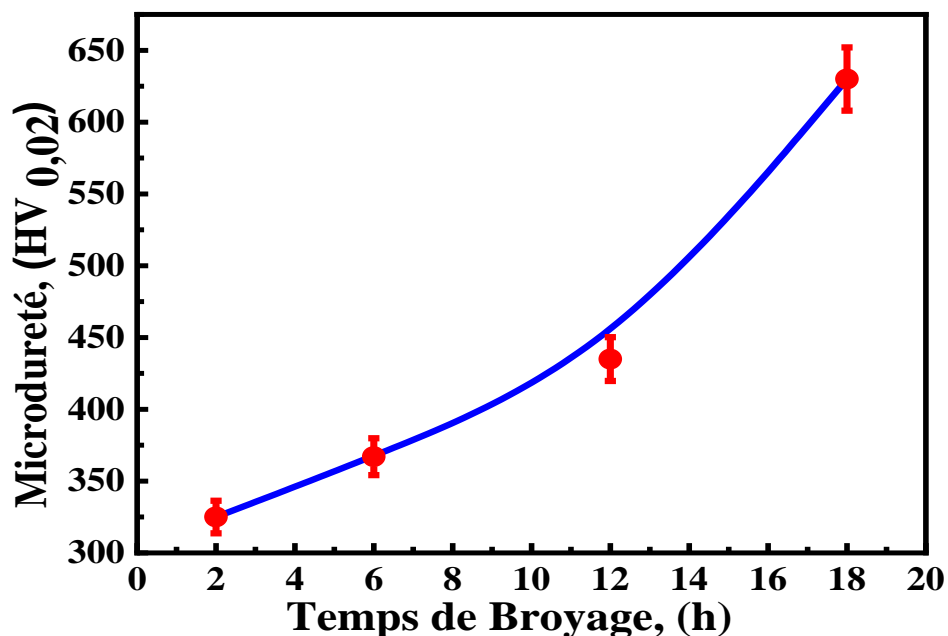


Figure III-9 : dureté Vickers des matériaux étudiés des alliages Ti-6Al-7Nb à différents Temps de Broyage.

III.2 INFLUENCES DE LA TENEUR DE NIOBIUM

Dans cette partie, nous montrons les résultats des tests sur les différentes méthodes utilisées pour étudier l'effet de l'ajout de Nb, à différentes concentrations, sur les propriétés des alliages nanostructurés Ti-6Al-xNb développés par la composition mécanique avec les mêmes étapes de synthèse que celles décrites au chapitre II, les échantillons synthétisés sont broyés pendant 18 heures. Chaque résultat sera commenté et interprété.

III.2.1 CARACTÉRISATION STRUCTURALE

III.2.1.1 Morphologie et microstructure des poudres broyées

On utilise un microscope électronique pour mesurer et contrôler la taille moyenne des particules dans la poudre frittée. MEB de marque (SEM, JEOL JSM-3C). Dans la [Figure III-10](#), on peut voir les images MEB des poudres élémentaires initiales de titane (Ti), d'aluminium (Al) et de niobium (Nb) utilisées pour fabriquer l'alliage Ti-6Al-xNb. Avant broyage, la particule de titane a une forme angulaire avec des tailles fines variant entre 50 et 100 μm . Les particules de titane et

d'aluminium ont une forme irrégulière les particules de Niobium montrent une morphologie sphérique avec des tailles 200 μm et inférieures à 100 μm .

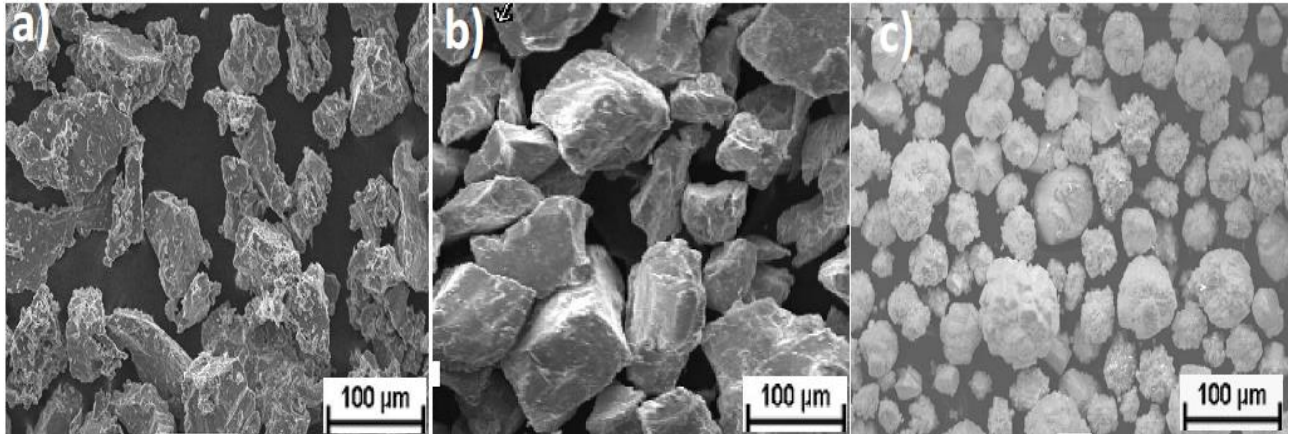


Figure III-10 : Images MEB de petites particules de poudre de : a) Ti, b) Al et c) Nb.

Les grains de poudre subissent régulièrement des cassures et des soudures pendant le broyage. [186].

On a regardé la forme de nos alliages, faits avec différentes quantités de Nb, en utilisant un microscope à balayage. On a étudié la composition chimique avec un analyseur EDX relié à un microscope électronique. Des images claires nous donnent des informations sur comment se fait le broyage, ainsi que sur la forme, la taille et l'uniformité des particules. Nous avons permis de regarder la formation de certaines étapes. Les résultats de l'analyse des alliages Ti-6Al-xNb avec différentes quantités de Nb sont montrés à la (Fig. III-11). Ces images montrent comment l'alliage se solidifie.

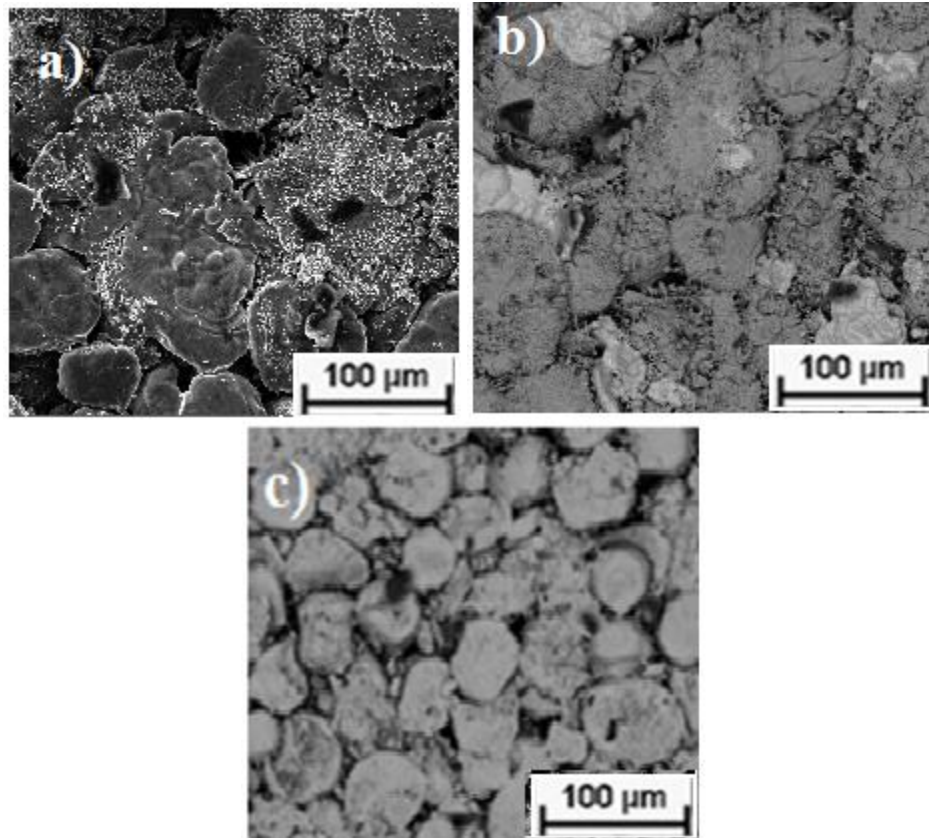


Figure III-11 : Micrographies MEB des alliages (a) Ti-6Al-2Nb, (b) Ti-6Al-5Nb, (c) Ti-6Al-7Nb.

La [figure III-11](#) montre comment la forme des particules par échantillon change pour les séries d'alliages (Ti-6Al-xNb) ($x = 2, 5$ et 7 at.%). Cette figure Ce graphe montre comment la forme et la taille des particules changent significativement quand la quantité de Nb augmente, de $x = 2$ à $x = 7$ at.%. Cette tendance est due à la douceur des particules, qui les aide à se rassembler. L'examen des photos des alliages ternaires, après l'ajout de Nb en différentes quantités, montre que les amas prennent une forme ronde et leur taille diminue quand la quantité de Nb augmente (voir [Fig. III-11. a, b et c](#)). Ces observations suggèrent que le Niobium agit comme un inhibiteur de coalescence, favorisant ainsi le raffinement des poudres et conduisant à des morphologies plus homogènes. En outre, il est établi que l'ajout de Niobium conduit à une augmentation de la dureté des matériaux. Par conséquent, l'augmentation de la proportion de Niobium dans la solution solide Ti (Al, Nb) entraîne une augmentation de la difficulté de fragmentation des particules.

La [Figure III-11](#) montre comment le changement de la quantité de Nb affecte la structure des poudres de Ti-6Al-xNb après un mélange mécanique de 18 heures. Les micrographies montrent clairement comment la dimension et la structure des particules ont changé progressivement à différents teneurs en Nb (Nb = 2, 5 et 7 at.%). Nous avons remarqué que les tailles de grains devenaient plus fines à mesure que le contenu en Nb augmentait. Selon Malatji et al [187], le Nb peut précipiter sous forme de solution solide avec d'autres éléments contenus et améliorer la structure des grains dans l'alliage.

III.2.1.2 Analyse par EDS

Le [tableau III.1](#) présente les résultats de l'analyse EDS, montrant que les particules de poudre sont composées d'éléments Ti, Al et Nb, avec traces de contamination indicatives d'autres éléments tel que L'oxygène. Les compositions chimiques obtenus pour les alliages Ti-6Al-xNb par EDS la composition finale a été légèrement plus proche de la composition nominale. L'oxygène (O) dans les poudres broyées provient de l'air ambiant, car le broyage par billes est la première étape où il y a contamination [141].

La poudre peut être contaminée par les billes et le récipient, ce qui peut être mauvais pour les êtres vivants. Par exemple, des particules de broyage peuvent provoquer des réactions cellulaires indésirables lorsque le produit final est utilisé dans des applications biomédicales. Cependant. Selon nos recherches, la contamination due aux billes de broyage était très faible, elle peut donc être ignorée. D'après Reid et al [188].

Tableau III-1 : Analyse EDS des alliages Ti-6Al-xNb broyé en fonction de teneur de Nb.

Teneurs en Nb	Pourcentage atomique (at, %)			
	Ti	Al	Nb	O
2	81,50	7,07	2,43	9
5	76,82	6,63	5,31	11,24
7	86,56	6,32	4,12	3

III.2.1.3 Analyse par DRX

On a utilisé l'analyse XRD pour étudier comment les cristaux changent de taille, pour voir les petites déformations, pour connaître les dimensions du réseau et pour identifier les différentes phases dans les alliages Ti-6Al-xNb. La [Figure III-12](#) représente les spectres XRD des poudres Ti-6Al-xNb ($x=0, 2, 5$ et 7%) obtenues après 18 h de broyage. On peut voir que les phases α -Ti (hc) et β -Ti (cc) sont les phases primaires composant les alliages Ti-6Al-xNb. Les proportions de ces phases variaient selon le contenu en Nb. Les coordonnées des plans cristallins qui correspondent aux pics de diffraction des rayons X étaient (101), (102), (002), (110), (103), (100), (112) pour α -Ti, et (104), (110), (200) pour β -Ti. L'intensité maximale de la phase α est supérieure à celle des phases β , ce qui signifie qu'il y a une plus grande quantité de phase α [189]. Par ailleurs, l'intensité des deux phases diminuait progressivement avec l'augmentation de la concentration en niobium dans l'alliage. L'intensité a baissé parce que les phases instables se sont mélangées pour former des phases stables avec plus de Nb [190]. Par contre, les pics deviennent plus larges ; Cela s'explique par une augmentation des petites déformations et par une diminution de la taille moyenne des cristaux. En plus, les pics XRD se déplacent vers des angles de diffraction plus bas (2θ) quand on augmente la quantité de Nb.

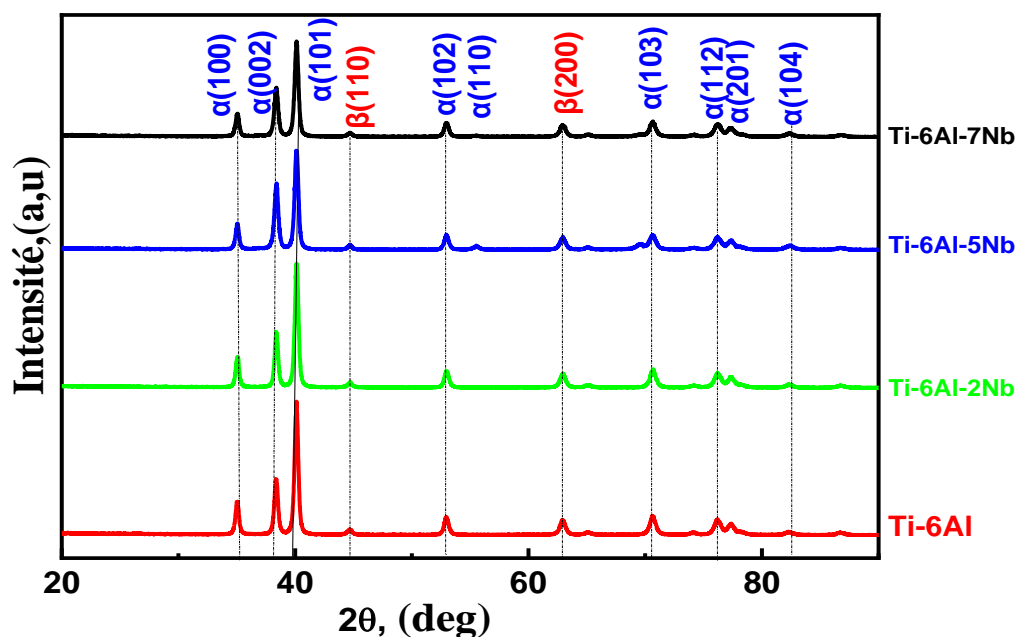


Figure III-12 : Diffractogrammes de rayons X des poudres Ti-6Al-xNb obtenues après 18 h de broyage

III.2.1.3.1 Evolution des paramètres de maille

La figure III-13 montre que le paramètre de maille augmente en fonction de la teneur en Nb. On constate une hausse pour les alliages contenant la quantité de Nb (0 à 7 %). Cette augmentation de la taille des mailles est causée par la formation de mélanges solides ou de phases cristallines qui sont désordonnées, peu développées et avec de petites particules, ainsi qu'à l'apparition des contraintes lors du broyage.

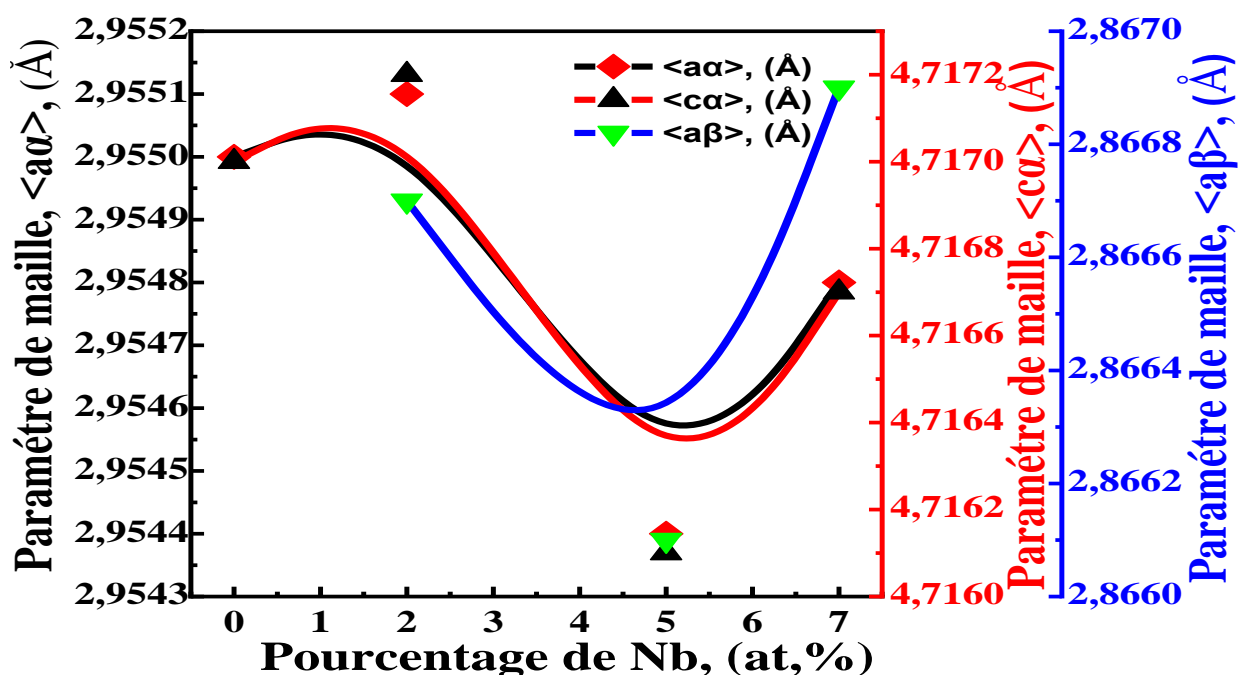


Figure III-13 : Variation des paramètres de maille de la poudre broyée en fonction de la teneur en Nb.

Tableau III-2 : Phases, structure et dimensions (a) et (c) des phases α et β dans les alliages Ti-6Al-xNb.

Alliage	Phase	Structure cristalline	a_α , (Å)	c_α , (Å)	a_β , (Å)
Ti-6Al	α	Hexagonal	2,955	4,7170	/
Ti-6Al-2Nb	α/β	Hexagonal/cc	2,9551	4,7172	2,8667
Ti-6Al-5Nb	α/β	Hexagonal/cc	2,9544	4,7161	2,8661
Ti-6Al-7Nb	α/β	Hexagonal/cc	2,9548	4,7167	2,8669

III.2.1.3.2 Evaluation de la taille des cristallites et la microdéformation

La [figure III-14](#) montre comment la taille moyenne des cristallites, mesurée par la largeur totale à mi-hauteur (FWHM), et les valeurs de microdéformation (ϵ) de l'alliage ternaire Ti-6Al-xNb changent., pour différentes concentrations X (x=0, 2, 5 et 7 at. %). Cela montre que les niveaux de (FWHM) et de microdéformation baissent quand on ajoute du Nb. La taille moyenne des cristaux dans les alliages passe de 32,5631 nm pour x=0 (Ti-6Al) à 33,0514 nm pour x=7, ce qui témoigne d'une amélioration de la cristallinité de l'alliage ternaire. C'est ce que F.J. Willars-Rodriguez et al ont mentionné dans leurs résultats [147]. La structure des alliages de titane dépend beaucoup de la quantité de niobium qu'ils contiennent. La taille des particules augmente à cause de l'augmentation du niobium.

En outre, la FWHM des pics diminue progressivement, ce qui signifie que la taille des cristallites augmente progressivement. Différents auteurs ont avancé une interprétation selon laquelle Le FWHM diminue car la qualité cristalline de l'échantillon augmente. Nous pouvons facilement vérifier cela en utilisant la formule de Scherer pour mesurer la taille des cristaux : $FWHM(2\theta)$ est égal à $(K \lambda/L \cos \theta)$. Cela implique des cristallites dont la taille diminue à mesure que le pic s'élargit.

Les résultats indiquent que la microdéformation augmente légèrement pour les teneurs en Nb les plus faibles, puis diminue de manière monotone pour $x \geq 2$ at. % et atteint environ 2,2447 % pour l'échantillon avec $x = 7$ at.%. Cette baisse peut s'expliquer par une augmentation de la quantité après le processus de raffinement des grains.

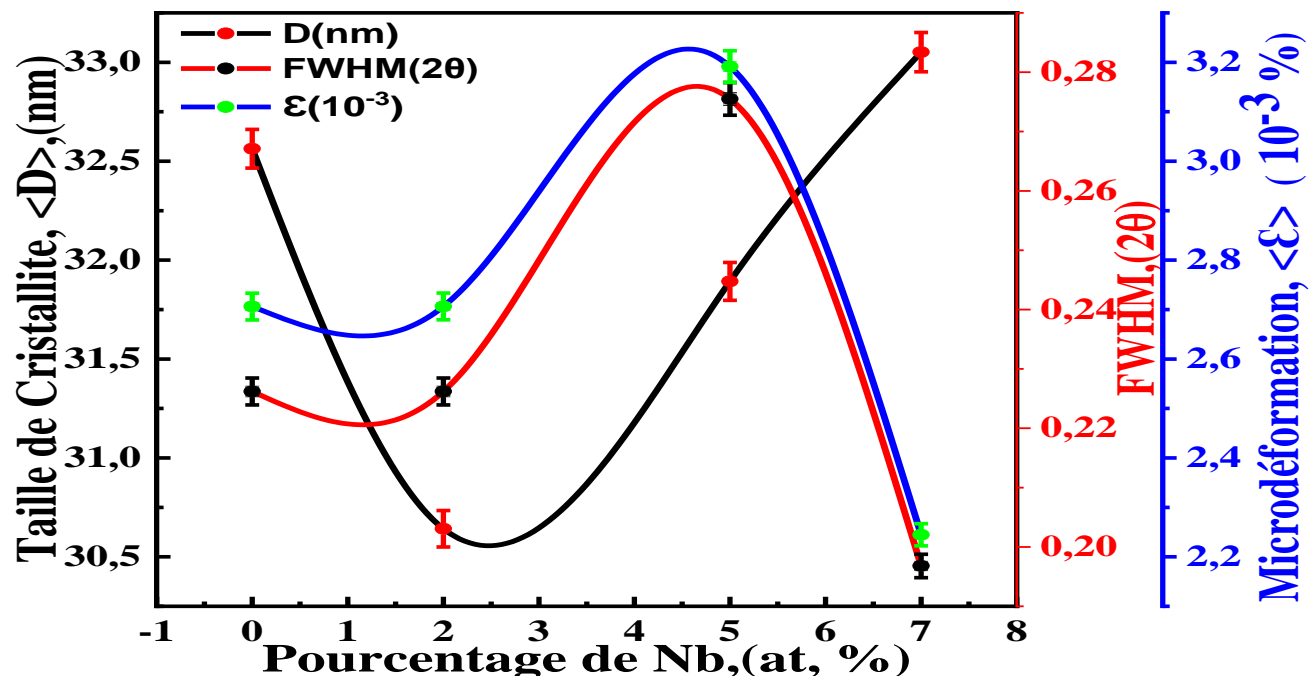


Figure III-14 : Taille moyenne des cristallites, $\langle D \rangle$, (nm) et la microdéformation de la poudre broyée en fonction de la teneur en Nb.

III.2.2 CARACTERISATION MECANIQUE

Le mélange broyé et les petites particules ont été analysés avec un microscope électronique à balayage (SEM : JEOL JSM-3C) pour vérifier la porosité moyenne (taille et l'uniformité des pores). Nous avons utilisé une machine pour tester la dureté et déterminer le module de Young ainsi que la dureté Vickers des échantillons nanostructurés. Appareil universel (Zwick ZHV 2.5) avec un pointeur en diamant Vickers. La porosité a été calculée avec les mesures du volume total et du volume des pores des échantillons. La densité a été mesurée en suivant le principe d'Archimède. La méthode est expliquée dans la norme ASTM C373-88 [148, 191].

Les échantillons de Ti-6Al-xNb ont été polis pour obtenir une surface lisse et brillante. Après le polissage, les échantillons sont traités chimiquement pour révéler leur structure, surtout les joints de grains, car seuls les ions fluorures peuvent attaquer le titane.

Voici les éléments et les conditions des agents d'attaque :

- Pour le premier produit : 5 % d'HF et 5 % de HNO₃ dans de l'eau pure (réactif de Kroll). ;
- Pour le deuxième réactif : 3 ml d'HF, 6 ml de HNO₃ et 100 ml d'eau, pendant 10 secondes.

III.2.2.1 Analyse de densité

La densité relative des échantillons composites frittés issus de diverses poudres (Ti, Al, Nb) est illustrée dans la [Figure III-15](#). L'augmentation du Nb fait augmenter la densité. Il y a plusieurs choses qui influencent la densité des échantillons frittés. Le facteur le plus important est le temps de broyage de 18 heures, car un temps plus long rend le grain meilleur. La solution solide de Nb dans Ti serait aussi plus élevée dans les échantillons fabriqués à partir de poudres écrasées. La densité relative a augmenté à 95 % grâce à l'ajout de 7 % de Nb, ce qui montre une bonne compacité du matériau. Comparé à d'autres métaux comme l'acier inoxydable (8 g/cm³) ou les alliages de cobalt (8,5 g/cm³), la densité de 4 g/cm³ est légère et se rapproche de celle des os naturels (1,8-2,1 g/cm³) [137, 192].

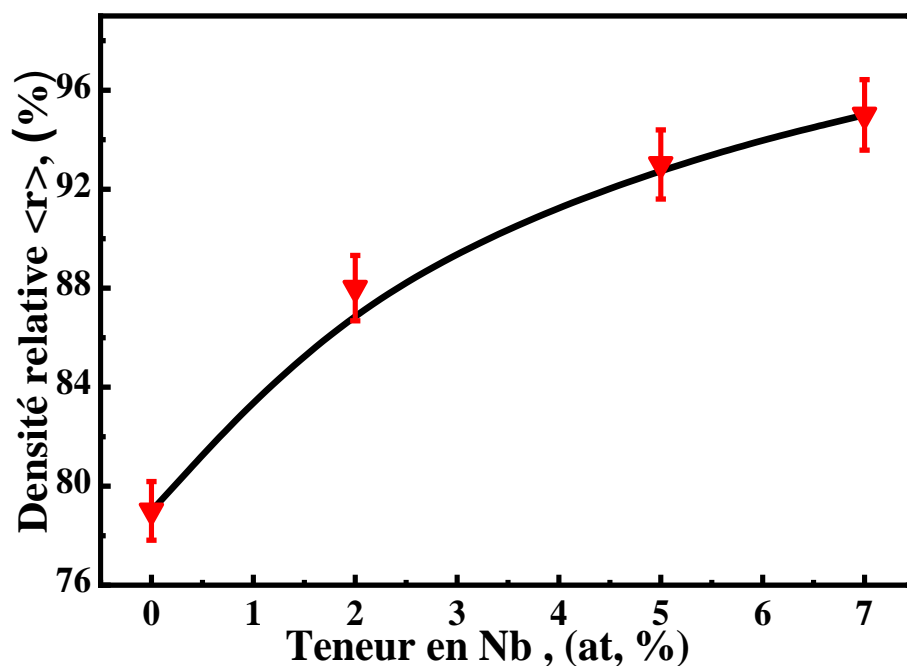


Figure III-15 : Variation de la densité des matériaux étudiés du Ti-6Al-xNb en fonction de la teneur en Nb.

III.2.2.2 La porosité

La [Figure III-16](#) montre la porosité mesurée des échantillons de Ti-6Al-xNb qui ont été compactés et frittés, en relation avec la quantité de Nb. Les observations ont démontré que la porosité se réduisait avec l'accroissement du contenu en Nb, atteignant un minimum de 5,02 %.

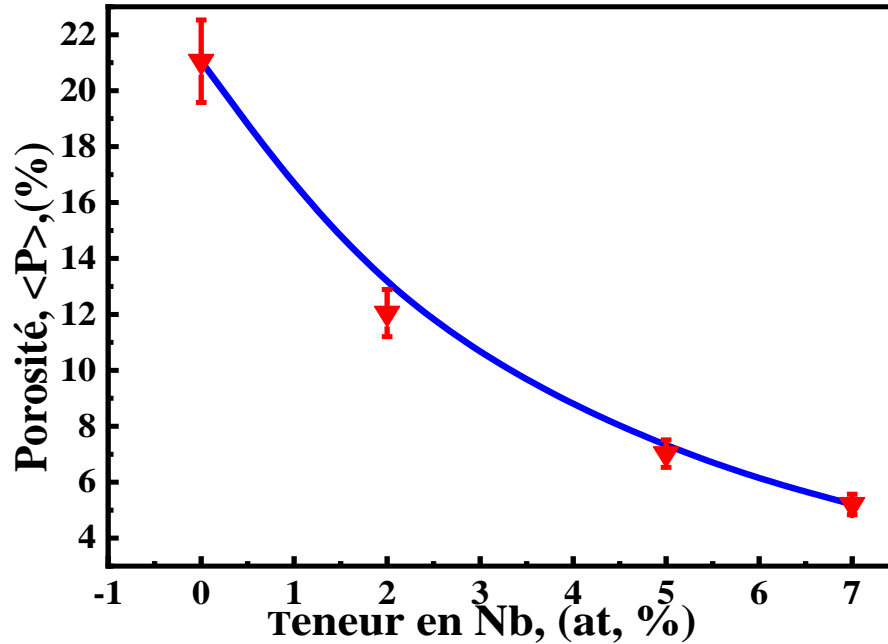


Figure III-16 : Evolution de la porosité (%) du Ti-6Al-xNb broyée en fonction de la teneur en Nb.

III.2.2.3 Module de Young

Quand la quantité de Nb a augmenté, le module de Young a aussi augmenté pour atteindre 120 GPa avec un échantillon contenant 7 % de Nb. L'échantillon de Ti-6Al sans Nb avait une valeur minimale de 105 GPa. Réduire la taille des cristallites pourrait rendre les alliages de titane plus durs, en raison du renforcement causé par le changement des grains [193, 194].

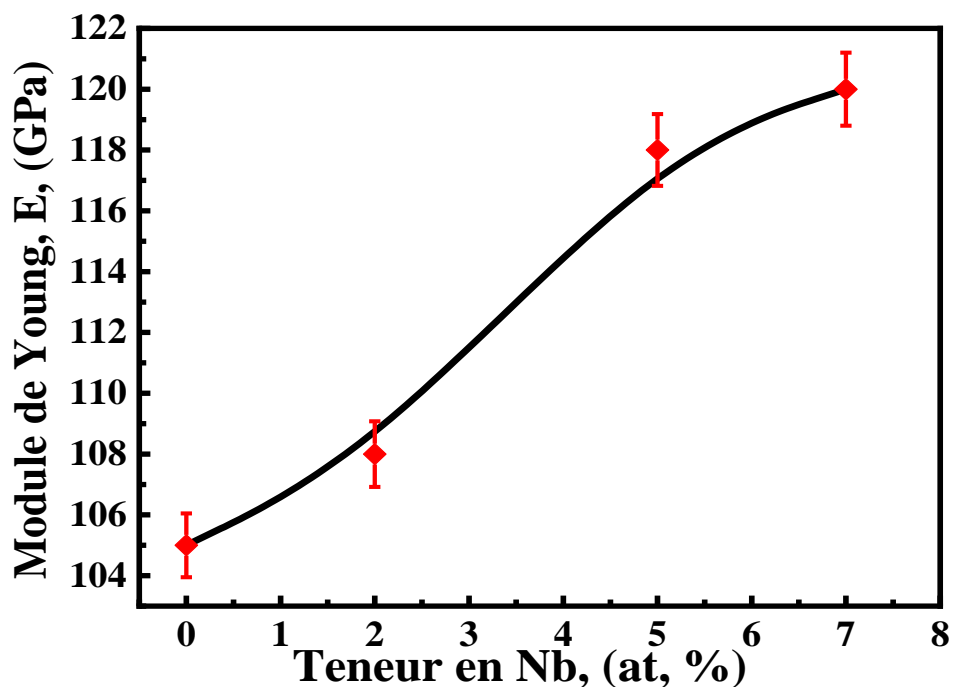


Figure III-17 : Evolution du Module de Young des matériaux étudiés des alliages Ti-6Al-xNb à différentes teneurs en Nb.

III.2.2.4 La Microdureté Vickers

On a étudié la dureté Vickers HV0.02 des échantillons de poudre de Ti-6Al-xNb, qui sont broyés et compactés, selon la quantité de Nb présente (de 0 à 7 at. %). Plus il y a de Nb, plus la microdureté augmente. La valeur la plus haute de 365 HV0.02 a été trouvée pour l'échantillon avec 7% de Nb. La valeur la plus basse de 287 HV0.02 a été trouvée avec un échantillon de Ti-6Al (sans Nb). Une grande dureté est due à la faible porosité et à une densité élevée (Fig. III-18). Il est important de dire que le fait de réduire la taille des cristaux peut augmenter la dureté des alliages de titane [193, 194].

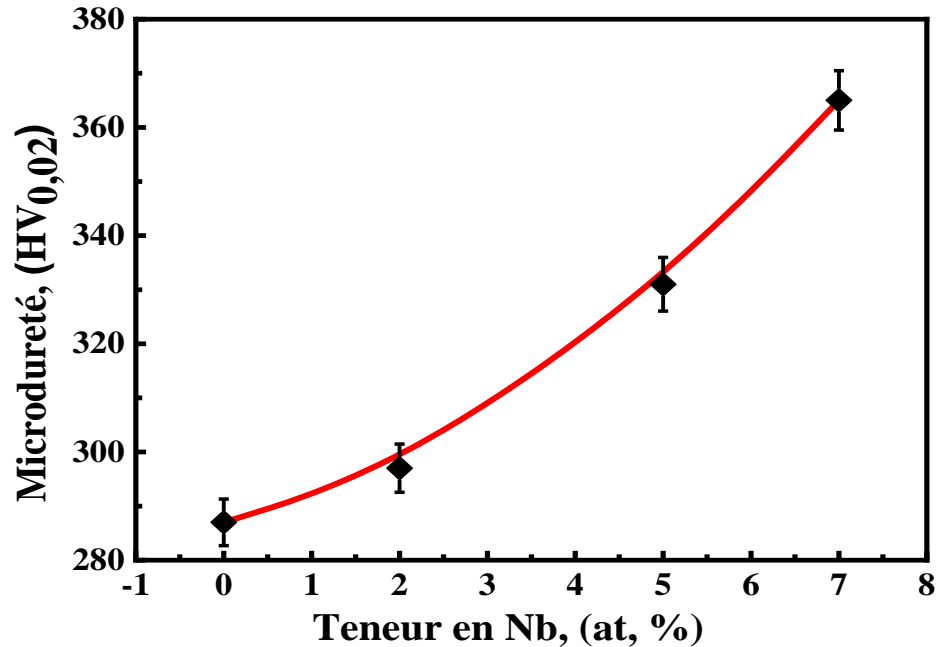


Figure III-18 : La dureté Vickers des matériaux étudiés des alliages Ti6AlxNb avec différentes quantités de Nb.

III.3 CONCLUSIONS

Dans cette étude, nous avons réussi à fabriquer des poudres nanostructurées de Ti-6Al-xNb en utilisant le broyeur planétaire P7, nous avons étudié :

- Dans la première partie, on étudie comment le temps de broyage, qui varie de 2 à 18 heures, modifie les propriétés structurales et mécaniques.
- Dans la deuxième partie, on étudie comment le Nb modifie la structure et les propriétés mécaniques.

Voici les principales conclusions de cette étude :

A- la première partie temps de broyage

- ✓ A partir des spectres XRD, il a été montré que la solution solide Ti-6Al-7Nb commence à se produire après 2 heures de broyage.
- ✓ Après 18 heures de broyage des billes, on remarque que les pics α -Ti diminuent. Montrant une diminution directe du Ti. Les pics α -Ti se déplacent vers un angle θ plus

bas, ce qui indique que les paramètres du réseau augmentent à cause de la formation d'un mélange solide Ti (Nb, Al).

- ✓ L'analyse de la microstructure a révélé des observations pertinentes concernant l'évolution de la forme et de la taille des grains suite au processus de broyage. Il a été constaté que, pour des périodes de broyage prolongées, le mode opératoire et les conditions de broyage favorisent la formation de particules de forme arrondie. Les cartographies obtenues par la technique EDX ont fourni des informations détaillées sur l'évolution de la composition de l'alliage en fonction du temps de broyage.
- ✓ Les dimensions de la maille augmentent quand le temps de broyage est plus long. Les échantillons broyés pendant 18 heures ont donné les meilleures valeurs.
- ✓ La dimension des particules, déterminée grâce aux modèles DRX utilisant la formule de Scherrer, a réduit lentement quand le temps de broyage a augmenté. Elle est diminuée de 54 nm après 2 heures de broyage à 29 nm après 18 heures de broyage.
- ✓ Cette diminution a entraîné une élévation correspondante de la microdéformation dans les alliages Ti-6Al-7Nb.
- ✓ La porosité diminue à 11,054 %, 9,046 %, 3,02 % et 2,205 % après 2, 6, 12 et 18 heures de broyage, respectivement. En même temps, quand on a prolongé le temps de broyage de 2 heures à 18 heures, la densité a augmenté et est passée de 87 % à 98 %. Dans le cadre de la recherche actuelle, les alliages Ti-6Al-7Nb présentent une densité approximative de 4 g/cm³, comparable à celle des os naturels qui varie entre 1,8 et 2,1 g/cm³.
- ✓ Le module de Young des alliages de titane augmente avec le temps de broyage. Par exemple, pour le Ti-6Al-7Nb, il passe de 110 GPa après 2 heures à 190 GPa après 18 heures.
- ✓ La microdureté des alliages est augmentée au début du broyage 2 h (320 HV_{0.02}) et atteint son maximum à 18 h (625HV_{0.02}) de broyage. La dureté augmente parce que les grains deviennent plus fins quand on broie plus longtemps.

B- Deuxième partie la teneur de Nb (x=0, 2, 5, 7) dans l'alliage Ti-6Al-xNb pour une durée de 18 h :

- ✓ Des études sur la diffraction des rayons X des alliages fabriqués ont montré que Ti-6Al-xNb est un alliage constitué de deux phases : α et β . La quantité de la phase β augmente quand on ajoute plus de Nb.
- ✓ La taille des particules des alliages a connu une diminution, suivie d'une augmentation, en fonction de l'augmentation de la teneur en Nb, avec une croissance supplémentaire observée jusqu'à 7 % en masse.
- ✓ Les phases identifiées par analyse quantitative EDS semblent avoir une nature similaire pour les trois alliages, avec les mêmes phases qui sont presque toutes présentes à température ambiante pour chacun des alliages.
- ✓ Les poudres Ti-6Al-xNb de taille ultra fine sont produites par un processus de broyage mécanique à haute énergie d'une durée de 18 heures.
- ✓ La densité relative a augmenté jusqu'à 95 % avec l'incorporation de 7 % atomique de Nb, favorisant ainsi une bonne densification du matériau.
- ✓ La diminution de la porosité était observée à mesure que la teneur en Nb augmentait, atteignant ainsi un minimum de 5,02 %.
- ✓ La valeur du module de Young a augmenté proportionnellement à la concentration en niobium, atteignant son maximum de 120 GPa pour un échantillon contenant 7 % atomique de Nb. L'échantillon de Ti-6Al sans niobium a montré une valeur minimale de 105 GPa. L'amélioration de la taille des cristaux peut contribuer à augmenter la résistance des alliages de titane, en utilisant la technique de renforcement par affinage des grains.
- ✓ Un niveau plus élevé de niobium entraîne une augmentation de la microdureté. L'échantillon avec une teneur en Nb de 7 % a enregistré la valeur maximale de 365 HV_{0,02}. Un échantillon de Ti-6Al (sans niobium) a enregistré la valeur minimale de 287 HV_{0,02}. La grande dureté a été expliquée par une diminution de la porosité et une densité relative élevée. Il convient de souligner que la diminution de la taille des cristallites,

également appelée affinement des grains, peut jouer un rôle significatif dans l'augmentation de la résistance des alliages de titane.

CHAPITRE IV
COMPORTEMENT
TRIBOLOGIQUE
ET
DISCUSSION

INTRODUCTION

L'objectif de ce chapitre est d'analyser la résistance à l'usure et au frottement des alliages Ti-6Al-7Nb. Des essais d'usure ont été menés pour étudier le comportement tribologique. Les expérimentations réalisées dans le cadre de cette étude étaient de nature alternative, impliquant l'utilisation d'un tribomètre oscillant de type bille sur disque (Tribomètre module / Version 4,5.Q) a été utilisé pour les tests tribologiques dans la solution de Hank [195]. Des essais tribologiques ont été effectués sur un alliage de Ti-6Al-7Nb dans différentes situations de charge, avec l'application de trois forces normales différentes (2, 8 et 16 N), une vitesse de glissement de 15 mm/s et une course de 5 mm, avec une bille d'alumine ($\varnothing = 6$ mm) utilisée comme contre-face. Les masses des échantillons et des billes d'alumine ont été mesurées avant et après les essais. Ce chapitre, est divisé en deux sections :

Dans la première section, nous analyserons l'impact de la durée de broyage du Ti-6Al-7Nb en phase stabilisée d'usure. Nous nous efforcerons d'élaborer une explication physique des phénomènes observés à la lumière de divers modèles tribologiques.

La seconde section se consacre à l'analyse de l'impact du taux en Nb sur la résistance à l'usure et au frottement.

IV.1 EFFET DU TEMPS DE BROYAGE

IV.1.1 Evolution du coefficient de frottement

Comme l'illustre la [Figure IV-1](#), le graphique met en évidence l'évolution du coefficient de frottement μ en fonction de la durée de broyage. Les mesures de ce coefficient de frottement statique ont été effectuées sur un échantillon d'alliage de titane nanostructure à différents intervalles de temps (2, 6, 12 et 18 heures), sous les charges 2, 8 et 16 N et une vitesse de glissement de 15 mm/s. Une élévation significative du coefficient de frottement a été remarquée au fil du temps pendant les 2 premières heures puis diminue à 18 heures.

A un stade avancé, les pistes sont lissées et le coefficient de frottement atteint un état constant. Lors du broyage pendant 2 heures, les échantillons présentent plus de fluctuations, ce qui peut

être attribué à la rugosité plus élevée des échantillons. Par ailleurs, il a été observé que la dureté de la surface augmente avec la durée du broyage, entraînant une diminution de la zone de contact réelle. Cette diminution de la zone de contact réelle se traduit par une baisse du coefficient de frottement. Comme montré sur la [Figure IV-1](#), les valeurs intermédiaires du coefficient de frottement s'échelonnent de 0,60 à 0,44 en fonction du temps de broyage, qui peut varier de 2 à 18 heures, respectivement pour la force 16N. Ce qui peut être attribué à l'amélioration des propriétés mécaniques grâce au broyage des grains.

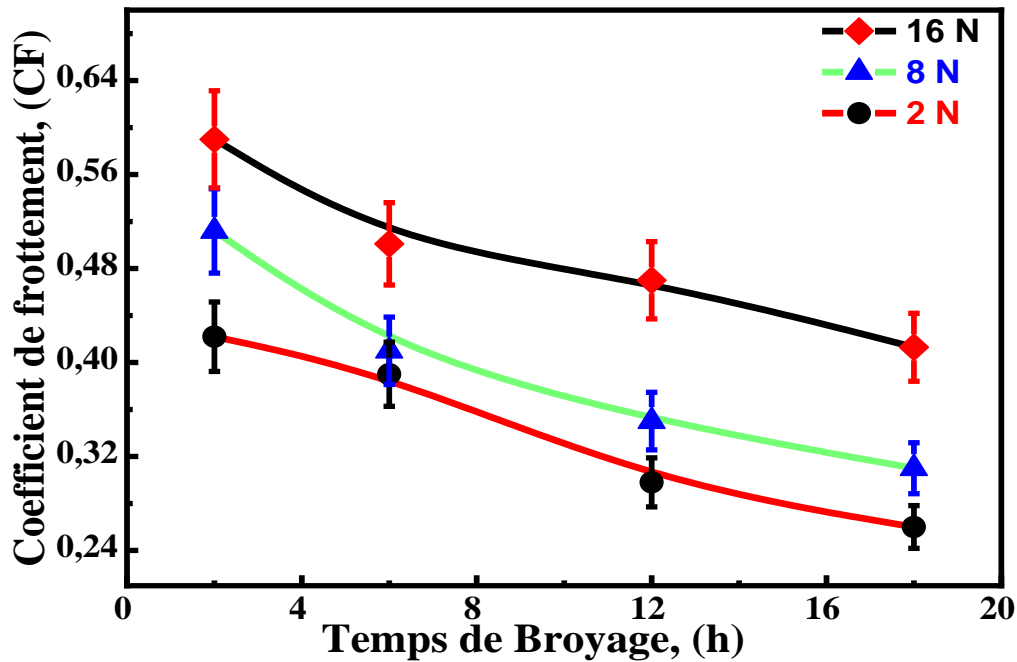


Figure IV-1 : Coefficient de frottement moyen des alliages de titane sous différent temps de broyage et de charge appliquée.

V.1.2 Évaluation du volume et du taux d'usure

Les [Figure IV-2](#) et [Figure IV-3](#) montres que le volume et le taux d'usure des alliages de titane HIPed a tendance à diminuer avec un temps de broyage accru de 2 à 18 heures.

Il semble que le temps de broyage ait une influence significative sur le volume d'usure et le taux d'usure d'Alliages de titane HIPed.

Les résultats ci-dessus confirment que le comportement tribologique des alliages de titane dépend non seulement du temps de broyage, mais dépend aussi de leur composition chimique. Comme représenté dans [Figure IV-2](#) et [3](#), Les échantillons qui ont été broyés pendant 18 heures montrent une excellente résistance à l'usure et comportement tribologique. Ce comportement des alliages de titane (en particulier ceux alliés avec Nb) broyée à 18 h peuvent être attribués à l'affinement de granulométrie et propriétés mécaniques améliorées. Comme il est évident, on observe que le coefficient de frottement et les taux d'usure diminuent avec l'augmentation du temps de broyage. Ceci peut être attribué au meilleur compactage de la couche de transfert en raison de l'augmentation du frottement. Dans le même temps, l'étendue de la couverture de la couche de transfert augmente également, ce qui provoque un faible taux d'usure. Les résultats du taux d'usure pourraient également être expliqués sur la base de la dureté du broyée les échantillons et mécanismes de renforcement, puisque la dureté des échantillons broyés pendant 2 et 6 h est moins, et par conséquent, ils montrent un taux d'usure relativement plus élevé par rapport à autre temps de broyage de 12 et 18 h.

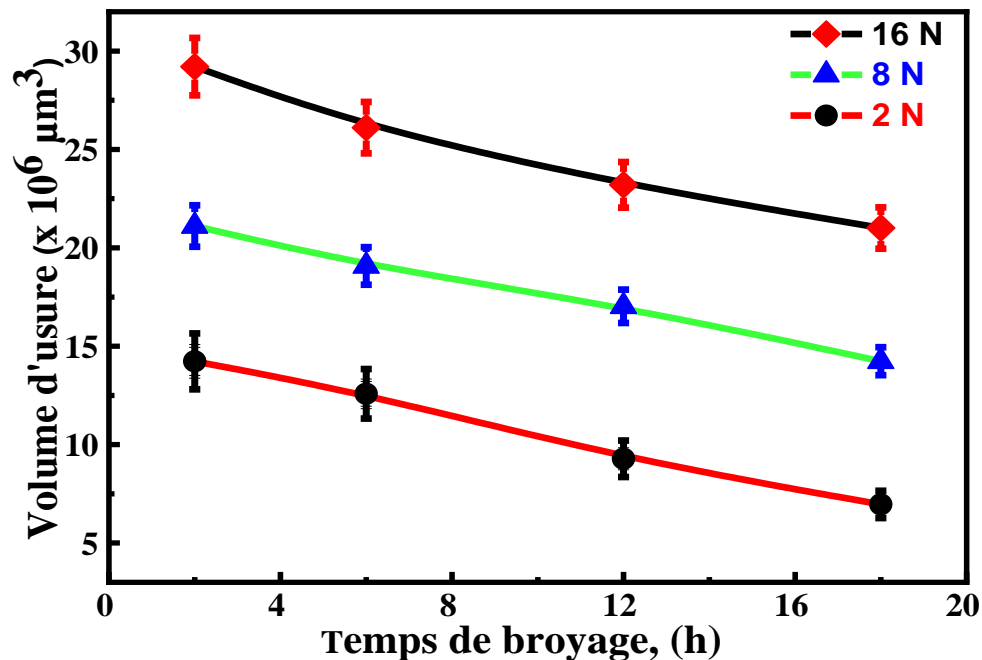


Figure IV-2 : Evolution de volume d'usure ($\times 10^6 \mu\text{m}^3$) des matériaux étudiés en fonction du temps de broyage et de charge appliquée.

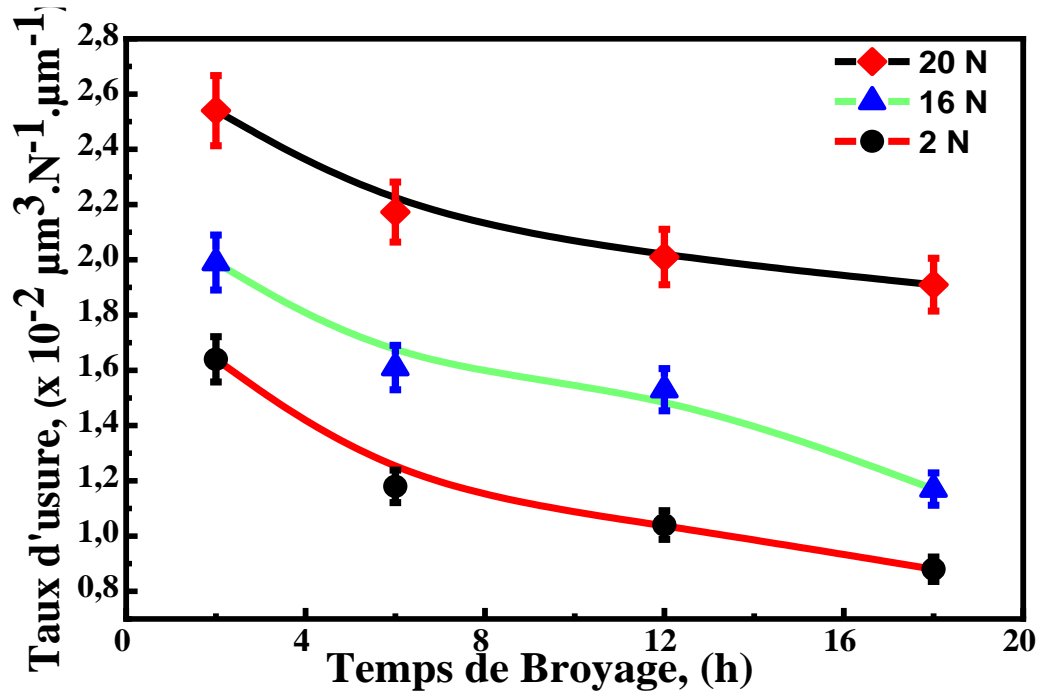


Figure IV-3 : Evolution du taux d'usure ($\times 10^{-2} \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) des matériaux étudiés en fonction du temps de broyage et de charge appliquée.

IV.2 INFLUENCES DE LA TENEUR DE NIOBIUM

IV.2.1 Introduction

L'analyse de l'évolution du coefficient de frottement en fonction du nombre de cycles dans ce type de contact pour le matériau étudié révèle certaines caractéristiques communes, notamment la présence d'une période d'incubation. En effet, selon les matériaux utilisés et les paramètres du processus, cette durée correspond aux premiers cycles au cours desquels le coefficient de frottement atteint un maximum.

IV.2.2 Evolution du coefficient de frottement

L'évolution du coefficient de frottement moyen des alliages Ti-6Al-xNb, suite au broyage, en relation avec la concentration en Nb (de 0 à 7 % at.) et soumis à diverses charges appliquées (2, 8 et 16 N), est représentée dans la [Figure IV-4](#). Les valeurs moyennes des coefficients de frottement pour l'alliage Ti-6Al-xNb variaient de 0,74 à 0,58, alors qu'elles variaient entre (0,68 – 0,64), (0,63 – 0,42) et (0,56 – 0,39), ce qui représente un pourcentage de réduction d'environ 13 %, 24 % et 41 % correspondant à des teneurs en Nb de 2, 5 et 7 at. %, respective.

Il est clairement observé que le coefficient de frottement diminuait avec l'augmentation de la teneur en Nb ; en raison de l'amélioration des propriétés mécaniques qui est due au raffinement du grain, à la densité élevée et à la faible porosité [196]. Par ailleurs, Il a été observé que le coefficient de frottement, noté μ , augmentait proportionnellement à l'accroissement de la charge appliquée P, passant de 2 à 16 newtons (N). Cette augmentation du coefficient de frottement, notée μ' , peut être expliquée par la théorie de la force normale, notamment pour de très petites zones de contact. [197].

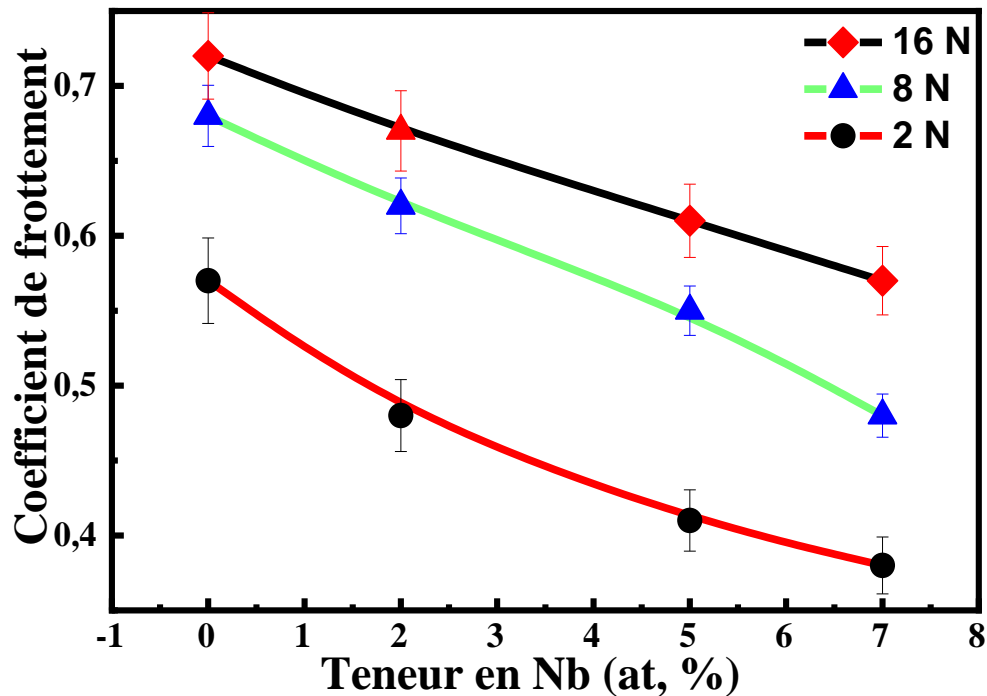


Figure IV-4 : Évolution des valeurs moyennes du coefficient de frottement des échantillons de Ti-6Al-xNb compactés en fonction de la teneur en Nb testée sous différentes charges appliquées

IV.2. 3 Évolution du volume et du taux d'usure

L'accroissement des contraintes entraîne une détérioration des surfaces d'échantillon. L'usure devient plus importante, tant en largeur qu'en profondeur. L'évolution du taux d'usure et de l'usure volumique de l'alliage Ti-6Al-xNb en poudre compacté et fritté est présentée sur les [Figures IV-5 et 6](#). L'analyse met en évidence une augmentation de l'usure volumique lorsque la charge passe de 2 à 16 N, et une diminution lorsque la quantité de Nb augmente de 0 à 7 at. %. Elle varie dans la plage de ($62,09 \times 10^6$ à $89,43 \times 10^6$), ($56,26 \times 10^6$ à $78,25 \times 10^6$), ($49,19 \times 10^6$ à $68,13 \times 10^6$) et ($42,08 \times 10^6$ à $61,15 \times 10^6$) μm^3 pour les échantillons contenant 0, 2, 5 et 7 at. % de Nb, respectivement. Le taux d'usure a tendance à augmenter à cause d'une charge plus importante et à diminuer quand la quantité de Nb augmente. La valeur la plus faible de $42,08 \times 10^6 \mu\text{m}^3$ a été obtenue pour l'échantillon broyé pendant 18 heures et testé avec une pression 2 N. Il est observé que le taux d'usure s'accroît lorsque la charge appliquée s'intensifie (de 2 à 16 N) et s'atténue lorsque la quantité de Nb s'accroît (de 0 à 7 at. %). Ainsi, il varie dans une plage allant de ($13,57 \times 10^{-3}$ à $21,97 \times 10^{-3}$), ($12,08 \times 10^{-3}$ à $19,11 \times 10^{-3}$), ($9,14 \times 10^{-3}$ à $16,3 \times 10^{-3}$) et ($6,96 \times 10^{-3}$ à $14,51 \times 10^{-3}$) $\mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$ pour les échantillons contenant 0, 2, 5 et 7 at. % de Nb, respectivement.

Il semble que la quantité de Nb et la charge appliquée ont eu une influence sur le volume d'usure et le taux d'usure des alliages Ti-6Al-xNb. Comme indiqué ([Fig. IV-5 et 6](#)), l'échantillon avec 7 at.% de Nb présentait une bonne résistance à l'usure et un bon comportement tribologique. Ce comportement peut être attribué à son raffinement granulométrique et à des propriétés mécaniques accrues dues à sa haute densité et sa faible porosité [198]. L'analyse statistique des données a révélé que la charge 16N a engendré un taux d'usure significativement plus élevé en comparaison avec la charge 2N. Cette différence peut être attribuée à l'augmentation de la pression résultant de l'accroissement de la surface de contact, laquelle est elle-même engendrée par l'augmentation de la charge. Comme indiqué précédemment, le coefficient de frottement et le taux d'usure ont diminué en fonction de l'augmentation de la teneur en Nb ([Fig. IV-5 et IV-6](#)). Cette diminution peut être attribuée au compactage de la couche de transfert, induit par les augmentations de chaleur de frottement. En outre, il a été observé que l'étendue de la couverture de la couche de transfert a connu une augmentation, conduisant à une réduction du frottement et du taux d'usure, comme cela a été confirmé précédemment [198].

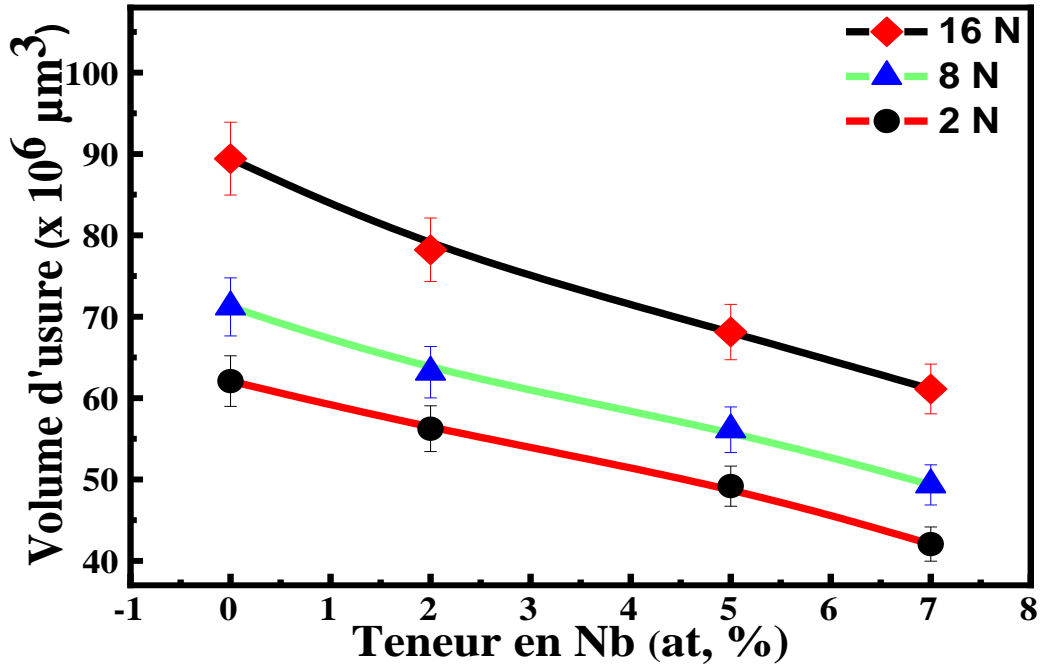


Figure IV- 5 : Evolution du volume d'usure ($\times 10^6 \mu\text{m}^3$) des échantillons de Ti-6Al-xNb broyé et compactés en fonction de la teneur en Nb et des charges appliquées.

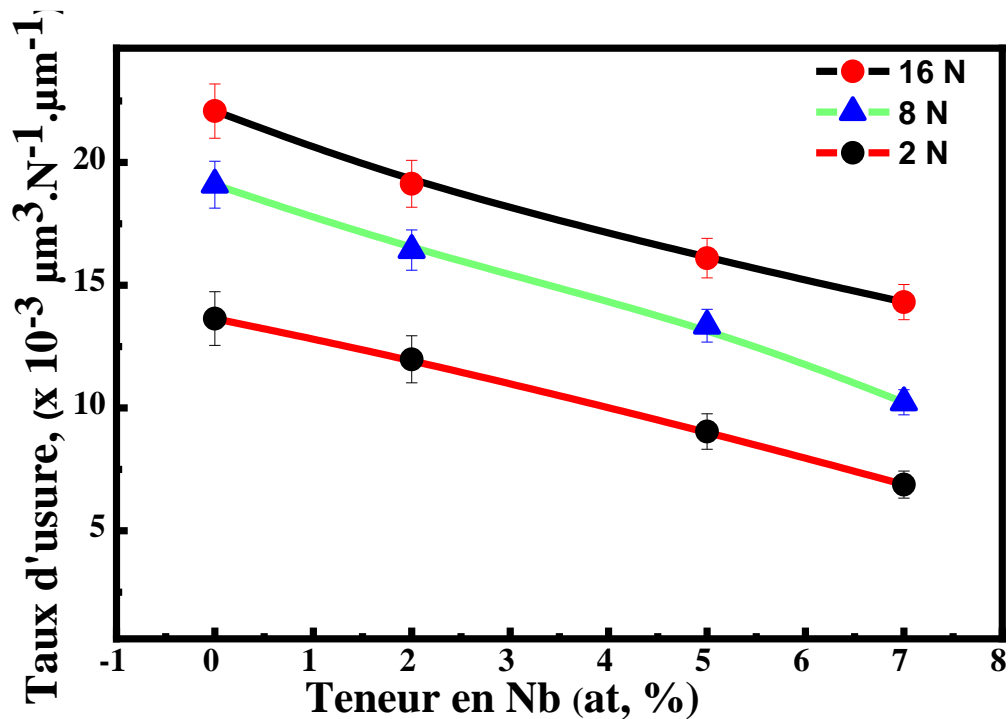


Figure IV-6 : Evolution du taux d'usure ($\times 10^{-3} \mu\text{m}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-1}$) des échantillons de Ti-6Al-xNb broyés et compactés en fonction de la teneur en Nb et des charges appliquées.

Les données collectées indiquent clairement que la vitesse de glissement affecte principalement le processus d'usure et de frottement, probablement causé par l'élévation de la température dans la zone de contact, conduit à la dissolution de la surface la plus soluble du corps. Le dépassement du seuil de vitesse critique entraîne la fusion de cette surface, ce qui est un phénomène physique important à prendre en compte dans le cadre de l'analyse des dégâts.

Il a été démontré que l'élévation de la température lors d'un contact avec un autre élément, en fonction de la vitesse de ce dernier, entraîne des changements structurels. En outre, cette élévation accroît la réactivité en fonction des surfaces environnantes. Comme l'a déjà attesté M. Fellah et al [196], Quand la température est suffisamment élevée et que la vitesse de glissement est très rapide, le coefficient de friction diminue quand la vitesse augmente. Par ailleurs, il a été démontré que l'augmentation de la température des matériaux en contact a un impact sur leur résistance à l'usure et conduit à une détérioration de leurs propriétés mécaniques. Selon Fellah et ses collaborateurs [196, 199] ainsi que d'autres chercheurs [200], ils ont découvert un lien entre la résistance au frottement et la vitesse de mouvement.

V.3 CONCLUSIONS

Dans le cadre de ma thèse, échantillons d'alliages à poudre de titane nanostructure ($\alpha + \beta$) Ti-Al-xNb (X = 0-7 at. %) a été produit avec succès par broyage à billes à haute énergie. Le comportement au frottement et à l'usure d'alliages contre une bille d'alumine à température ambiante et en milieu humide, ce qui nous a permis d'étudier l'influence du temps de broyage et de la teneur en niobium sur le coefficient de frottement et le taux d'usure de ces alliages. Les résultats obtenus sont les suivants :

- ✓ Le broyage des poudres de Ti, Al et Nb pendant 18 heures a amplement renforcé la dureté et la résistance à l'abrasion à cause de la diminution de la taille des grains.
- ✓ L'augmentation du temps de broyage est accompagnée par l'augmentation de la concentration en Nb, le taux d'usure baisse. Cette diminution est attribuée aux performances mécaniques optimisées résultant du perfectionnement de la taille des particules et à une porosité réduite.

- ✓ Le Ti-6Al-7Nb montrait les valeurs les plus faibles des coefficients de friction et de taux d'usure, en comparaison à d'autres échantillons contenant du Nb de 0 à 7 at. %. La résistance accrue de l'alliage Ti-6Al-7Nb est attribuée à ses propriétés mécaniques et structurelles améliorées.
- ✓ L'ajout de Nb affine la microstructure de l'alliage Ti-6Al et améliore par conséquent la résistance mécanique (selon la relation Hall-Petch).
- ✓ Les alliages Ti-6Al-7Nb sont prometteurs pour être utilisés comme implants orthopédiques.
- ✓ Le module d'élasticité faible des alliages Ti-6Al-7Nb sera utile dans les applications orthopédiques.

**CONCLUSION
GENERALE
ET
PERSPECTIVES**

CONCLUSION GENERALE

Dans le cadre de cette thèse, les résultats obtenus ont fait l'objet d'une présentation détaillée dans trois chapitres principaux. Ces derniers ont porté sur plusieurs aspects structuraux, mécaniques et tribologiques. L'étude s'est concentrée sur l'effet de deux paramètres : le temps de broyage et la teneur en Nb. Ces derniers ont été élaborés par mécanosynthèse dans des conditions optimales, en utilisant le broyeur planétaire 7. Les conclusions spécifiques ont été exposées à la fin de chaque chapitre, et les principaux résultats de ce travail sont résumés comme suit :

- Les alliages de titane étudiés, montrent l'existence de deux phases ($\alpha+\beta$), avec une augmentation de la phase β avec l'augmentation de la teneur en Nb.
- Il a été constaté que l'allongement du temps de broyage entraînait une augmentation des paramètres de maille. Les échantillons préparés après 18 heures de broyage ont présenté les valeurs les plus élevées.
- L'analyse statistique des données a révélé une corrélation entre l'augmentation du temps de broyage et la diminution de la taille des grains. Cette diminution a été calculée à l'aide des modèles DRX, selon la relation de Scherrer. Les résultats montrent que la taille des grains a commencé à diminuer à partir de 54 nm pour un temps de broyage de 2 heures, et a atteint un minimum de 29 nm après 18 heures de broyage. La diminution de cette quantité a entraîné une augmentation de la microdéformation dans les alliages Ti-6Al-7Nb. Avec l'augmentation de la teneur en Nb, les grains diminuent et deviennent plus fins.
- La porosité diminue lorsque le broyage est plus élevé, avec des valeurs de 11,054 %, 9,046 %, 3,02 % et 2,205 % respectivement lors des temps de broyage de 2, 6, 12 et 18 heures. De plus, l'augmentation du temps de broyage dans l'intervalle (2 heures à 18 heures) a entraîné une augmentation de la densité, passant de 87% à 98 %. Les alliages Ti-6Al-7Nb ont une densité d'environ 4 g/cm³ dans l'étude en cours, ce qui est comparable à celle des os naturels (entre 1,8 et 2,1 g/cm³).
- Au début du broyage de 2 heures (320 HV_{0.02}), la microdureté des alliages augmente et atteint sa valeur maximale à 18 heures (625 HV_{0.02}). Cette augmentation de la dureté peut être attribuée à un raffinement accru des grains, résultant d'une augmentation du temps de broyage.

- L'augmentation du module de Young de Ti-6Al-7Nb de 110 GPa à 2 h à 190 GPa à 18 h.
- L'incorporation de 7 at. % de Nb a induit une hausse de 95 % de la densité relative, ce qui explique une densification efficace du matériau.
- Plus le contenu en Nb augmente, plus la microdureté augmente. L'échantillon contenant 7% de Nb présentait une valeur maximale de 365 HV0.02. L'échantillon de Ti-6Al (sans Nb) présentait la valeur la plus basse, atteignant 287 HV0.02. La forte résistance était attribuée à une faible porosité et une densité relative élevée. Il est important de noter que la réduction de la taille des cristaux, un processus connu sous le nom de « raffinage des grains », peut accroître la résistance des alliages de titane.
- Le module de Young a connu une augmentation concomitante avec l'accroissement du taux de Nb, atteignant une valeur maximale de 120 GPa pour un échantillon contenant 7 at. % de Nb. En revanche, l'échantillon de Ti-6Al dépourvu de Nb a affiché une valeur la plus faible, s'établissant à 105 GPa. Cette observation suggère que la diminution de la taille des cristaux pourrait contribuer à l'augmentation de la résistance des alliages de titane, en raison du mécanisme de renforcement des grains.
- L'existence de Niobium dans ces alliages a un impact significatif sur leurs microstructures.
- Avec l'augmentation de la teneur en Nb, les grains diminuent et deviennent plus fins.
- L'ajout de 7 at. % de Nb a engendré une augmentation de la densité relative de 95 %. Cette augmentation peut être expliquée par une densification efficace du matériau.
- La porosité diminuait à mesure que la teneur en Nb augmentait, atteignant une valeur minimale de 5,02 %.
- L'élévation du pourcentage de Nb dans la composition de l'alliage a induit une hausse du module de Young, qui a atteint un pic de 120 GPa pour un échantillon contenant 7 at.% de Nb, tandis que le Ti-6Al dépourvu de Nb affichait un module de Young le plus faible, avec une valeur de 105 GPa. Il a été démontré que le processus de renforcement par raffinement des grains peut entraîner une augmentation de la dureté des alliages de titane en réduisant la taille des cristallites.
- La durée de broyage des poudres de Ti, Al et Nb s'est élevée à 18 heures. Cette étape a induit une amélioration notable de la dureté et de la résistance à l'usure, attribuable à la taille raffinée des grains.

- Il a été observé que l'augmentation du temps de broyage et de la quantité de Nb entraîne une diminution du taux d'usure, ce qui est dû aux propriétés mécaniques améliorées grâce à la raffinement de la granulométrie et à la faible porosité.
- Le coefficient de frottement et le taux d'usure étaient les plus faibles du Ti-6Al-7Nb par rapport à d'autres échantillons avec une teneur en Nb comprise entre 0 et 7 wt. %.
- L'alliage Ti-6Al-7Nb présente une résistance plus élevée en raison de ses propriétés mécaniques et structurales améliorées.
- L'ajout du Nb affine la microstructure de l'alliage Ti-6Al et améliore ainsi sa résistance mécanique (selon la relation Hall-Petch).
- Le faible module d'élasticité des alliages Ti-6Al-7Nb sera bénéfique pour les applications orthopédiques.

Enfin, les résultats obtenus dans le cadre de cette étude sont conformes aux normes établies dans le domaine biomédical. Plus précisément, ils sont conformes aux normes en vigueur concernant l'état de surface des prothèses totales de hanche, et plus particulièrement en ce qui concerne la dureté, la résistance à l'usure et au frottement. Ces résultats nous permettent de conclure que l'alliage Ti-6Al-7Nb est un matériau privilégié pour être utilisé dans des environnements biologiques.

FUTURES AXES DE RECHERCHE

- Un point de vue porte sur la mise en œuvre de nouveaux biomatériaux (à base de titane) et leur rapprochement avec l'alliage Ti-6Al-7Nb.
- Une autre approche concerne l'utilisation des alliages de titane dans la mise en œuvre de revêtements de surface par évaporation sous vide ou par d'autres méthodes.
- Il est essentiel d'analyser l'impact de la vitesse de glissement et de la distance de glissement sur le frottement. Cette étude permettra de mieux comprendre les mécanismes en jeu et d'évaluer l'importance de ces paramètres dans le processus d'usure. Les résultats de cette recherche permettront de mieux orienter les futures investigations et d'enrichir les connaissances dans ce domaine.
- Pour appréhender de manière plus approfondie le processus de passivation et la composition du film d'oxyde formé à la surface de l'alliage Ti-6Al-7Nb, il s'avère

indispensable d'envisager d'autres techniques de caractérisation de la surface, appropriées et performantes, telles que l'XPS et la spectroscopie Raman.

- Enfin, il est nécessaire de mener une étude en utilisant la spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) afin d'obtenir davantage d'informations sur les caractéristiques des films passifs formés et d'étudier l'interface entre le film et l'électrolyte à la surface des alliages.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Bauer, S., Schmuki, P., Von Der Mark, K., & Park, J. (2013). Engineering biocompatible implant surfaces: Part I: Materials and surfaces. *Progress in Materials Science*, 58, 261–326. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2012.09.001>
- [2] Behera, A. (2021). *Advanced materials: An introduction to modern materials science*. Springer Nature.
- [3] Slokar, L., Štrkalj, A., & Glavaš, Z. (2019). Synthesis of Ti-Zr alloy by powder metallurgy. *Engineering Review*, 39(1), 115–123. <http://dx.doi.org/10.30765/er.39.1.12>
- [4] Revathi, A., Vijayalakshmi, U., & Manivasagam, G. (2014). Comparative study of the electrochemical behavior of Cp Titanium and Ti-6Al-4V with other Titanium-based alloys for biomedical applications. *Materials Technology*, 29(1), 49–53.
- [5] El Boraei, N. F., Ibrahim, M. A. M., Abd El Rehim, S. S., & Elshamy, I. H. (2013). Electrochemical corrosion behavior of β Ti alloy in a physiological saline solution and the impact of H₂O₂ and albumin. *Journal of Solid State Electrochemistry*. <https://doi.org/10.1007/s10008-023-05751-z>
- [6] Kumar, S., & Sankara Narayanan, T. S. N. (2008). Corrosion behaviour of Ti-15Mo alloy for dental implant applications. *Journal of Dentistry*, 36(7), 500–507. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.03.007>
- [7] Ghosh, S., Sanghavi, S., & Sancheti, P. (2018). Metallic biomaterial for bone support and replacement. In *Fundamental Biomaterials: Metals* (pp. 139–165). <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-102205-4.00006-4>
- [8] Ganesan, K., Hayagreevan, C., Jeevagan, A. J., Adinaveen, T., Sophie, P. L., Amalraj, M., & Bhuvaneshwari, D. S. (2023). Candle soot derived carbon dots as potential corrosion inhibitor for stainless steel in HCl medium. *Journal of Applied Electrochemistry*. <https://doi.org/10.1007/s10800-023-01941-9>
- [9] Manam, N. S., Harun, W. S. W., Shri, D. N. A., Ghani, S. A. C., Kurniawan, T., Ismail, M. H., & Ibrahim, M. H. I. (2017). Study of corrosion in biocompatible metals for implants: A review. *Journal of Alloys and Compounds*, 701, 698–715. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.01.196>

- [10] Hazwani, M. R. S. N., Lim, L. X., Lockman, Z., & Zuhailawati, H. (2022). Fabrication of titanium-based alloys with bioactive surface oxide layer as biomedical implants: Opportunity and challenges. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 32, 1–44. [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(21\)65776-X](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(21)65776-X)
- [11] Choubey, A., Balasubramaniam, R., & Basu, B. (2004). Effect of replacement of V by Nb and Fe on the electrochemical and corrosion behavior of Ti–6Al–4V in simulated physiological environment. *Journal of Alloys and Compounds*, 381, 288–294. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2004.03.096>
- [12] Zhang, L. C., & Chen, L. Y. (2019). A review on biomedical titanium alloys: Recent progress and prospect. *Advanced Engineering Materials*, 21, 1801215. <https://doi.org/10.1002/adem.201801215>
- [13] Han, M. K., Kim, J. Y., Hwang, M. J., Song, H. J., & Park, Y. J. (2015). Effect of Nb on the microstructure, mechanical properties, corrosion behavior, and cytotoxicity of Ti-Nb alloys. *Materials*, 8, 5986–6003. <https://doi.org/10.3390%2Fma8095287>
- [14] Kanyane, L. R., Popoola, A. P. I., Pityana, S., & Tlotleng, M. (2022). Synthesis of Ti-Al-xNb ternary alloys via laser-engineered net shaping for biomedical application: Densification, electrochemical, and mechanical properties studies. *Materials*, 15, 544. <https://doi.org/10.3390%2Fma15020544>
- [15] Abou Shahba, R. M., Ghannem, W. A., El-Sayed El-Shenawy, A., Ahmed, A. S. I., & Tantawy, S. M. (2011). Corrosion and inhibition of Ti-6Al-4V alloy in NaCl solution. *International Journal of Electrochemical Science*, 6, 5499–5509.
- [16] Revathi, A., Dalmau, A., Igual, A., Richard, C., & Manivasagam, G. (2017). Degradation mechanisms and future challenges of titanium and its alloys for dental implant applications in oral environment. *Materials Science and Engineering: C*, 76, 1354–1368. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2017.02.159>
- [17] Geetha, M., Singh, A. K., Asokamani, R., & Gogia, A. K. (2009). Ti-based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants – A review. *Progress in Materials Science*, 54, 397–425. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.06.004>

- [18] Lee, T., Lee, S., Kim, I. S., Moon, Y. H., Kim, H. S., & Park, C. H. (2020). Breaking the limit of Young's modulus in low-cost Ti–Nb–Zr alloy for biomedical implant applications. *Journal of Alloys and Compounds*, 828, 154401. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.154401>
- [19] Kuroda, P. A. B., Lourenço, M. L., Correa, D. R. N., & Grandini, C. R. (2020). Thermo mechanical treatments influence on the phase composition, microstructure, and selected mechanical properties of Ti–20Zr–Mo alloys system for biomedical applications. *Journal of Alloys and Compounds*, 812, 152108. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2019.152108>
- [20] Bai, Y., Gai, X., Li, S. J., Zhang, L. C., Liu, Y. J., Hao, Y. L., Zhang, X., Yang, R., & Gao, Y. B. (2017). Improved corrosion behavior of electron beam melted Ti–6Al–4V alloy in phosphate buffered saline. *Corrosion Science*, 123, 289–296. <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2017.05.003>
- [21] Correa, D. R. N., Kuroda, P. A. B., Lourenço, M. L., Buzalaf, M. A. R., & Grandini, C. R. (2019). Adjustment of the microstructure and selected mechanical properties of biomedical Ti–15Zr–Mo alloys through oxygen doping. *Journal of Alloys and Compounds*, 775, 158–167. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2018.10.105>
- [22] Bolzoni, L., Weissgaerber, T., Kieback, B., Ruiz-Navas, E. M., & Gordo, E. (2013). Mechanical behaviour of pressed and sintered CP Ti and Ti–6Al–7Nb alloy obtained from master alloy addition powder. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 20, 149–161. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2012.08.022>
- [23] Fikeni, L., Annan, K. A., Mutombo, K., & Machaka, R. (2021). Effect of Nb content on the microstructure and mechanical properties of binary Ti–Nb alloys. *Materials Today Proceedings*, 38, 913–917. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.05.315>
- [24] Liu, Y., Wang, H., Zhu, S., Wang, J., Xu, G., Chen, F., & Cui, Y. (2022). Mapping of microstructure features and micromechanical properties of Ti–xAl–yFe (x=0–6, y=4–10 wt.%) alloys via diffusion couple method. *Journal of Materials Research and Technology*, 18, 3526–3540. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.04.049>
- [25] Pilliar, R. M., Cameron, H. U., Binnington, A. G., Szivek, J., & Macnab, I. (1979). Bone ingrowth and stress shielding with a porous surface coated fracture fixation plate. *Journal of Biomedical Materials Research*, 13, 799–810. <https://doi.org/10.1002/jbm.820130510>

- [26] Çahaa, I., Alvesa, A. C., Kurodab, P. A. B., Grandinib, C. R., Pintoa, A. M. P., Rochab, L. A., &Toptan, F. (2020). Degradation behavior of Ti-Nb alloys: Corrosion behavior through 21 days of immersion and tribocorrosion behavior against alumina. *Corrosion Science*, 167, 108488. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2020.108488>
- [27] Chui, P., Jing, R., Zhang, F., Li, J., & Feng, T. (2020). Mechanical properties and corrosion behavior of β -type Ti-Zr-Nb-Mo alloys for biomedical application. *Journal of Alloys and Compounds*, 842, 155693. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2020.155693>
- [28] Lin, D. J., Lin, J. H. C., & Ju, C. P. (2002). Structure and properties of Ti-7.5Mo-xFe alloys. *Biomaterials*, 23(8), 1723.
- [29] Fellah, M., Labaiz, M., Assala, O., Dekhil, L., &Iost, A. (2014). Tribological behavior of biomaterial for total hip prosthesis. *Matériaux& Techniques*, 102(6-7), 601.
- [30] SidahmedOuldEthman, M. (2015). Prothèse totale de hanche dans le service de chirurgie orthopédique et traumatologique du CHU de Kati (Doctoral dissertation). Pp. 4-5.
- [31] CRITT. (2002). Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologie. Retrieved from <http://www.critt-mdts.com/bio.htm> (accessed July 25, 2024).
- [32] Couteau, B. (1997). Modélisation 3D par la méthode des éléments finis du fémur humain. Application à l'étude des prothèses sur mesure (Doctoral dissertation, Toulouse).
- [33] Bastaraud, H. (2017). Fracture de l'extrémité supérieure du fémur chez le sujet de 65 ans et plus: Taux de mortalité à 1 an après prise en charge au sein du GHER de janvier 2013 à août 2017.
- [34] Philippe, M. P., Martin, E., Hummer, J., Gacon, G., Dambreville, A., & Ray, A. (2005). The ESOP-HA modular cementless femoral stem: A study of the results of 165 hip arthroplasties with a minimum of 10-year follow-up. *European Journal of Orthopaedic Surgery & Traumatology*, 15(4), 275-285.
- [35] Mukka, S., Mellner, C., Knutsson, B., Sayed-Noor, A., &Sköldenberg, O. (2016). Substantially higher prevalence of postoperative peri-prosthetic fractures in octogenarians with hip fractures operated with a cemented, polished tapered stem rather than an anatomic stem. *Acta Orthopaedica*, 87(3), 257-261.

- [36] Cooper, H. J., Urban, R. M., Wixson, R. L., Meneghini, R. M., & Jacobs, J. J. (2013). Adverse local tissue reaction arising from corrosion at the femoral neck-body junction in a dual-taper stem with a cobalt-chromium modular neck. *The Journal of Bone and Joint Surgery. American Volume*, 95(10), 865–872.
- [37] Matsen Ko, L., Chen, A. F., Deirmengian, G. K., Hozack, W. J., & Sharkey, P. F. (2016). Catastrophic femoral head-stem trunnion dissociation secondary to corrosion. *The Journal of Bone and Joint Surgery. American Volume*, 98(16), 1400–1404. <https://doi.org/10.2106/JBJS.CC.N.00146>
- [38] Girard, J. (2015). Femoral head diameter considerations for primary total hip arthroplasty. *Orthopaedics & Traumatology: Surgery & Research*, 101(1 Suppl), S25–S29.
- [39] Del Balso, C., Teeter, M. G., Tan, S. C., Howard, J. L., & Lanting, B. A. (2016). Trunnionosis: Does head size affect fretting and corrosion in total hip arthroplasty? *The Journal of Arthroplasty*, 31(10), 2332–2336.
- [40] Lachiewicz, P. F., Heckman, D. S., Soileau, E. S., Mangla, J., & Martell, J. M. (2009). Femoral head size and wear of highly cross-linked polyethylene at 5 to 8 years. *Clinical Orthopaedics and Related Research*, 467(12), 3290–3296.
- [41] Lachiewicz, P. F., Soileau, E. S., & Martell, J. M. (2016). Wear and osteolysis of highly crosslinked polyethylene at 10 to 14 years: The effect of femoral head size. *Clinical Orthopaedics and Related Research*, 474(2), 365–371.
- [42] Singh, J. A., Sperling, J. W., & Cofield, R. H. (2014). Revision surgery following total shoulder arthroplasty: Analysis of 2,588 shoulders over 3 decades (1976–2008). *The Journal of Bone and Joint Surgery. British Volume*, 93(11). Retrieved October 20, 2014, from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC3882033/>.
- [43] Tsuda, K., Haraguchi, K., Koyanagi, J., Takahashi, S., Sugama, R., & Fujiwara, K. (2016). A forty-millimeter head significantly improves range of motion compared with a twenty-eight-millimeter head in total hip arthroplasty using a computed tomography-based navigation system. *International Orthopaedics*, 40(10), 2031–2039.

- [44] Cross, M. B., Nam, D., & Mayman, D. J. (2012). Ideal femoral head size in total hip arthroplasty balances stability and volumetric wear. *HSS Journal: The Musculoskeletal Journal of Hospital for Special Surgery*, 8(3), 270–274.
- [45] Ast, M. P., Lyman, S., Gorab, A. H., Parkes, N., Boles, J., Lee, Y., et al. (2015). Two-year clinical outcomes of total hip arthroplasty are not dependent on femoral head composition. *HSS Journal: The Musculoskeletal Journal of Hospital for Special Surgery*, 11(2), 130–135.
- [46] Scholl, L., Longaray, J., Raja, L., Lee, R., Faizan, A., Herrera, L., et al. (2016). Friction in modern total hip arthroplasty bearings: Effect of material, design, and test methodology. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part H: Journal of Engineering in Medicine*, 230(1), 50–57.
- [47] Court, C., & Nordin, J. Y. (1999). Prothèses totales de hanche : les choix du chirurgien. In Groupe d'Étude et de Travail en Radiologie Ostéoarticulaire (Eds.), *Imagerie de la hanche* (pp. 311–330). Montpellier: SaurampsMédical.
- [48] Thanner, J. (1999). The acetabular component in total hip arthroplasty: Evaluation of different fixation principles. *Acta Orthopaedica Scandinavica*, 70(Suppl 286), 1–41.
- [49] Farizon, F., Maatougui, K., Beguin, L., & Fessy, M. H. (1999). Couple métal-polyéthylène et double mobilité. *Journées Lyonnaises de chirurgie de la hanche*, Lyon.
- [50] Nazarian, S., & Muller, M. E. (1998). Les voies d'abord de la hanche. *EMC, Techniques chirurgicales orthopédie Traumatologie*, 44-600.
- [51] Honnart, F. (1978). Voies d'abord en chirurgie orthopédique et traumatologique. *Masson*, 96–119.
- [52] Bizot, P., Larrouy, M., Witvoct, J., Sedel, L., & Nizard, R. (2000). Pressfit metal-backed alumina sockets: A minimum 5-year follow-up study. *Clinical Orthopaedics and Related Research*, 379, 134–142.
- [53] Dore, J. L. (2002). Comment connaître la position du bassin dans le plan frontal avant la pose d'une PTH? *Maîtrise Orthopédique*, (112), March.
- [54] Lefevre, N. (2000). Arthroplastie totale de hanche par trochantérotomie classique et digastrique. *Mémoire DESC*, Paris.
- [55] Amstuty, H. C. (1991). *Hip arthroplasty*. New York: Churchill Livingstone.

- [56] Rozencher, N. (2003). Prévention thromboembolique en chirurgie orthopédique prothétique du membre inférieur. Journées Lyonnaises de Chirurgie de la Hanche.
- [57] Hutten, D. (1996). Luxations et subluxations des prothèses totales de hanche. Conférences d'enseignement de la SOFCOT, Cahiers d'enseignement de la SOFCOT, 55, 19–46.
- [58] Pascarel, X. (1992). Facteurs étiologiques des luxations de prothèses totales de hanche et solutions thérapeutiques: A propos de 75 cas. *Revue de Chirurgie Orthopédique*, 78(Suppl. I).
- [59] Vielpeau, C. (2002). Les reprises des prothèses totales de hanche infectées. SOFCOT Réunion annuelle, novembre 2001, *Revue de la Chirurgie Orthopédique*, 88(1S), 159–216 (Suppl. n°5).
- [60] Rééducation de la hanche opérée. (2010). Disponible sur www.traitement-chirurgical.wikibis.com/prothese_de_hanche.php. Consulté le : 23/05/2010.
- [61] Articulation de la hanche. (2010). Disponible sur www.hanche-genou-epaule.com. Consulté le : 25/05/2010.
- [62] Könönen, M. (1992). Effect of surface processing on the attachment, orientation, and proliferation of human gingival fibroblasts on titanium. *Journal of Biomedical Materials Research*, 26, 1325–1341.
- [63] Breme, H. J. (1998). Surface modification and tailoring. In *Metals as Biomaterials* (pp. 153–176). Wiley and Sons.
- [64] Fellah, M., Assala, O., Taleb, A., & Labaïz, M. (2015). Comportement électrochimique d'une prothèse totale de hanche en alliage à base de titane – Ti-6Al-4V. In 3ème Conférence Internationale sur la Maintenance et la Sécurité Industrielle (CIMSI'15). Département de Génie Mécanique, Université de Skikda, Algeria, 09–10 November 2015.
- [65] Niinomi, M. (1999). Recent titanium R&D for biomedical applications in Japan. *JOM*, 32–34.
- [66] Cook, S. D., Gianoli, G. J., Clemow, A. J., & Haddad, R. J. (1983–1984). Fretting corrosion in orthopaedic alloys. *Biomaterials, Medical Devices, and Artificial Organs*, 11, 281–292.
- [67] Cazenave, A. (2010). Prothèse de hanche. Retrieved November 12, 2010, from www.orthopal.com.
- [68] Hutten, D. (1996). Luxations et subluxations des prothèses totales de hanche. Conférences d'enseignement de la SOFCOT, Cahiers d'enseignement de la SOFCOT, 55, 19–46.

- [69] Chirurgie Arthrose. (2010). Disponible sur www.chirurgie-arthrose.com/upload/cqyfwxszb.JPG.consulté le: 23/12/2023.
- [70] MMajou, C., & Inesscom. (2008). Prothèse totale de hanche: Coxarthrose et complication, 9–11.consulté le:
- [71] Rhumatologie. (2023)., Disponible sur www.rhumatologie.asso.fr/.../73-337-344-6.jpg.consulté le: 23/12/2023.
- [72] Kerboul, M. (n.d.). Traitement des descellements fémoraux aseptiques des prothèses totales de la hanche. Cahiers d'enseignement de la SOFCOT, Conférences d'enseignement, 1–17.
- [73] Olivier, H. (1995). Traitement des détériorations cotyloïdiennes aseptiques des prothèses totales de la hanche. Cahiers d'enseignement de la SOFCOT, Conférences d'enseignement, 23–34.
- [74] Grenier, M. (1998). Microstructure et résistance à l'usure de revêtements créés par fusion laser avec gaz réactifs sur du titane (Master's thesis). Université de Laval.
- [75] Fillote, N. (2004). Etude mécanique de l'usure- Modélisation par Eléments Discrets des débits de troisième corps solide (Doctoral dissertation). Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- [76] Attabi, S. (2016). Étude tribologique d'un alliage de titane « Ti6Al4V » traité par nitruration ionique.
- [77] Georges, J. M. (2000). Frottement, usure et lubrification : Tribologie ou science des surfaces. Collection Sciences et techniques de l'ingénieur.
- [78] Wirth, C. (n.d.). Influence de l'état de surface de l'alliage Nickel-Titane sur le comportement cellulaire. Mémoire pour l'obtention du diplôme de l'Ecole Pratique des Hautes Etudes.
- [79] Texier, G. (n.d.). Elaborations et caractérisations micro et nanostructurales d'alliages à base de titane à destination biomédicale (Doctoral dissertation). Institut National des Sciences Appliquées de Rennes.
- [80] Baquey, C., & Bordenave, L. (n.d.). Les biomatériaux, des matériaux doublement exigeants. Université Victor Segalen Bordeaux 2.
- [81] Lefaix, H. (2008). Elaboration et caractérisation structurale d'alliages Ti45Zr38Ni17 hypereutectiques, étude physico-chimique pour applications biomédicales (Doctoral dissertation). Université Pierre et Marie Curie.

- [82] Williams, D. F. (1987). Definition in biomaterials. In *Progress in Biomedical Engineering* (pp. 67). Elsevier.
- [83] Williams, D. F. (1999). *The Williams dictionary of biomaterials*. Liverpool University Press.
- [84] Ratner, B. D., Hoffman, A. S., Schoen, F. J., & Lemons, J. E. (2004). *Biomaterials science: An introduction to materials in medicine* (2nd ed.). Elsevier Academic Press.
- [85] Nicolas, M. (2011). *La prothèse totale de hanche dans les nécroses aseptiques de la tête fémorale* (Doctoral dissertation). Institut National de Toulouse.
- [86] Le MAXIDICO. (2003). *Dictionnaire de langue française*.
- [87] Naili, M. (2009). *Modélisation géométrique d'une prothèse totale de hanche* (Magistère thesis). Université de Batna.
- [88] Levesque, J., & Mantovani, D. (2003). Les biomatériaux métalliques, de l'industrie à la salle d'opération. *Le Médecin du Québec*, 38(8).
- [89] Peters, M. (2003). *Structure and properties of titanium and titanium alloys*. Titanium and Titanium Alloys.
- [90] Veiga, C., Davim, J. P., & Loureiro, A. J. R. (2012). Properties and applications of titanium alloys: A brief review. *Rev. Adv. Mater. Sci*, 32, 133–148.
- [91] Laheurte, P., Prima, F., Eberhardt, A., Gloriant, T., Wary, M., & Patoor, E. (2010). Mechanical properties of low modulus titanium alloys designed from the electronic approach. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 3(8), 565–573.
- [92] Song, Y., Xu, D. S., Yang, R., Li, D., Wu, W. T., & Guo, Z. X. (1999). Theoretical study of the effects of alloying elements on the strength and modulus of β -type bio-titanium alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 260(1-2), 269–274.
- [93] Hanawa, T., Asami, K., & Asaoka, K. (1996). Microdissolution of calcium ions from calcium-ion-implanted titanium. *Corrosion Science*, 38(9), 1579–1594.
- [94] Wang, J. X., Fan, Y. B., Gao, Y., Hu, Q. H., & Wang, T. C. (2009). TiO₂ nanoparticles translocation and potential toxicological effect in rats after intraarticular injection. *Biomaterials*, 30(27), 4590–4600.

- [95] Cvijovic-Alagic, I., Cvijovic, Z., Mitrovic, S., Panic, V., & Rakin, M. (2011). Wear and corrosion behaviour of Ti–13Nb–13Zr and Ti–6Al–4V alloys in simulated physiological solution. *Corrosion Science*, 53(2), 796–808.
- [96] Champin, B., & Gelas, B. (1984). Traitements thermiques des alliages de titane. *Techniques de l'ingénieur*, M1335.
- [97] Tricot, R. (1988). Traitements thermomécaniques des alliages de titane pour l'aéronautique. *Matériaux et Techniques*, 76, 47–64.
- [98] Combes, Y. (1997). Métallurgie et recyclage du titane et de ses alliages. *Techniques de l'ingénieur*, 1–15.
- [99] Prima, F. (2000). Etude métallurgique d'un nouvel alliage de Titane β -métastable (Doctoral dissertation). Institut National des Sciences Appliquées, Rennes.
- [100] Collings, E. W. (1984). *The physical metallurgy of titanium alloys*. American Society for Metals.
- [101] De Gelas, B., Armand, M., Serapiln, L., & Tricot, R. (n.d.). Titane et alliages de titane. *Techniques de l'ingénieur*, Fiche M 557, 1–10.
- [102] Flower, H. M. (1990). Microstructural development in relation to hot working of titanium alloys. *Materials Science and Technology*, 6, 1082–1092.
- [103] Come-Dingremont, N. (1991). Déformation à chaud et évolutions microstructurales des alliages de titane T A6V et β -Cez dans le domaine W (Doctoral dissertation). Institut National Polytechnique de Lorraine, Nancy.
- [104] Champin, B. (1982). Interaction transformation-structures-propriétés dans les alliages de titane. *Traitement thermique*, 163, 19–31.
- [105] Angelier, C., & Bechet, J. (1994). Transformations structurales de l'alliage β -Cez. Étude des mécanismes de précipitation après traitements de mise en solution. 36ième Colloque de Métallurgie, INSTN, Juin 1993, *Journal de Physique IV*, Colloque C3, Sup *Journal de Physique III*, 4, C3 111–116.
- [106] Combes, Y. (1994). Propriétés du titane et de ses alliages. *Technique de l'ingénieur*, traité matériaux métalliques, M557.

- [107] Tillant, B. (2007). Évaluation du choix de la prothèse et des techniques opératoires (Doctoral dissertation). Science et Génie des Matériaux, Université de Toulouse.
- [108] Seo, M., & Sato, N. (1980). Surface characterization of stainless steel prepared with various surface treatments. Transactions of the Japan Institute of Metals, 21, 805–810.
- [109] Adams, R. O. (1983). A review of the stainless-steel surface. Journal of Vacuum Science & Technology A, 1, 12–18.
- [110] Suryanarayana, C. (2008). Mat. Sci and Eng A, 479, 23.
- [111] Siegel, R. W. (1992). Atomic level structure and properties. In D. Wolf & S. Yip (Eds.), J. Mat. Interfaces (p. 431). Chapman & Hall.
- [112] Suryanarayana, C. (1995). Inter. Mat. Rev, 40, 41.
- [113] Tjong, S. C., & Chen, H. (2004). Mat. Sci. Ing. R45, 1.
- [114] Gherib, M. (2013). Elaboration et caractérisation des matériaux nanostructurées et leurs propriétés physiques et mécaniques (Doctoral dissertation). Annaba.
- [115] Fecht, H. J. (1992). Synthesis and properties of nanocrystalline metals and alloys prepared by mechanical attrition. Nanostructured Materials, 1, 125–130.
- [116] Valdrè, G., Botton, G. A., & Brown, L. M. (1999). High spatial resolution peels characterization of FeAl nanograins prepared by mechanical alloying. Acta Mater, 47(7), 2303–2311.
- [117] Hellstern, E., Fecht, H. J., Fu, Z., & Johnson, W. L. (1989). Structural and thermodynamic properties of heavily mechanically deformed Ru and AlRu. Journal of Applied Physics, 65(1), 305–310.
- [118] Boch, P. (2001). Matériaux et processus céramiques. Hermes Science Europe Ltd.
- [119] Benjamin, J. S. (1970). Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying. Metallurgical Transactions, 1, 2943–2951.
- [120] Koch, C. C., Cavin, O. B., McKamey, C. G., & Scarbrough, J. O. (1983). Preparation of “amorphous” Ni₆₀Nb₄₀ by mechanical alloying. Applied Physics Letters, 43(11), 1017–1019.
- [121] Hellstern, E., & Schultz, L. (1987). Glass formation in mechanically alloyed transition metal-titanium alloys. Materials Science and Engineering, 93, 213–216.

- [122] Schwarz, R. B., Petrich, R. R., & Saw, C. K. (1985). The synthesis of amorphous Ni-Ti alloy powders by mechanical alloying. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 76(2–3), 281–302.
- [123] Fecht, H., Hellstern, E., Fu, Z., & Johnson, W. (1990). Nanocrystalline metals prepared by high-energy ball milling. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 21, 2333–2337.
- [124] Guittoum, A. (2008). Etude des propriétés structurales, microstructurales et magnétiques des nanoparticules FeNi (Doctoral dissertation). Université Ferhat Abbas de Setif.
- [125] Zhang, D. L. (2004). Processing of advanced materials using high-energy mechanical milling progress. *Progress in Materials Science*, 49, 537–560.
- [126] Johnson, W. C., Lee, J. K., & Shiflet, G. J. (2006). Thermodynamic treatment of cyclic amorphization during ball milling. *Acta Materialia*, 54, 5123–5133.
- [127] Koch, C. C., & Whittenberger, J. D. (1996). Intermetallics. *Intermetallics*, 4, 339–355.
- [128] Suryanarayana, C. (2001). Mechanical alloying and milling. *Progress in Materials Science*, 46, 1–184.
- [129] Suryanarayana, C. (2004). *Mechanical alloying and milling*. Marcel Dekker.
- [130] Gaffet, E., & Le Caër, G. (2004). Mechanical processing for nanomaterials. In H. S. Nalwa (Ed.), *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology*, Vol. X (pp. 1–39).
- [131] Sparchez, Z., & Chicinas, I. (2005). Proceedings of the European Congress on Powder Metallurgy, EuroPM2005, Prague, 2, 99–104.
- [132] Sparchez, Z., & Chicinas, I. (2004). Proceedings of the World Congress on Powder Metallurgy, PM 2004, Vienna, Austria, 1, 213–218.
- [133] Kwon, Y. S., Gerasimov, K. B., & Toon, S. K. (2002). Ball temperatures during mechanical alloying in planetary mills. *Journal of Alloys and Compounds*, 346, 276–281.
- [134] Descamps, P., Sakaguchi, S., Poorteman, M., & Cambier, F. (1991). High temperature characterization of reaction sintered mullite zirconia composites. *Journal of the American Ceramic Society*, 74(10), 2476–2481.
- [135] Chapter 8 - Sintering Concepts. (n.d.). *Powder Metallurgy and Particulate Materials Processing* (pp. 219–260). Princeton, NJ: Metal Powder Industries Federation.

- [136] Hu, X., Yao, B., Jiacheng, J. L., Chen, L. K., Yan, M., & Wang, L. K. (2020). Preparation and properties of high refractive index UV-cured titanium hybrid optical materials. *Materials Letters*, 265, 127466.
- [137] Fellah, M., Hezil, N., Leila, D., Samad, M. A., Djellabi, R., Kosman, S., & Weiß, S. (2019). Effect of sintering temperature on structure and tribological properties of nanostructured Ti–15Mo alloy for biomedical applications. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 29(11), 2310–2320.
- [138] Fellah, M., Aissani, L., Samad, M. A., Purnama, A., Djbaili, H., Montagne, A., Iost, A., & Nouveau, C. (2018). Effect of Zr content on friction and wear behavior of Cr-Zr-N coating system. *International Journal of Applied Ceramic Technology*, 15(3), 701–715.
- [139] Fellah, M., Hezil, N., Abderrahim, K., Samad, M. A., Montagne, A., Mejias, A., et al. (2020). Investigating the effect of sintering temperature on structural and tribological properties of a nanostructured Ti–20Nb–13Zr alloy for biomedical applications. In J. Li (Ed.), *Characterization of minerals, metals, and materials 2020* (pp. 61). Springer, Cham. https://doi.org/10.1007/978-3-030-36628-5_61
- [140] Kadir, M. S. (2004). Compression de poudres pharmaceutiques et interaction avec l'outillage: Analyse expérimentale et modélisation numérique (p. 22). École des Mines d'Albi Carmaux.
- [141] M. Fellah, N. Hezil, M.Z. Touhami, M.A. Samad, A. Obrosove, D.O. Bokov, E. Marchenko, A. Montagne, A. IOST, A. Alhussein, Structural, tribological and antibacterial properties of ($\alpha+\beta$) based ti-alloys for biomedical applications. *Journal of Materials Research and Technology*, 9 (2020), 14061-14074; <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.09.118>.
- [142] Faerber, J. (2004). Microscopie électronique à balayage - Microanalyse X par sonde électronique. Institut de physique et de chimie des matériaux de Strasbourg.
- [143] Chekour. TP - Éléments de diffraction des rayons X. Université Mentouri de Constantine.
- [144] Gravereau, P. (2012). Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres. ICMCB-CNRS, Université Bordeaux 1.
- [145] Maeder, G. (1998). Application de la diffraction des rayons X à la métallurgie-métallographie et techniques d'analyses. In *PYC livres* (Chap. 10, pp. 143–150).

- [146] Sahel, D. (2004). Rapport de laboratoire de microscopie électronique. Centre de Recherche Nucléaire d'Alger.
- [147] Zhou, Y., Wang, K., Xin, R., & Liu, Q. (2020). Effect of special primary α grain on variant selection of secondary α phase in a near- α titanium alloy. *Materials Letters*, 271, 127766.
- [148] Farhang, M. R., Kamali, A. R., & Nazarian-Samani, M. (2010). Effects of mechanical alloying on the characteristics of a nanocrystalline Ti–50 at.% Al during hot pressing consolidation. *Materials Science and Engineering: B*, 168(1), 136–141.
- [149] El Amine, N. (2009). Comportement électrochimique et propriétés mécaniques de l'alliage de Titane Ti6Al4V: Effet des traitements de surface. Université de Constantine.
- [150] Tafel, J. (1905). Über die Polarisation bei kathodischer Wasserstoffentwicklung. *Zeitschrift für Physikalische Chemie*, 50, 641–712. <https://doi.org/10.1515/zpch-1905-5043>
- [151] Houmid Bennani, H. (1998). Contribution à l'étude de l'adhérence et des caractéristiques mécaniques et tribologiques de quelques couches minces dures. Université de Franche-Comté.
- [152] Evans, A. G., Lu, M. C., Shmauder, S., & Rühle, M. (1976). Some aspects of mechanical strength of ceramic/metal bonded system. *Acta Metallurgica*, 34(8), 1643–1655.
- [153] Moore, R. A., & King, F. S. (1980). Abrasive wear of brittle solids. *Wear*, 60, 123–140.
- [154] Zum Gahr, K. H. (1987). *Microstructure and wear of materials*. Tribology Series 10. Elsevier.
- [155] Koch, C. C. (2003). Top-Down Synthesis of Nanostructured Materials: Mechanical and Thermal Processing Methods. *Review of Advanced Materials Science*, 5, 91–99.
- [156] Piolet, R. (2014). Synthèse hydrothermale de nanoparticules de ZnO à du point critique: compréhension des étapes de germination et de croissance.
- [157] Suryanarayana, C., Klassen, T., & Ivanov, E. (2011). *Journal of Materials Science*, 46, 6301.
- [158] Amini, R., Shokrollahi, H., Hadianfard, M. J., Marasi, M., & Sritharan, T. (2009). *Journal of Alloys and Compounds*, 480, 617.
- [159] Alijani, F., Amini, R., Ghaffari, M., Alizadeh, M., & Okyay, A. K. (2014). Effect of milling time on the structure, micro-hardness, and thermal behavior of amorphous/nanocrystalline TiNiCu shape memory alloys developed by mechanical alloying. *Materials and Design*, 55, 373–380.

- [160] Hashmi, M. L., & Wadood, A. (2020). Microstructural, mechanical, and shape memory characterizations of Ti–Mo–Sn alloys. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 30, 688–700.
- [161] Fellah, M., Aissani, L., Abdul Samad, M., Iost, A., Touhami, M. Z., Montagne, A., et al. (2017). Effect of replacing vanadium by niobium and iron on the tribological behavior of HIPed titanium alloys. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 30(11), 1089–1099.
- [162] Singh, P., Abhash, A., Yadav, B. N., Shafeeq, M., Singh, I. B., & Mondal, D. P. (2019). Effect of milling time on powder characteristics and mechanical performance of Ti4wt% Al alloy. *Powder Technology*, 342, 275–287.
- [163] Zhou, J. B., & Rao, K. P. (2004). Structure and morphology evolution during mechanical alloying of Ti–Al–Si powder systems. *Journal of Alloys and Compounds*, 384(1–2), 125–130.
- [164] Kuper, C., Peng, W., Pisch, A., Goesmann, F., & Schmid-Fetzer, R. (1998). Phase formation and reaction kinetics in the system Ti–Sn. *Zeitschrift für Metallkunde*, 89, 855–862.
- [165] Nouri, A., Chen, X., Li, Y., Yamada, Y., Hodgson, P. D., & Wen, C. (2008). Synthesis of Ti–Sn–Nb alloy by powder metallurgy. *Materials Science and Engineering A*, 485(1–2), 562–570.
- [166] Fellah, M., Hezil, N., Hamadi, F., Iqbal, A., Samad, M. A., Alburaikan, A., ... & Obrosova, A. (2024). Effect of Fe content on physical, tribological and photocatalytic properties of Ti-6Al-xFe alloys for biomedical applications. *Tribology International*, 191, 109146.
- [167] Vives, S., Gaffet, E., & Meunier, C. (2004). X-ray diffraction line profile analysis of iron ball-milled powders. *Materials Science and Engineering: A*, 366(2), 229–238.
- [168] Scherrer, P. (1918). Bestimmung der Größe und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. *Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, Mathematisch-Physikalische Klasse*, 1918, 98.
- [169] Patterson, A. L. (1939). The Scherrer formula for X-ray particle size determination. *Physical Review*, 56(10), 978.
- [170] Suryanarayana, C., & Norton, M. G. (1998). *X-rays and Diffraction* (pp. 3–19). Springer US.
- [171] Fanton, L., de Lima, N. B., Encinas, E. R., Borrás, V. A., Afonso, C. R. M., & Fogagnolo, J. B. (2020). Effects of laser surface melting on crystallographic texture, microstructure, elastic modulus,

and hardness of Ti–30Nb–4Sn alloy. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 30, 392–404.

- [172] Loudjani, N., Bensebaa, N., Dekhil, L., Alleg, S., & Sunol, J. J. (2011). Structural and magnetic properties of Co₅₀Ni₅₀ powder mixtures. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 323(23), 3063–3070.
- [173] Mhadhbi, M., Khitouni, M., Azabou, M., & Kolsi, A. (2008). Characterization of Al and Fe nanosized powders synthesized by high-energy mechanical milling. *Materials Characterization*, 59(7), 944–950.
- [174] Sakher, E., Loudjani, N., Benchiheub, M., Belkahla, S., & Bououdina, M. (Year). Microstructure characterization of nanocrystalline [incomplete reference, please provide more details].
- [175] Dercz, G., Matuła, I., Maszybrocka, J., Zubko, M., Barczyk, J., Pająk, L., ... et al. (2019). Effect of milling time and presence of Sn on the microstructure and porosity of sintered Ti-10Ta-8Mo and Ti-10Ta-8Mo-3Sn alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 791, 232–247.
- [176] Kokorev, O., Hodorenko, V., Chekalkin, T., Gunther, V., Kang, S., Chang, M., ... et al. (2019). Evaluation of allogenic hepato-tissue engineered in porous TiNi-based scaffolds for liver regeneration in a CCl₄-induced cirrhosis rat model. *Biomedical Physics & Engineering Express*, 5, 025018.
- [177] Davidson, J. A., & Gergette, F. S. (1987). State of the art materials for orthopedic devices. *Society of Manufacturing Engineers EM87-122*, 1.
- [178] Gibson, L. J. (1985). The mechanical behaviour of cancellous bone. *Journal of Biomechanics*, 18(5), 317–328.
- [179] Suchanek, W., & Yoshimura, M. (1998). Processing and properties of hydroxyapatite-based biomaterials for use as hard tissue replacement implants. *Journal of Materials Research*, 13(1), 94–117.
- [180] Mohamed, A., Osman, T. A., Toprak, M. S., Muhammed, M., Yilmaz, E., & Uheida, A. (2016). Visible light photocatalytic reduction of Cr(VI) by surface-modified CNT/titanium dioxide composite nanofibers. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical*, 424, 45–53.

- [181] Mohan, P., Osman, T. A., Amigo, V., & Mohamed, A. (2017). Effect of Fe content, sintering temperature, and powder processing on the microstructure, fracture, and mechanical behaviors of Ti-Mo-Zr-Fe alloys. *Journal of Alloys and Compounds*, 729, 1215–1225.
- [182] Wang, J., He, S., Sun, B., Guo, Q., & Nishio, M. (2003). Grain refinement of Al–Si alloy (A356) by melt thermal treatment. *Journal of Materials Processing Technology*, 141, 29.
- [183] Jian, X., Xu, H., Meek, T. T., & Han, Q. (2005). Dielectric properties of SiC/LAS composite. *Materials Letters*, 59, 190.
- [184] Bendijk, A., Delhez, R., Katgerman, L., Dekeijser, T. H. H., Mittemeijer, E. J., & Vanderpers, N. M. (1980). Characterization of Al-Si-alloys rapidly quenched from the melt. *Journal of Materials Science*, 28, 2803.
- [185] Sato, Y. S., Urata, M., Kokawa, H., & Ikeda, K. (2003). Hall–Petch relationship in friction stir welds of equal channel angular-pressed aluminum alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 354, 298.
- [186] Zhang, L. Y., Zhan, Z. J., Jia, Y. J. Z., Wang, W. K., & Zhou, B. D. (2007). Characterization of Al–Si–Mg alloys fast quenched from the melt by special medium. *Journal of Materials Processing Technology*, 187–188, 791.
- [187] Malatji, N., Popoola, A. P. I., Lengopeng, T., & Pityana, S. (2020). Effect of Nb addition on the microstructural, mechanical, and electrochemical characteristics of AlCrFeNiCu high-entropy alloy. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*, 27, 1332–1340. <https://doi.org/10.1007/s12613-020-2178-x>
- [188] Reid, C. B., Forrester, J. S., Goodshaw, H. J., Kisi, E. H., & Suaning, G. J. (2008). A study in the mechanical milling of alumina powder. *Ceramics International*, 34(6), 1551–1556.
- [189] Hezil, N., Aissani, L., Fellah, M., Samad, M. A., Obrosof, A., Timofei, C., & Marchenko, E. (2022). Structural and tribological properties of nanostructured $\alpha + \beta$ type titanium alloys for total hip. *Journal of Materials Research and Technology*, 19, 3568–3578. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.06.042>
- [190] Bouchareb, N., Fellah, M., Hezil, N., Fouzia, H., Montagne, A., Obrosof, A., Yadav, K. K., & El-Hiti, G. A. (2024). Effect of milling time on structural, physical, and photocatalytic properties of Ti-

- Ni alloy for biomedical applications. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 131, 1–15. <https://doi.org/10.1007/s00170-024-13207-5>
- [191] Trujillo, L. E., Chávez-Urbiola, E. A., Legorreta, F., Chávez-Urbiola, I. R., Willars-Rodriguez, F. J., Ramírez-Bon, R., & Ramírez-Cardona, M. (2017). Di-thiourea cadmium chloride crystals synthesis under UV radiation influence. *Journal of Crystal Growth*, 478, 140–145.
- [192] Fellah, M., Hezil, N., Touhami, M. Z., Hussien, M. A., Montagne, A., Mejias, A., Iost, A., Kossman, S., Chekalkin, T., Obrosof, A., & Weiss, S. (2020). Effect of sintering temperature on mechanical and tribological behavior of Ti–Ni alloy for biomedical applications. In *The Minerals, Metals & Materials Society (Eds.), TMS 2020, 149th Annual Meeting & Exhibition Supplemental Proceedings. The Minerals, Metals & Materials Series. Springer, Cham.* <https://doi.org/10.1007/978-3-030-36296-6-157>
- [193] Bhaumik, M., & Maity, K. (2018). Effect of different tool materials during EDM performance of titanium grade 6 alloy. *Engineering Science and Technology, an International Journal*, 21(3), 507–516.
- [194] Fellah, M., Aissani, L., Iost, A., Zairi, A., Montagne, A., & Mejias, A. (2018). Comportement à l'usure et au frottement de deux biomatériaux AISI 316L et Ti6Al7Nb pour prothèse totale de hanche. *Materials & Technology*, 106(402), 1–10.
- [195] Ghadimi, M., & Shokuhfar, A. (2012). Effects of mechanical alloying on microstructure and microhardness of nanocrystalline NiTi shape memory alloy. *International Journal of Advanced Design and Manufacturing Technology*, 5(5), 25–29.
- [196] Fellah, M., Aissani, L., & Abdul Samed, M. (2016). Friction and wear of biomaterials alloys AISI 316L and Ti-6Al-7Nb. *Trends in Biomaterials & Artificial Organs*, 30(2), 106–115.
- [197] Limouni, A. (1998). Étude dynamique, théorique et expérimentale des essais de frottement pion-disque (Doctoral dissertation, Thèse UTC).
- [198] Fellah, M., Labaïz, M., Assala, O., Dekhil, L., & Iost, A. (2013). Tribological behavior of AISI 316L stainless steel for biomedical applications. *Tribology: Materials, Surfaces & Interfaces*, 7(3), 135–149.
- [199] Fellah, M., Assala, O., Labaïz, M., Dekhil, L., & Iost, A. A. (2013). Friction c. In *25ème JIFT 2013 (Vol. 4, pp. 374–384). Centre pour la Communication Scientifique Directe.*

- [200] Lesquois, O., Serra, J. J., Kapsa, P., Serror, S., &Boher, C. (1996). Degradations in a high-speed sliding contact in transient regime. *Wear*, 201(1–2), 163–170.