

# وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

BADJI- MOKHTAR- ANNABA UNIVERSITY

UNIVERSITE BADJI- MOKHTAR- ANNABA



جامعة باجي مختار – عنابة

Année 2010

Faculté des Sciences

Département de Physique

Mémoire

Présenté en vue de l'obtention du diplôme de **MAGISTER**

## EVALUATION MICRO ACOUSTIQUE DES COURBES DE DISPERSION DE BIOMATERIAUX

Option : Semi-conducteurs

Par

**KERBOUCHE Messaouda**

Directeur de mémoire : Fatiha BOUMERDAS

Professeur Université de Annaba

Devant le jury :

**PRESIDENT :**

**Abdelaziz DOGHMANE**

**Prof. Université de Annaba**

**EXAMINATEURS :**

**Allaoua CHIBANI**

**Prof. Université de Annaba**

**Houria TRIKI**

**M. C. Université de Annaba**

**Noureddine BOUCERREDJ**

**M. C. Université de Annaba**

# **Dédicace**



*A mon père*

*A ma mère*

*A mes filles*

*Lina, Aya, Nada*

*A mon mari Makhlouf*

*A mes frères*

*A mes soeurs*

*A toutes la famille Kerbouche*

## ***REMERCIEMENT***

Ce travail de mémoire a été effectué au sein du laboratoire des Semi-conducteurs, Faculté des Sciences, Université Badii Mokhtar Annaba.

J'exprime mes plus sincères remerciements à madame le professeur Zahia. HADJOUB, directrice du Laboratoire des Semi-conducteurs, LSC, et membre de l'Académie des Sciences de New York, de m'avoir accueillie dans le laboratoire des semi-conducteurs du département de Physique de l'Université d'Annaba, je la remercie pour sa gentillesse, et pour ses conseils pertinents.

Je remercie chaleureusement Madame Fatiha. BOUMERDAS, Professeur à la Faculté de Médecine de l'Université de Annaba, d'avoir accepté de diriger ce travail, pour son aide, ces conseils précieux, et ces encouragements.

J'adresse mes respectueux remerciements à Monsieur Abdelaziz. DOGHMANE, Professeur au département de Physique, Université de Annaba, membre de l'Académie des Sciences de New York, qui m'a honorée d'avoir accepté d'être Président de jury.

Je remercie particulièrement le Professeur Alaoua. CHIBANI, de l'Université de Annaba pour l'honneur qu'il me fait d'accepter d'être Examineur dans mon jury.

Je tiens à remercier Mademoiselle Houria. TRIKI, Maître de Conférences de l'Université de Annaba, pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail et d'avoir accepté d'être un Membre dans ce jury.

Je veux adresser tous mes remerciements à Monsieur Noureddine. BOUCERRADJ, Maître de Conférences de l'Université de Annaba pour sa participation à cette commission d'examen.

Je remercie tous mes collègues du laboratoire, pour leurs soutiens et leurs encouragements

## ملخص

اهتمنا في هذا العمل بدراسة انتشار موجة رايلي في الطبقات الرقيقة التالية ( $ZrO_2$ ، Hap،  $Al_2O_3$ ) ،  $ZrO_2$ ، 316L، CoCrMo، Ti،  $Ti_6Al_4V$ ، 45S5) مرسبة فوق العظم البشري . و كذلك لطبقات رقيقة لمادة الهيدروكسبثيت (Hap) مرسبة فوق المساند التالية (  $Ti_6Al_4V$ ، Ti ، CoCrMo ، 316L ،  $ZrO_2$ ، 45S5) بواسطة تقنية المجهرية الصوتية ، ه ذه الأخيرة تعتبر تقنية غير هدامة للتمييز على المستوى المكمرومترى.

من اجل دراسة تغير سرعة نمط رايلي بدلالة السمك المنظم ( $d/\lambda_T$ ) اعتمدنا على تمثيل نظري يستوجب حساب معاملات الانعكاس  $R(\theta)$ ، تحديد الإشارات الصوتية  $V(z)$ ، ثم معالجتها بواسطة محولة فوري السريعة، و هذا للتحديد فى الاخير قيم سرعات الانتشار للانماط المثارة لكل بنية مدروسة. لقد وجدنا ان تبدد السرعة بدلالة سمك الطبقة موجب. ايضا لاح ظنا وجود ظواهر غير عادية فى منحنيات التبدد. مناقشة النتائج المتحصلة عليها بينت ان هذه الظواهر مرتبطة بمعامل السرعات طبقة/ مسند و تأثير الكثافة.

### الكلمات المفتاحية

مادة حيوية ، المجهرية الصوتية ، نمط رايلي، تبدد موجب، طبقة رقيقة.

## ***Abstract***

---

In this work, we studied by acoustic microscopy the propagation of waves in thin films: Hap, ZrO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 316L, CoCrMo, Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, 45S5, filed on human bone, and also of thin films of hydroxyapatite Hap deposited on different substrat (Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, CoCrMo, 316L, ZrO<sub>2</sub>, 45S5). This is a non destructive microcharaterization technical.

To study the evolution of the variation in Rayleigh velocity as a function of normalized thickness ( $d/\lambda_T$ ), we made a theoretical simulation which calculated the reflection  $R(\theta)$ , determined the acoustic signatures,  $V(z)$ , then processed by fast Fourier transform, finally determined the velocities of the mode excited in each structure studied. We found a positive velocities dispersion function of the thickness of layer. We also found the existence of anomalies in these curves. The interpretation of the results obtained shows that these phenomena are due to the speed ratio layers/substrate and the effect of density.

### **Keywords**

Biomaterial, Acoustic microscopy, Rayleigh mode, Positive dispersion, Thin layer.

## ***Résumé***

---

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude de la propagation de l'onde de Rayleigh dans les couches minces : Hap,  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ , 316L, CoCrMo, Ti,  $Ti_6Al_4V$ , 45S5, déposées sur l'os humain et aussi des couches minces d'hydroxyapatite Hap déposées sur différents substrats (Ti,  $Ti_6Al_4V$ , CoCrMo, 316L,  $ZrO_2$ , 45S5), par microscopie acoustique. Cette dernière est une technique de microcaractérisation non destructive.

Afin de pouvoir étudier l'évolution de la variation de la vitesse de Rayleigh en fonction de l'épaisseur normalisée ( $d/\lambda_T$ ), nous avons fait une simulation théorique qui consiste à calculer le coefficient de réflexion,  $R(\theta)$ , déterminer les signatures acoustiques,  $V(z)$ , puis les traiter par transformée de Fourier rapide pour déterminer enfin les vitesses de propagation des modes excités dans chaque structure étudiée. Nous avons trouvé une dispersion de vitesse positive en fonction de l'épaisseur de la couche. Nous avons aussi constaté l'existence des anomalies dans ces courbes. L'interprétation des résultats obtenus montre que ces phénomènes sont dues au rapport des vitesses couches/ substrat et à l'effet de la densité.

### **Mots clés**

Biomatériau, Microscopie acoustique, Mode de Rayleigh, Dispersion positif, Couche mince.

## ***Liste des figures***

### ***FIGURES DU CHAPITRE : I***

<b>Figure</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Figure 1.1</b>	Quelques dispositifs biomédicaux	<b>04</b>
<b>Figure 1.2</b>	Structure de l'os	<b>08</b>
<b>Figure 1.3</b>	Différentes contraintes mécaniques qui l'os subit	<b>09</b>
<b>Figure 1.4</b>	Différentes formes de l'hydroxyapatite	<b>17</b>
<b>Figure 1.5</b>	Projection de la structure Hap sur le plan (001)	<b>18</b>
<b>Figure 1.6</b>	Structure macro et micro poreuse de Hap	<b>19</b>
<b>Figure 1.7</b>	Illustration de la loi de Snell-Descartes	<b>22</b>
<b>Figure 1.8</b>	Partie acoustique du microscope acoustique	<b>24</b>

**FIGURES DU CHAPITRE : II**

<b>Figure</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Figure 2.1</b>	Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Os)	<b>32</b>
<b>Figure 2.2</b>	Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (45S5/Os)	<b>33</b>
<b>Figure 2.3</b>	Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (CoCrMo/Os)	<b>34</b>
<b>Figure 2.4</b>	Variation de $\theta_R$ en fonction de $(d/\lambda_T)$	<b>35</b>
<b>Figure 2.5</b>	Signatures acoustiques de $V(z)$ obtenues à différentes épaisseurs pour (45S5/Os)	<b>37</b>
<b>Figure 2.6</b>	Signatures acoustiques obtenues à différentes épaisseurs pour (CoCrMo/Os)	<b>38</b>
<b>Figure 2.7</b>	Variation de $\Delta z$ en fonction de $(d/\lambda_T)$	<b>39</b>
<b>Figure 2.8</b>	Spectres de FFT des courbes de $V(z)$ de (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Os) à différentes épaisseurs	<b>41</b>
<b>Figure 2.9</b>	Spectres de FFT des courbes de $V(z)$ de (45S5/Os) à différentes épaisseurs	<b>42</b>
<b>Figure 2.10</b>	Spectres de FFT des courbes de $V(z)$ de (CoCrMo/Os) à différentes épaisseurs	<b>43</b>
<b>Figure 2.11</b>	Courbe de dispersion de $V_R$ pour (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> /Os)	<b>45</b>
<b>Figure 2.12</b>	Courbes de dispersion de $V_R$ pour (316L/Os, Ti/Os, CoCrMo/Os, Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V/Os)	<b>46</b>
<b>Figure 2.13</b>	Courbes de dispersion de $V_R$ pour (Hap/Os, 45S5/Os, ZrO <sub>2</sub> /Os)	<b>47</b>

### **FIGURES DU CHAPITRE : III**

<b>Figure</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Figure 3.1</b>	Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (Hap/45S5)	<b>53</b>
<b>Figure 3.2</b>	Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (Hap/CoCrMo)	<b>54</b>
<b>Figure 3.3</b>	Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (Hap/Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V)	<b>55</b>
<b>Figure 3.4</b>	Signatures acoustiques obtenus à différentes épaisseurs pour (Hap/CoCrMo)	<b>57</b>
<b>Figure 3.5</b>	Signatures acoustiques obtenus à différentes épaisseurs pour (Hap/Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V)	<b>58</b>
<b>Figure 3.6</b>	Variation de $\Delta z$ en fonction de $d/\lambda_T$	<b>59</b>
<b>Figure 3.7</b>	Spectres de FFT des courbes de $V(z)$ de (Hap/45S5) à différentes épaisseurs	<b>60</b>
<b>Figure 3.8</b>	Spectres de FFT des courbes de $V(z)$ de (Hap/CoCrMo) à différentes épaisseurs	<b>61</b>
<b>Figure 3.9</b>	Spectres de FFT des courbes de $V(z)$ de (Hap/Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V) à différentes épaisseurs	<b>62</b>
<b>Figure 3.10</b>	Courbes de dispersion de $V_R$ pour (Hap/Ti, Hap/Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V, Hap/45S5, Hap/ZrO <sub>2</sub> )	<b>63</b>
<b>Figure 3.11</b>	Courbes de dispersion de $V_R$ pour (Hap/CoCrMo, Hap/316L)	<b>64</b>

.....

## *Liste des tableaux*

<b>Tableau</b>	<b>Titre</b>	<b>Page</b>
<b>Tableau 1.1</b>	Domaines d'applications des biomatériaux	<b>05</b>
<b>Tableau 1.2</b>	Résistance globale des os entiers	<b>10</b>
<b>Tableau 1.3</b>	Quelques biomatériaux orthopédiques selon leurs bioactivités	<b>11</b>
<b>Tableau 1.4</b>	Propriétés mécaniques de l'os et de quelques biomatériaux	<b>11</b>
<b>Tableau 1.5</b>	Composition chimique de l'acier inoxydable 316L	<b>12</b>
<b>Tableau 1.6</b>	Composition chimique de CoCrMo	<b>13</b>
<b>Tableau 1.7</b>	Composition chimique de Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V	<b>14</b>
<b>Tableau 1.8</b>	Propriétés d'alumine et de zircone pour les applications orthopédique	<b>15</b>
<b>Tableau 1.9</b>	Composition chimique et rapport Ca/P des différentes phases phosphocalciques	<b>17</b>
<b>Tableau 2.1</b>	Propriétés acoustiques et élastiques des biomatériaux étudiés	<b>29</b>
<b>Tableau 2.2</b>	Valeur de $\theta_R$ pour chaque couche étudiée	<b>35</b>
<b>Tableau 2.3</b>	Valeur de $\Delta z$ correspondante au mode de Rayleigh pour chaque couche	<b>39</b>
<b>Tableau 2.4</b>	Valeurs des rapports acoustiques pour les différentes structures étudiées	<b>48</b>
<b>Tableau 3.1</b>	Paramètres acoustiques des structures (Hap/substrat).	<b>51</b>
<b>Tableau 3.2</b>	Valeurs des rapports acoustiques pour les différentes structures étudiées.	<b>65</b>

## *Liste des symboles*

<b>d</b>	Epaisseur de la couche
<b>E</b>	Module de Young
<b>EFF</b>	Efficacité
<b>f</b>	Fréquence
<b>FFT</b>	Transforme de Fourier rapide
<b>G</b>	Module de cisaillement
<b>K</b>	Module de compressibilité
<b>P (<math>\theta</math>)</b>	Fonction pupille
<b>R (<math>\theta</math>)</b>	Coefficient de réflexion
<b>T</b>	Coefficient de transmission
<b>V (z)</b>	Signature acoustique
<b>V<sub>u</sub> (z)</b>	Signature acoustique de lentille
<b>V<sub>I</sub> (z)</b>	Signature acoustique de l'échantillon
<b>V<sub>L</sub></b>	Vitesse longitudinale
<b>V<sub>liq</sub></b>	Vitesse du liquide
<b>V<sub>R</sub></b>	Vitesse de Rayleigh
<b>V<sub>T</sub></b>	Vitesse transversale
<b>V<sub>ph</sub></b>	Vitesse de phase
<b>z</b>	Distance de défocalisation
<b>Z</b>	Impédance acoustique
<b>Z<sub>L</sub></b>	Impédance acoustique longitudinale
<b>Z<sub>liq</sub></b>	Impédance acoustique du liquide de couplage
<b>Z<sub>Sol</sub></b>	Impédance acoustique du matériau
<b>Z<sub>T</sub></b>	Impédance acoustique transversale
<b>Z<sub>in</sub></b>	Impédance acoustique intérieure
<b><math>\Delta z</math></b>	Période du V (z)
<b><math>\theta_i</math></b>	Angle incidence
<b><math>\theta_L</math></b>	Angle critique longitudinal

$\theta_T$	Angle critique transversal
$\theta_{\text{lens}}$	Ouverture de la lentille
$\theta_R$	Angle critique de Rayleigh
$\nu$	Coefficient de Poisson
$\rho$	Densité
$\rho_{\text{liq}}$	Densité du liquide
$\rho_{\text{sol}}$	Densité du solide
$\rho_c$	Densité de la couche
$\rho_s$	Densité du substrat
$\Delta\varphi$	Différence de phase
$\lambda_T$	Longueur de l'onde transversale
$\lambda_R$	Longueur de l'onde de Rayleigh
$\zeta$	Le rapport de la densité et de la vitesse

\*\*\*\*\*

# **TABLE DES MATIERS**

<b>INTRODUCTION GENERALE.....</b>	<b>1</b>
-----------------------------------	----------

## **CHAPITRE I : *GENERALITE SUR LES BIOMATERIAUX A VOCATION ORTHOPEDIQUE***

<b>I.1 INTRODUCTION.....</b>	<b>3</b>
<b>I.2 BIOMATERIAUX.....</b>	<b>4</b>
<b>I.2.1 Définition d'un biomatériau.....</b>	<b>4</b>
<b>I.2.2 Domaines d'applications des biomatériaux.....</b>	<b>4</b>
<b>I.2.3 Biocompatibilité.....</b>	<b>6</b>
<b>I.2.4 Classification des biomatériaux.....</b>	<b>6</b>
<b>I.3 L'OS HUMAIN.....</b>	<b>7</b>
<b>I.3.1 Fonction de l'os.....</b>	<b>7</b>
<b>I.3.2 Structure de l'os.....</b>	<b>8</b>
<b>I.3.3 Caractéristiques mécaniques de l'os.....</b>	<b>9</b>
<b>I.3.4 Biomatériaux en site osseux.....</b>	<b>10</b>
<b>I.4 BIOMATERIAUX A VOCATION ORTHOPEDIQUE.....</b>	<b>12</b>
<b>I.4.1 Biomatériaux métalliques.....</b>	<b>12</b>
a) <b>Acier inoxydable .....</b>	<b>12</b>
b) <b>Alliage de cobalt chrome .....</b>	<b>13</b>
c) <b>Titane et l'alliage de titane.....</b>	<b>13</b>
<b>I.4.2 Céramiques bioinertes.....</b>	<b>14</b>
a) <b>Alumine .....</b>	<b>14</b>
b) <b>Zircone .....</b>	<b>15</b>
<b>I.4.3 Verres bioactifs.....</b>	<b>15</b>

<b>I.5</b>	<b>HYDROXYAPATITE COMME REVETEMENT.....</b>	<b>16</b>
I.5.1	Céramiques à base de phosphate de calcium.....	16
I.5.2	Utilisation de l'hydroxyapatite .....	17
I.5.3	Structure cristallographique de l'hydroxyapatite.....	18
I.5.4	Méthode d'élaboration de l'hydroxyapatite.....	18
I.5.5	Méthode de dépôt des couches de l'hydroxyapatite .....	19
I.5.6	Propriétés mécaniques des couches de l'hydroxyapatite .....	19
<b>I.6</b>	<b>L'INVESTIGATION ULTRASONORE.....</b>	<b>20</b>
I.6.1	Généralités sur les ondes acoustiques.....	20
I.6.2	Paramètres acoustiques.....	21
a)	Lois de Snell-Descartes.....	21
b)	Impédance acoustique.....	22
c)	Coefficient de réflexion et de transmission.....	23
I.6.3	Microscopie acoustique.....	24
a)	Principe de fonctionnement.....	24
b)	Caractérisation qualitative.....	25
c)	Caractérisation quantitative.....	25
I.6.4	Détermination des vitesses de phase via les signatures $V(z)$ .....	25
I.6.5	Déterminations des constants élastiques.....	26
<b>I.7</b>	<b>CONCLUSION.....</b>	<b>27</b>

\*\*\*\*\*

## **CHAPITRE II : PROPAGATION DE L'ONDE DE RAYLEIGH DANS DES STRUCTURES (BIOMATERIAU/OS)**

<b>II.1</b>	<b>INTRODUCTION .....</b>	<b>28</b>
<b>II.2</b>	<b>METHODE ET CONDITIONS DE SIMULATION.....</b>	<b>29</b>
II.2.1	Propriétés des matériaux .....	29
II.2.2	Conditions de simulation .....	30
II.2.3	Méthode de travail.....	30
<b>II.3</b>	<b>EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LES COEFFICIENTS DE REFLEXION.....</b>	<b>30</b>
II.3.1	Coefficient de réflexion $R(\theta)$ .....	30
II.3.2	Analyse des coefficients de $R(\theta)$ .....	31

II.3.3 Effet de l'épaisseur sur $\theta_R$ .....	35
II.4 EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LES COURBES DE $V(z)$ .....	36
II.4.1 Détermination de la signature acoustique $V(z)$ .....	36
II.4.2 Influence de l'épaisseur sur $\Delta z$ .....	39
II.5 EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LES SPECTRES DE FFT.....	40
II.6 EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LA VITESSE DE RAYLEIGH .....	44
II.6.1 Dispersion positive.....	44
II.6.2 Analyse et discussion.....	44
II.7 CONCLUSION.....	48

\*\*\*\*\*

### **CHAPITRE III : INVESTIGATION NON DESTRUCTIVE DES COUCHES DE HYDROXYAPATITE**

III.1 INTRODUCTION .....	49
III.2 METHODE DE TRAVAIL.....	50
III.2.1 Choix des conditions de simulation.....	50
III.2.2 Structures (Hap/substrat).....	50
III.3 ETUDE ANALYTIQUE DES COEFFICIENTS DE REFLEXION $R(\theta)$ .....	51
III.4 ETUDE ANALYTIQUE DES COURBES DE $V(z)$ .....	56
III.5 TRAITEMENT SPECTRALE DES COURBES DE $V(z)$ .....	59
III.6 COURBES DE DISPERSION DE $V_R$ .....	63
III.7 ETUDE ANALYTIQUE DES ANOMALIES .....	64
III.8 CONCLUSION.....	66

\*\*\*\*\*

CONCLUSION GENERALE .....	67
REFERANCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	69

## ***INTRODUCTION GENERALE***

Ces dernières années, l'étude des matériaux nécessite l'utilisation de plusieurs techniques aussi bien pour leur caractérisation que pour leur élaboration. Parmi ces techniques modernes de contrôle de qualité des matériaux, nous citons la microscopie acoustique qui se présente comme non seulement un complément mais aussi un moyen essentiel dans la micro-caractérisation non destructive [1-3]. Cette méthode utilise les ultrasons, dans la gamme de fréquence allant du MHz au GHz, qui se propagent même dans des matériaux qui sont optiquement opaques. La microscopie acoustique peut être utilisée selon deux modes complémentaires, en imagerie (micro-caractérisation qualitative) et en microanalyse (micro-caractérisation quantitative) [4, 5]. En mode imagerie, des cartographies locales des propriétés élastiques de l'échantillon sont établies par balayage. L'acquisition de la signature acoustique, quant à elle, fournit des informations quantitatives sur des micro-volumes. L'analyse des signatures acoustiques,  $V(z)$ , s'avère d'une très grande importance dans la détermination des propriétés élastiques des matériaux [6, 7].

Les applications du microscope acoustique à balayage se sont étendues sur un large domaine de recherche la biologie, microélectronique, métallurgie, semi-conducteur...etc. On cite aussi la caractérisation des structures couches minces/substrat. Ainsi, nous nous sommes intéressés dans ce travail à la détermination des courbes de dispersion dans les structures couches minces d'hydroxyapatite Hap déposées sur un biomatériau et aussi celles des couches minces déposées sur l'os.

Les biomatériaux représentent une grande avancée thérapeutique dans tous les domaines médicaux. Ils sont définis comme des matériaux travaillant sous contrainte biologique, pour évaluer, traiter, améliorer, ou remplacer les cellules, tissus, organe, ou fonction du corps humain. En orthopédie les biomatériaux peuvent être utilisés pour l'augmentation de la stabilité osseuse ou pour la restauration, la reconstruction et le remplacement des tissus endommagé. Ces derniers doivent être biocompatibles et dotés de propriétés mécaniques leur permettant d'éviter tout risque d'intolérance ou de rejet par l'organisme [8-11]. Par conséquent, la détermination de leurs propriétés mécaniques est très nécessaire.

Dans ce mémoire, nous nous citons dans le premier chapitre les notions générales sur les biomatériaux et en particulier ceux les plus utilisables en orthopédie ainsi que leurs applications. Aussi nous rappelons brièvement le principe de la microscopie acoustique, son intérêt, son principe de fonctionnement et les différentes étapes pour la détermination des vitesses de propagation dans les biomatériaux.

Le deuxième chapitre présente l'étude théorique via le microscope acoustique de la propagation de l'onde de Rayleigh dans les couches minces : hydroxyapatite, zircone, alumine, acier inoxydable, alliage de CoCrMo, titane, l'alliage de  $Ti_6Al_4V$ , verre bioactive déposées sur l'os. Nous montrons l'influence de l'épaisseur de la couche sur les coefficients de réflexions, les signatures acoustiques  $V(z)$ , ainsi que sur les courbes de dispersion de  $V_R$  de ces structures.

Dans le chapitre trois, nous présentons la caractérisation des couches minces des Hydroxyapatites déposées sur un biomatériau : titane Ti, alliage de titane  $Ti_6Al_4V$ , alliage de cobalt chrome CoCrMo, acier inoxydable 316L, zircone  $ZrO_2$ , le verre bioactive 45S5. Nous montrons l'influence de l'épaisseur sur les paramètres acoustiques et étudions les courbes de dispersion de la vitesse de Rayleigh.

\*\*\*\*\*

## **CHAPITRE : I**

### **GENERALITES SUR LES BIOMATERIAUX A VOCATION ORTHOPEDIQUE**

#### **I.1 INTRODUCTION**

Ces dernières années, les biomatériaux représentent une des grandes avancées thérapeutiques. Définis comme des matériaux travaillant sous contrainte biologique, présentés au remplacement d'un organe. Les biomatériaux regroupent de nombreuses disciplines et soulèvent des problèmes d'ordre scientifique mais aussi économique. Leur développement est une tâche très importante pour différents spécialistes : cliniciens, physiciens, mécaniciens, chimistes, biologistes.....etc.

Dans ce chapitre nous donnons des considérations générales sur les biomatériaux, telles que la biocompatibilité, la bioactivité, ainsi que leurs classifications et leurs domaines d'applications. Nous nous sommes intéressés particulièrement aux biomatériaux les plus utilisés en orthopédie, nous citons leurs biocompatibilités, caractéristiques mécaniques, et leurs domaines d'applications. En fin, nous rappelons le principe de fonctionnement du microscope acoustique à balayage et nous présentons les différentes étapes pour la détermination des vitesses de propagation dans les biomatériaux.

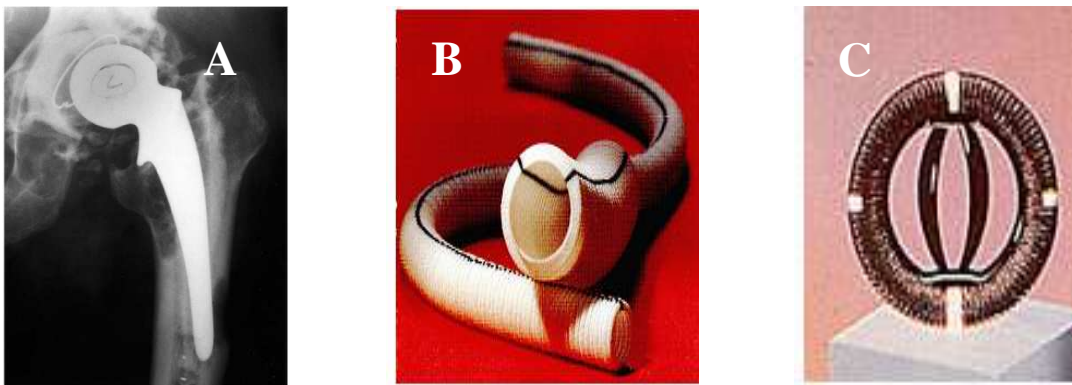
## I. 2 BIOMATERIAUX

L'utilisation des biomatériaux en reconstitution osseuse tend à s'accroître. Différentes catégories de biomatériaux sont employées comme implants. Les substituts osseux sont destinés à être en contact avec les tissus. Ils doivent être biocompatibles, aussi posséder de bonnes qualités mécaniques.

### I. 2. 1 Définition d'un biomatériau

Les biomatériaux ne se définissent pas par leur nature mais par l'usage auquel on les destine. Il est donc difficile de leur donner une définition totalement satisfaisante de part leur grande variété d'applications. Mais on peut retenir celle proposée lors de la conférence de Chester de la société Européenne des Biomatériaux, en 1986 : « matériaux non vivants utilisés dans un dispositif médical destiné à interagir avec les systèmes biologiques » [1].

Les dispositifs biomédicaux donnent des résultats optimaux pour beaucoup de thérapeutiques chirurgicales. La figure (1.1), présente quelques dispositifs biomédicaux.



**Fig. 1.1 :** Quelques dispositifs biomédicaux, A) prothèse de hanche  
B) prothèse vasculaire, C) valve cardiaque

### I.2.2 Domaines d'applications

De nombreuses thérapeutiques chirurgicales font appel à des biomatériaux, pour évaluer, traiter, améliorer ou remplacer les cellules, tissus, organe, ou fonction du corps humain [2-4]. Le tableau (1.1), regroupe les domaines d'applications des biomatériaux.

<b>Domaines</b>	<b>Applications</b>
Ophtalmologie	Lentille de contact, implant, coussinets de récupération, produit visqueux de chambre postérieur.
Odontologie et stomatologie	Matériaux de restauration et comblement dentaire et osseux, orthodontie, traitement du parodonte et de la pulpe, reconstruction maxillo-faciale, traitement prophylactiques, implants.
Cardiovasculaire	Valves cardiaques, cœur artificiel, assistance ventriculaire Stimulateurs cardiaques, prothèses vasculaires, cathéters, matériel pour circulation extracorporelle.
Chirurgie orthopédique	Prothèses articulaires, <a href="#">orthèses</a> , cartilage, remplacement osseux pour tumeur ou traumatisme, matériaux de comblement osseux injectables, ligaments et tendons artificiels, réparation de fractures (vis, clou...).
Urologie et néphrologie	Dialyseur, poches, cathéters et tubulures pour dialyse péritonéale, rein artificiel portable, matériaux pour traitement de l'incontinence.
Endocrinologie	Pancréas artificiel, systèmes de libération contrôlée de médicaments, pompes portables et implantables, biocapteurs.
Chirurgie général- divers	Drains de chirurgie, colles tissulaires, peau artificielle, produits de contraste, produits pour embolisation, produits pour radiologie interventionnelle.

**Tableau 1.1** : Domaines d'applications des biomatériaux [2].

### **I.2.3 Biocompatibilité**

Tout matériau implanté dans l'organisme est considéré comme un corps étranger. Pour qu'il ne sera pas endommagé par les fluides corporels, ou par les mécanismes de défenses de l'organisme, il doit être biocompatible [5-7].

Plusieurs définitions permettent de clarifier le mot biocompatible. Lors d'une conférence de Consensus réunie en Grande Bretagne en 1992 [8], la biocompatibilité a été définie comme : « la capacité d'un matériau à être utilisé avec une réponse appropriée de l'hôte pour une application spécifique ». En 1998 Exbrayat propose une définition plus détaillée : «La biocompatibilité d'un matériau est l'ensemble des interrelations entre le matériau et le milieu environnant, et leurs conséquences biologiques locales ou générales, immédiates ou différées, réversibles ou définitives » [9].

Par conséquent, la biocompatibilité est la qualité de tolérance du matériau au sein du milieu biologique, évalue la réponse du milieu receveur. Elle se définit aujourd'hui, non plus seulement comme l'absence de réactions toxiques, mais comme le contrôle permanent des influences réciproques entre l'organisme et l'implant de façon que l'un n'ait pas d'effets défavorables sur l'autre.

### **I.2.4 Classification des biomatériaux**

L'histoire d'utilisation des biomatériaux en médecine a débuté aux civilisations anciennes Inde, Chine, Egypte, ou la médecine était pratiquée comme partie des activités religieuses, l'utilisation des outils métallurgiques ou des pierres taillées pour traitement chirurgical. Cependant la première matière implantée était une plaque d'or pour une plaie fendu en 1588 [10]. Au cours du temps le domaine de biomatériaux est extrêmement étendu et regroupe des milliers des produits naturelles ou synthétiques, on peut les classer en quatre catégories [4, 5, 10] :

1. Les métaux et alliages métalliques,
2. les céramiques,
3. les polymères et les matières molles,
4. les matériaux d'origine naturelle.

Selon la bioactivité de biomatériau qui est défini comme étant la possibilité d'interactions, et d'échanges avec les cellules et les tissus vivants et celle d'induire des modifications biologiques des biomatériaux. On peut classer les biomatériaux en quatre groupes [11-13].

- 1) **Inertes** : un biomatériau inerte a une réaction minimale avec les tissus environnant. Il sera couvert d'une couche fibreuse non adhérente. La fixation est par interaction mécanique pur, (fixation morphologique).
- 2) **Bioactives** : un biomatériau bioactif a des réactions biophysiques et biochimiques à son interface, ces réactions aboutissent à la formation de liaisons chimiques fortes entre les tissus et le matériau, (fixation bioactive).
- 3) **Résorbables** : le biomatériau résorbable est remplacé peu à peu par les tissus environnant. Le matériau se dissout chimiquement par les cellules.
- 4) **Poreux** : un biomatériau poreux favorise la croissance des cellules à l'intérieur des pores, et favorise l'incorporation de matériau dans les tissus, (fixation biologique).

### **I.3 OS HUMAIN**

Le squelette osseux, constitue la charpente du corps humain, peut subir des fractures ou des pertes de substance, induites par des traumatismes ou par certaines pathologies, peuvent ainsi altérer une ou plusieurs fonctions du tissu osseux. L'utilisation des biomatériaux en orthopédie, est de plus en plus augmentée. Ils peuvent être utilisés pour l'augmentation de la stabilité osseuse (clous, vis, plaques), ou pour la restauration, la reconstruction et le remplacement des tissus endommagés. Afin d'utiliser un biomatériau le mieux adapté il est indispensable de connaître la structure et les propriétés du tissu osseux [13, 14].

#### **I.3.1 Fonction de l'os**

Les os au nombre de 206 remplissent trois fonctions principales dans le corps humain [15-17]

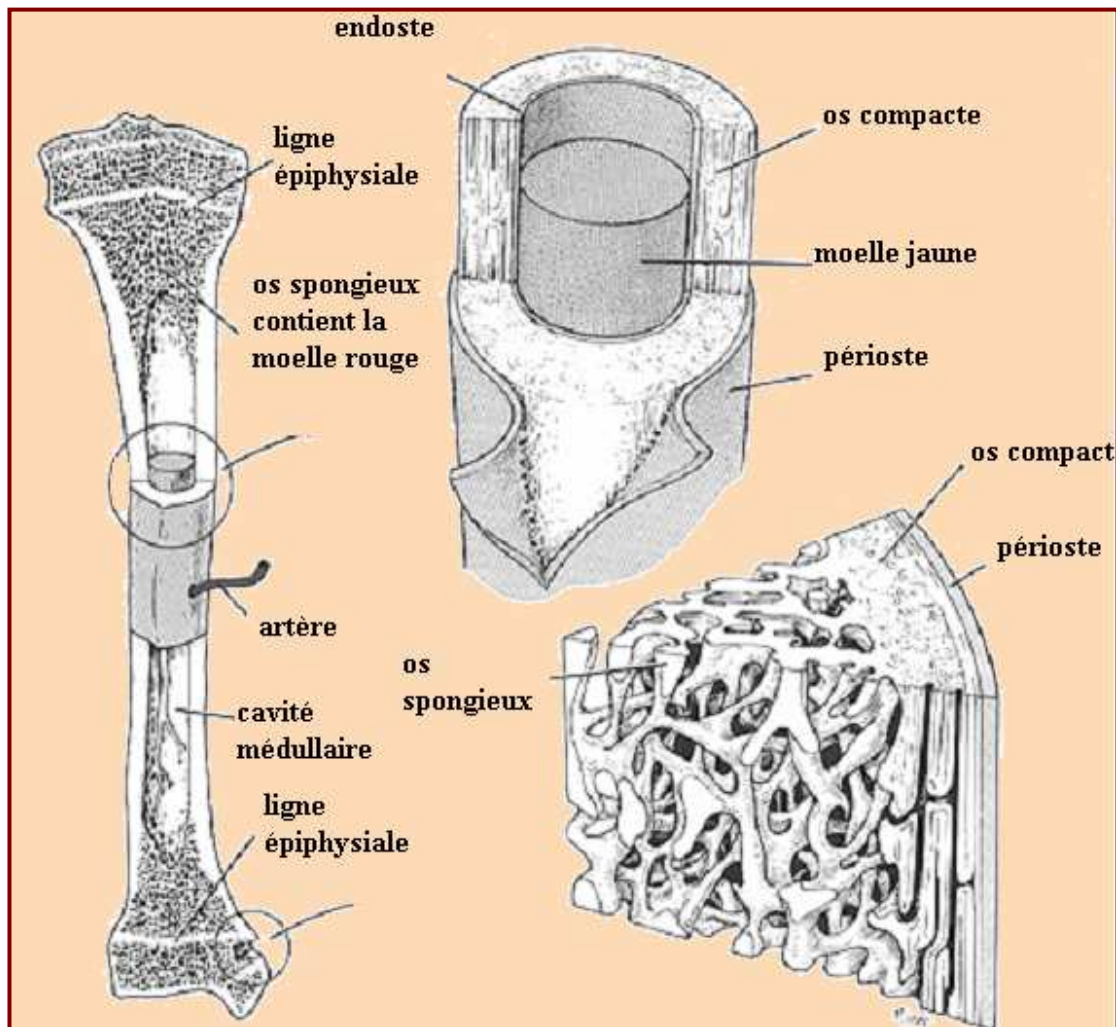
1. Donnent au corps sa forme extérieure et sa stabilité mécanique, protègent des organes importants comme le cerveau, le poumon, et fournissent l'attachement pour les muscles.
2. Etre une réserve de calcium et de phosphore qu'ils sont nécessaires à un grand nombre de fonctions métaboliques.

3. Soutiennent et protègent les parties molles, et referment la moelle qui produit les cellules sanguines.

De plus, les os éliminent les métaux lourds comme le plomb et l'arsenic, ainsi que d'autres toxines véhiculées dans la circulation générale.

### I.3.2 Structure de l'os

L'os se présente principalement sous forme deux types, l'os spongieux ou trabeculaire et l'os cortical ou compact, comme les représente la figure (1.2).



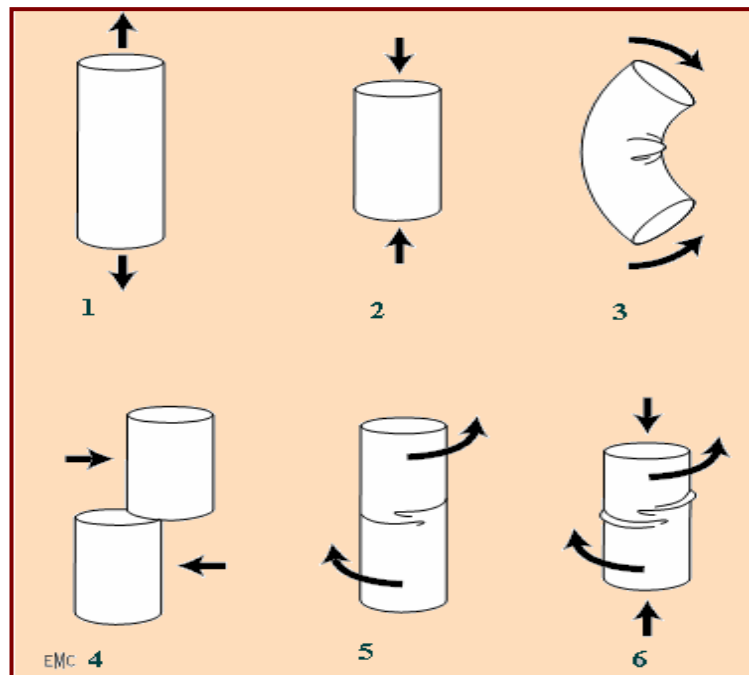
**Fig. 1.2** : Structure de l'os [13].

L'os spongieux constitue 20% du squelette est situé dans les extrémités supérieures des os longs et constitue la structure principale des os courts. L'os cortical compose les 80% restants du squelette et situé principalement dans les os longs. Le tissu osseux est constitué d'eau (environ 1/4 du poids de l'os), de matières organiques (environ 1/3 du poids d'os) et de sels minéraux inorganiques (calcium, phosphore, magnésium prédomine, bien que l'on trouve également du fer, sodium, potassium, chlore, et du fluor en petites quantités). [4, 13, 15, 16].

### I.3.3 Caractéristiques mécaniques de l'os

La connaissance des caractéristiques mécaniques de l'os est indispensable pour la compréhension le mécanisme des fractures et pour le choix des biomatériaux et les techniques thérapeutiques.

L'os est un matériau anisotrope et viscoélastique, il se forme et se résorbe en fonction des contraintes mécaniques qu'il subit (figure 1.3). Sa résistance varie en fonction de la direction suivant laquelle la charge est appliquée.



**Fig. 1.3 :** Différentes contraintes mécaniques que l'os subit [18].

- 1) tension, 2) compression 3) flexion, 4) cisaillement
- 5) torsion, 6) charge combinée torsion-compression.

L'os est plus fragile en tension qu'en compression, ainsi que l'activité musculaire modifie les contraintes supportées par les os. La résistance globale des os entiers a été étudiée par Yamada en 1970. Le tableau (1.2) donne un résumé de ces résultats [19].

Os	Charge de rupture en flexion (kg)	Résistance à la rupture en flexion (kg/mm <sup>2</sup> )	Déflexion (mm)	Charge de rupture en torsion (kg/cm)	Résistance à la rupture en torsion (kg/m <sup>2</sup> )
Fémur	250	19.3	11.1	1400	4.62
Tibia	262	20.1	9	1000	4.43
Péroné	40	20.1	14.3	116	4.01
Humérus	136	19.3	8.8	606	4.95
Radius	53	21.3	9.3	208	4.55
Cubitus	64	21.3	9.4	190	4.48

**Tableau 1.2 :** Résistance globale des os entiers [18].

L'os est un matériau composite comportant deux phases, la matrice qui est essentiellement collagène et l'os minéral [18]. L'os est élastique et suit la loi de Hooke. Pour l'os cortical habituellement est considéré isotrope selon la direction transversale, avec des propriétés mécaniques différentes selon la direction longitudinale [16]. Leur module d'élasticité (module de Young) compris entre 7 et 27 GPa. Le module d'élasticité varie avec le degré de minéralisation de l'os, le type, et leur localisation [13,18].

#### **I.3.4 Biomatériaux en site osseux**

Les chirurgiens orthopédiques utilisent divers types des biomatériaux naturels ou synthétiques pour la reconstruction ou le remplacement du site osseux endommagé, parmi les biomatériaux naturels on trouve le corail et les greffes osseux. Il existe trois types de greffes osseuses selon l'origine du greffon [20] :

- **les autogreffes** : le donneur et le receveur sont la même personne.
- **les xélogreffes** : le donneur est d'une espèce biologique différent de celle du receveur.
- **les allogreffes** : donneur et receveur font partie de la même espèce biologique mais étant deux individus distincts.

Les biomatériaux synthétiques les plus courants sont, pour les métaux et les alliages métalliques, le titane, les alliages de titanes  $Ti_6Al_4V$  où les alliages de cobalt chrome (CoCr), l'acier inoxydable 316L, pour leurs grandes résistances à la corrosion et leurs bonnes propriétés mécaniques. Les céramiques les plus utilisées sont l'alumine ( $Al_2O_3$ ), la zircone ( $ZrO_2$ ), les céramiques à base de phosphate de calcium, (hydroxyapatite (Hap), phosphate tricalcique BTCP), et les verres bioactifs comme (45S5). Concernant les polymères ce sont le polyéthylène de haut poids moléculaire, le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) [5]. Notons que la bioactivité de ces biomatériaux est différente, comme la représente le tableau (1.3).

Type de biomatériau	Exemples
Inerte	Métaux et alliages, notamment à base de titane, alumine, zircone polyéthylène,
Poreux	Hydroxyapatite, carbonate de calcium (corail)
Résorbable	Phosphate tri-calcique, acide polylactique, sulfate de calcium
Bioactif	Verres bioactifs, hydroxyapatite

**Tableau 1.3 :** Quelques biomatériaux orthopédiques selon leurs bioactivités [13].

L'exigence mécanique d'un implant orthopédique, en particulier les propriétés élastiques sont très nécessaires. Le biomatériau idéal celui qui possède des propriétés proches de celle de l'os. Le tableau (1.4) regroupe les propriétés mécaniques de l'os et de quelques biomatériaux.

Biomatériau	Module de Young (GPa)	Dureté Vickers (GPa)	Ténacité ( $MPa.m^{-1/2}$ )	Résistance en flexion (MPa)
Os cortical	7-27		2-12	
Os spongieux	0.05-0.5			
Hap	80-110	6	0.6-1	115-200
45S5	35	4.6	2	42
$Al_2O_3$	380-410	23	5-6	595
$ZrO_2$	195-210	13	15	1000

**Tableau 1.4 :** Propriétés mécaniques de l'os et de quelques biomatériaux [13].

## **I.4 BIOMATERIAUX A VOCATION ORTHOPEDIQUE**

### **I.4.1 Biomatériaux métalliques**

Les biomatériaux métalliques deviennent de plus en plus important en chirurgie orthopédique pour le remplacement ou la reconstruction des sites osseux endommagés où pour la fixation dans les cas des fractures (clous, vis, plaques...). Les matériaux les plus utilisés sont les aciers inoxydables, le titane et alliages à base de titane, cobalt, en raison de leur bonne résistance à la corrosion et leurs bonnes propriétés biomécaniques. Ils sont considérés l'alternative idéale dans les zones sous charges du squelette humain.

#### **a) Acier inoxydable**

L'acier inoxydable 316L est le biomatériau métallique le plus utilisé principalement dans le domaine de la chirurgie orthopédique, pour la fixation (plaque, vis...) ou pour des articulations artificielles (endoprothèses). En raison de leur élasticité plus élevée l'acier inoxydable 316L est le premier choix dans les zones sous contrainte. Aussi ce matériau a une bonne résistance à la corrosion, une grande dureté et une ténacité élevée. En plus, ce matériau n'est pas ferromagnétique ce qui permet à des patients porteurs de ce type de matériau de se soumettre aux examens d'imagerie par résonance magnétique (IRM) [21-23].

L'acier 316L est un alliage de fer et de carbone, auquel on ajoute essentiellement le chrome, ce dernier donne à l'acier inoxydable leur résistance à la corrosion, d'autres éléments peuvent être ajoutés tel que le nickel, qui améliore les propriétés mécaniques en générale et la ductilité en particulier, et le molybdène qui améliore la stabilité de l'alliage [22, 5]. Le tableau (1.5) donne la composition chimique de l'acier inoxydable 316L.

Eléments chimique	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Autre : N
Pourcentage massique	63 à 68	0.03	1	2	0.045	0.03	16.5 à 18.5	10 à 13	2 à 2.5	0.11

**Tableau 1.5 :** Composition chimique de l'acier inoxydable 316L [20].

**b) Alliages de cobalt chrome**

Les alliages de cobalt chrome sont utilisés pour fabriquer des implants orthopédiques, notamment comme des prothèses totales de hanche, genou, épaule. Ces alliages ont une grande résistance à la corrosion en particulier les alliages CoCrMo par une teneur en chrome de 27 à 30%, accompagnée d'une dureté élevée, haut module d'élasticité et une ténacité élevée [21, 5]. Les alliages de cobalt chrome ont une grande résistance à l'usure par rapport aux autres alliages. Cette caractéristique leur permet d'être utilisés dans des applications où le frottement est important [23, 24].

Le tableau (1.6) donne la composition chimique d'alliage à base de cobalt chrome CoCrMo.

Eléments	Cr	Mo	Ni	W	Fe	Ti	C	Si	P	S	Mn	Co
Pourcentage massique	27 à 30	5 à 7	<1	-	<0.75	-	<0.35	<1	-	-	<1	reste

**Tableau 1.6 :** Composition chimique de CoCrMo [5, 24].

**c) Titane et l'alliage de titane**

L'utilisation de titane et ces alliages en orthopédie a débuté au 1960 [22]. Le titane pur et en particulier l'alliage  $Ti_6Al_4V$  sont largement utilisés pour la fixation, comme prothèses d'articulations et en chirurgie de la colonne vertébrale. Le titane présente une très bonne résistance à la corrosion et une bonne biocompatibilité supérieure à celle des autres métaux. Ces deux propriétés sont liées à la présence d'une couche d'oxyde de titane  $TiO_2$ , relativement stable en milieu biologique. Le titane et ces alliages sont caractérisés par une faible densité et un faible module d'élasticité (100-110 GPa) par rapport aux autres alliages métalliques dont le module de Young variant entre (200-220 GPa). Ces bonnes propriétés mécaniques permettent un implant plus léger et une distribution de la contrainte plus égale à l'interface os/implant.

A température ambiante, le titane pur possède une structure hexagonale ( $\alpha$ ), mais celle-ci devient cubique (B) à 882° C. L'alliage de  $Ti_6Al_4V$  présente les deux phases ( $\alpha$  et B) à température

ambiante, l'aluminium joue le rôle de stabilisateur de la phase ( $\alpha$ ), quant au vanadium il stabilise la phase (B) [5, 22]. La composition de Ti6Al4V est donnée dans le tableau (1.7).

Eléments	Al	V	Fe	O <sub>2</sub>	C	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	Ti
Pourcentage	5.5 à	3.5 à	max	max	max	max	max	reste
massique	6.5	4.5	0.25	0.13	0.08	0.05	0.012	

**Tableau 1.7 :** Composition chimique de Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V [5].

### **I.4.2 Céramiques bioinertes**

Le spectre des biomatériaux en céramique est large et s'étend des matériaux inertes jusqu'aux matériaux résorbable. Il existe principalement deux types de céramiques bioinertes utilisées couramment en orthopédie, la céramique de zircone et la céramique d'alumine. Bien que ces matériaux appartiennent à la famille des céramiques, ils présentent un système cristallin et des propriétés très différentes.

#### **a) Alumine**

L'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) autant que céramique est utilisée en orthopédie depuis 1970 comme têtes fémorales dans les prothèses totales de hanche, pour résoudre le problème du descellement des prothèses [25]. L'alumine se rencontre dans la nature sous forme de bauxite [5]. Cette céramique est monophasique stable, les conditions de température, de pression, d'humidité ou simplement le vieillissement, ne pourront pas modifier sa structure, aucune transformation de phase n'est possible [26].

Cette céramique est caractérisé par une excellente biocompatibilité et une bonne caractéristique tribologique, une dureté élevée et une bonne mouillabilité avec un module d'élasticité élevé (380-420 GPa), peut l'abaisser avec l'augmentation de la porosité [5, 26]. L'Alumine, même avec une microstructure fine et une grande pureté chimique, présente une résistance à la rupture faible, bien inférieure à celle des métaux, ces ruptures constituent un problème majeur, qui a limité l'utilisation les têtes d'alumine [25].

**b) Zircon**

Depuis 1985, la céramique de Zircon a été introduite avec succès en orthopédie, comme éléments de prothèses de hanche, de genoux, de mains et d'épaules [25, 27]. L'oxyde de zirconium ( $ZrO_2$ ) se trouve à l'état naturel sous forme de minerai rare appelé Baddeleyite. De la température ambiante jusqu'à  $1170^\circ C$ , sa structure est organisée sous forme de mailles monocliniques et ne présente aucune propriété mécanique intéressante. De  $1170^\circ C$  à  $2370^\circ C$  sa structure se transforme en phase tétragonale et présente sous cette forme toutes les propriétés mécaniques recherchées de la zircon. Au dessus de  $2370^\circ C$  la structure passe en phase cubique. Les meilleurs résultats, quand à la stabilité de la zircon pour des applications mécaniques, sont obtenus avec l'oxyde d'yttrium dans une proportion de 5,15 % en poids. C'est la raison pour laquelle on parle de zircon yttrée partiellement stabilisée [27].

La zircon se caractérise par une excellente biocompatibilité et par ses propriétés mécaniques exceptionnelles, la résistance à la rupture peut atteindre 4 fois celle de l'alumine, un module d'élasticité plus bas (150-210 GPa). Ces propriétés font de ce matériau le meilleur candidat pour les prothèses totales de hanche de nouvelle génération [5, 25]. Le tableau (1.8) regroupe les propriétés d' $Al_2O_3$  et  $ZrO_2$  pour les applications orthopédiques.

Céramique	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Pureté %	Taille de grain (µm)	Module E (GPa)	Résistance à la déformation (MPa)
$ZrO_2$ + (3-5) % $Y_2O_3$	6.05-6.09	95-97	0.2-0.4	150-210	900-1300
$Al_2O_3$	≥3.94	≥99.5	4.5	380-420	≥250

**Tableau 1.8 :** Propriétés d'alumine et zircon pour les applications orthopédique [5].

**I.4.3 Verres bioactifs**

Appartenant à la famille de biocéramique, les verres bioactifs se signalent par leur grande réactivité en milieu biologique. Ils sont capables de se lier à l'os vivant d'un lien chimique fort. De ces

propriétés les verres bioactifs sont les biomatériaux les plus importants en orthopédie. Ils ont été découverts par Larry Hench en 1969 [4]. Les verres bioactifs sont biocompatibles et présentent une forte liaison à un os, leur activité biologique est attribuée à la formation sur leur surface d'une couche d'hydroxyapatite (Hpa), similaire de la partie minérale de l'os. Les dernières recherches ont montré que le premier verre bioactif développé est le Bioglass 45S5, de composition massique : 45% SiO<sub>2</sub>, 24,5% CaO, 24,5% Na<sub>2</sub>O et 6% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, est le plus bioactif et le plus utilisé [28].

L'utilisation des verres bioactifs est vaste, comme articulations artificiels, pour la fixation, matériaux de remplissage d'os, implant dans l'oreille moyenne ainsi que dans la chirurgie du visage. Ces verres sont aussi utilisés comme revêtements favorisant l'inclusion d'implants dans des tissus [5].

## **I.5 HYDROXYAPATITE COMME REVETEMENT**

L'utilisation des biomatériaux de type inertes comme les métaux, les polymères et les oxydes de céramiques (zircone et alumine) pour des applications orthopédiques s'est heurtée au problème de la liaison faible à l'interface des implants et des tissus environnants. Mais la nouvelle génération des biomatériaux bioactifs en particulier les céramiques à base de phosphate de calcium a l'avantage de créer des fortes liaisons chimiques avec l'os.

### **I.5.1 Céramiques à base de phosphate de calcium**

Les céramiques à base de phosphate de calcium sont les biomatériaux les plus importants en orthopédie. Ces matériaux présentent une composition chimique proche de la phase minérale de l'os, leurs principaux composants sont des ions de calciums (Ca<sup>2+</sup>) et phosphates (PO<sub>4</sub><sup>-3</sup>). Ces propriétés chimiques expliquent leurs biocompatibilités élevées. Ces matériaux sont rapidement incorporés dans les tissus durs, ils sont utilisés pour la reconstruction des tissus osseux, comme revêtement, implants dentaires et en chirurgie maxillo-facial et craniofacial [29- 32].

Depuis une dizaine d'années les principaux composés phosphocalciques retenus en chirurgie orthopédique humaine sont l'hydroxyapatite (Hap) et le phosphate tricalcique (β-TCP). Le tableau (1.9) donne la composition chimique et le rapport phosphocalcique pour Hap et β-TCP [32, 33].

Les composants	Formule chimique	Rapport phosphocalcique
Os (apatite biologique)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4\text{CO}_3)_6(\text{OH})_2$	2.2
Hydroxyapatite (Hap)	$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	1.67
Phosphate tricalcique B-TCP	$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	1.5

**Tableau 1.9 :** Composition chimique et rapport Ca/P des différentes phases phosphocalciques

### I.5.2 Utilisation de l'hydroxyapatite

L'hydroxyapatite phosphocalcique de formule  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  et dont le rapport phosphocalcique  $\text{Ca/P} = 1.67$  appartient à la famille cristallographique des apatites, représente le principal composant minéral de l'émail dentaire, et l'os [34]. Elle est caractérisée par une structure chimique et cristallographique similaire à celle de l'os. Ces propriétés de biocompatibilité et bioactivité la considère comme le biomatériau idéal pour plusieurs applications biomédicales en particulier la chirurgie orthopédique [35-37]. Cette biocéramique est utilisée sous plusieurs formes (granule, bloc, liquide..) comme les montre la figure (1.4).



**A) Bloc**

**B) Granule**

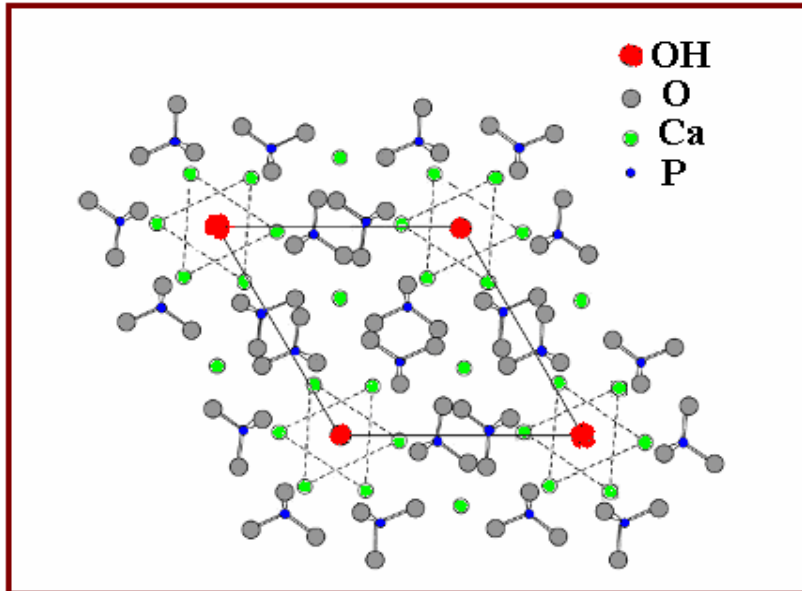
**C) Liquide**

**D) Poudre**

**Fig. 1.4 :** Différentes formes de l'hydroxyapatite.

### I.5.3 Structure cristallographique de l'hydroxyapatite

L'hydroxyapatite  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  cristallise dans le système hexagonale les paramètres de maille des cristaux d'hydroxyapatite sont  $a = b = 9,432 \text{ \AA}$  et  $c = 6,881 \text{ \AA}$ . La figure (1.5) représente la projection de la structure sur le plan (001) [16, 38].



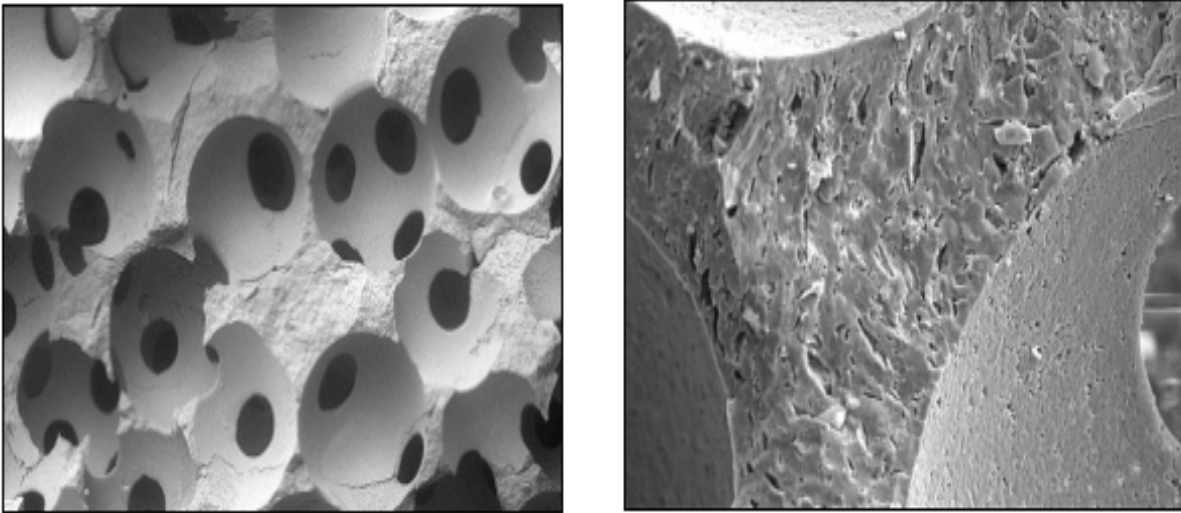
**Fig. 1.5** : Projection de la structure Hap sur le plan (001) [16].

### I.5.4 Méthode d'élaboration de l'hydroxyapatite

Le processus d'élaboration de la céramique comprend trois étapes principales : La préparation de la poudre, la mise en forme, puis un traitement thermique à haute température.

Par voie chimique, la méthode couramment adaptée pour la préparation de la poudre Hap, consiste à la précipitation de cette dernière en milieu aqueux à partir d'une solution de sel de calcium et d'une solution de phosphate [37]. Cependant, avant son utilisation en chirurgie, la poudre doit subir une préparation spécifique de mise en forme qui permet de définir leurs caractéristiques physiques et mécaniques. Ce procédé appelé frittage consiste à calciner la poudre ( $T^\circ < 900^\circ \text{ C}$ ), puis la chauffer entre  $1100^\circ \text{ C}$  et  $1300^\circ \text{ C}$ . Sous l'effet de pressage et de température, les cristaux de la poudre sont fortement liés les uns aux autres, ce qui renforce les propriétés mécaniques de la céramique [31, 32]. Selon les conditions de préparation, deux types de porosité coexistent au sein de la céramique la microporosité et la macroporosité. La microporosité correspond aux espaces qui

existent entre les cristaux de la céramique d'une taille réduite (1 à 10  $\mu\text{m}$  de diamètre), mais les macros pores présentent un diamètre compris entre 100 et 600  $\mu\text{m}$ , (figure 1.6) [31].



**Fig. 1.6 :** Structure macro et micro poreux de Hap.

### **I.5.5 Méthode de dépôt des couches d'hydroxyapatite**

Depuis 1985 la pulvérisation de plasma est la technique la plus utilisée pour le dépôt d'hydroxyapatite sur des substrats métalliques [39]. Cette technique traditionnelle donne parfois des résultats non optimaux tel que la non uniformité de la densité de revêtement, altération de la structure, en plus cette méthode ne produit pas des couches complètement cristallines. Par conséquent les chercheurs se sont penchés sur le développement d'autres méthodes de dépôt tels que : le dépôt électrophorétique, dépôt électrochimique, dépôt assistés par faisceau d'ions, etc.... Parmi ces techniques, il y a un intérêt croissant au dépôt électrophorétique en raison de sa capacité de former des revêtements uniformes avec une configuration simple, et cette technique peut être utilisée pour les parties possédant des géométries complexes avec des épaisseurs d'accès larges. En plus cette technique non coûteuse par rapport aux autres techniques conventionnelles tel que les dépôts chimiques en phase vapeur, les dépôts sol-gel et de pulvérisation [40].

### **I.5.6 Propriétés mécaniques des couches d'hydroxyapatite**

L'hydroxyapatite, Hap, présente des caractéristiques mécaniques (module élastique, dureté, ténacité) relativement faibles [33], le module de Young varie entre 80-120 GPa, la résistance à la

compression est de 30-170 GPa, qui sont proches à celles d'un os naturel [6]. En effet les problèmes majeurs associés au couche d'hydroxyapatite déposée par différents procédés sont l'adhésion du film sur le substrat et la propagation des fissures de fatigue sous l'action répétée d'efforts mécaniques sur la prothèse conduisant à un descellement de l'implant. Pour que la couche Hap donne un bon résultat, elle doit posséder des caractéristiques mécaniques suffisantes pour résister à la manipulation lors de la mise en place de l'implant et par suite résister à l'action de l'os, posséder aussi une porosité suffisante pour favoriser la croissance de l'os, un haut degré de cristallinité et un rapport Ca/P proche de la valeur théorique de 1.67, de plus les couches Hap ne doivent pas contenir d'impuretés [33]

## **I.6 INVESTIGATION ULTRASONORE**

La détermination des propriétés mécaniques et en particulier les propriétés élastiques d'un biomatériau à vocation orthopédique est très importante. Ces propriétés doivent être proches de celle de l'os pour permettre le transfert des contraintes entre l'os et le biomatériau. Parmi les techniques les plus efficaces pour la détermination des propriétés élastiques des matériaux, on trouve la microscopie acoustique, l'une des dernières générations des techniques microscopiques, se présente comme non seulement un complément mais aussi un moyen essentiel dans la microcaractérisation non destructive. Cette méthode, utilisant les ondes ultrasonores, peut être utilisée en microcaractérisation qualitative (imagerie) et quantitative (microanalyse).

### **I. 6.1 Généralités sur les ondes acoustiques**

L'onde acoustique ou élastique est une vibration mécanique des atomes d'une matière (solide, liquide ou gazeuse). Cette vibration se propage d'une façon parallèle ou perpendiculaire à la direction du vecteur d'onde. Selon la fréquence d'onde, on distingue ; l'infrason, son audible, ultrason et hyper son. Les ultrasons sont caractérisés par une fréquence  $f$  variant entre 20 kHz et 200 MHz. Les modes purs de propagation des ultrasons dans les solides correspondent à la propagation d'ondes longitudinales pures caractérisées par un mouvement des particules solides parallèle à la direction de propagation de l'onde, et à la propagation d'ondes transversales pures caractérisées par un mouvement des particules solides perpendiculaire à la direction de propagation de l'onde [41, 42].

A la frontière plane d'un milieu semi-infini, on trouve la propagation des ondes de surface dont l'amplitude décroît exponentiellement en profondeur, les plus importantes dans l'investigation

ultrasonore sont les ondes de Rayleigh. Ce type d'ondes a été découvert pour la première fois par Lord Rayleigh en 1885 [43], ces ondes constituées d'une composante longitudinale et d'une composante transversale. Sa vitesse a été approximée par Victorov qui a obtenu [44]:

$$V_R / V_T = [0.718 - (V_T / V_L)^2] / [0.75 - (V_T / V_L)^2] \quad (1.1)$$

$V_R$ ,  $V_T$  et  $V_L$  sont respectivement la vitesse de Rayleigh, la vitesse transversale et la vitesse longitudinale.

### **I.6.2 Paramètres acoustiques**

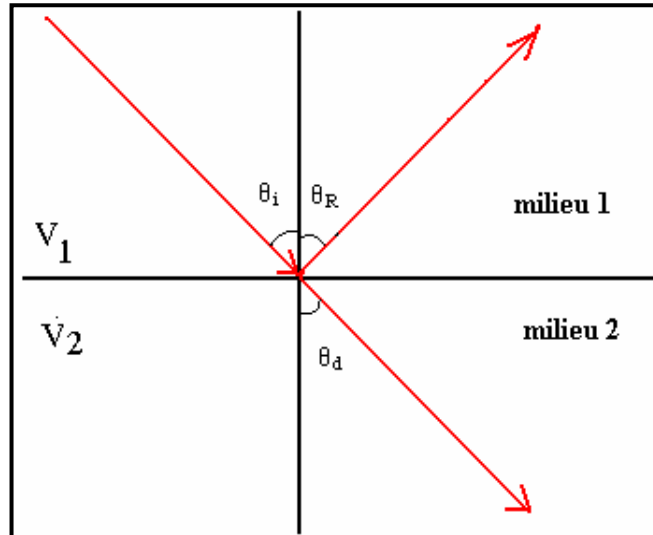
Les ondes acoustiques sont des ondes de la matière résultant des déplacements de particules elles n'existent que dans les milieux fluides ou solides, contrairement aux ondes électromagnétiques qui se propagent aussi dans le vide, mais ces deux types d'ondes ont les mêmes lois de propagation.

#### **a) Lois de Snell-Descartes**

Quand un faisceau ultrasonore rencontre une interface entre deux milieux (figure 1.7), une partie de son énergie est transmise, l'autre est réfléchi. Les faisceaux réfléchi et transmis (ou réfracté) ont des directions déterminées par les lois de Snell-Descartes [45, 46]:

$$\sin \theta_i / V_1 = \sin \theta_R / V_1 = \sin \theta_d / V_2 \quad (1.2)$$

$V_1$  et  $V_2$  sont respectivement la vitesse d'onde élastique dans le milieu 1 et le milieu 2,  $\theta_i$ ,  $\theta_R$  et  $\theta_d$  sont respectivement l'angle d'incidence, l'angle de réflexion et l'angle de réfraction.



**Fig. 1.7 :** Illustration de la loi de Snell-Descartes.

**b) Impédance acoustique**

L'impédance acoustique  $Z$  est définie par la relation :

$$Z = - \sigma_T (\delta U / \delta t) \quad (1.3)$$

$\sigma_T$  est un vecteur force par unité de surface et  $(\delta U / \delta t)$  est la vitesse du déplacement de la particule. Pour un milieu de densité  $\rho$  et une vitesse de propagation  $V$  l'impédance  $Z$  est donnée par la relation [46] :

$$Z = \rho V / \cos \theta \quad (1.4)$$

$\theta$  est l'angle d'incidence

À l'interface entre un liquide et un solide les impédances acoustiques sont données par ces relations [46] :

$$Z_{\text{liq}} = \rho_{\text{liq}} V_{\text{liq}} / \cos \theta \quad (1.5)$$

$$Z_{\text{sol}} = Z_L \cos^2 \theta_T + Z_T \sin^2 \theta_T \quad (1.6)$$

Où  $Z_{\text{liq}}$  et  $Z_{\text{sol}}$  sont respectivement l'impédance du liquide et de solide,  $Z_L$  et  $Z_T$  sont respectivement l'impédance longitudinale et l'impédance transversale.  $Z_L$  et  $Z_T$  sont définis par les relations suivantes :

$$Z_L = \rho_{\text{sol}} V_L / \cos \theta_L \quad (1.7)$$

$$Z_T = \rho_{\text{sol}} V_T / \cos \theta_T \quad (1.8)$$

**c) Coefficients de réflexion et de transmission**

Quand une onde est incidente sur une interface, les conditions de continuité du déplacement, à travers l'interface, et de la force d'attraction doivent être vérifiées. Ainsi, si l'amplitude d'une onde en incidence normale est égale à l'unité et les amplitudes des ondes réfléchies et transmises sont respectivement  $R$  et  $T$ , les deux conditions de continuité doivent être vérifiées pour :

- continuité de la force :  $R + T = 1$  (1.9)

- continuité de la vitesse :  $(1 - R) / Z_1 = T / Z_2$  (1.10)

$Z_1$  et  $Z_2$  sont les impédances des deux milieux.

La combinaison de (I.9) et (I.10) donne :

- le coefficient de réflexion :  $R = (Z_2 - Z_1) / (Z_2 + Z_1)$  (1.11)

- le coefficient de transmission :  $T = 2 Z_2 / (Z_2 + Z_1)$  (1.12)

Pour le cas d'une interface entre liquide et solide le coefficient de réflexion sera défini par cette relation :

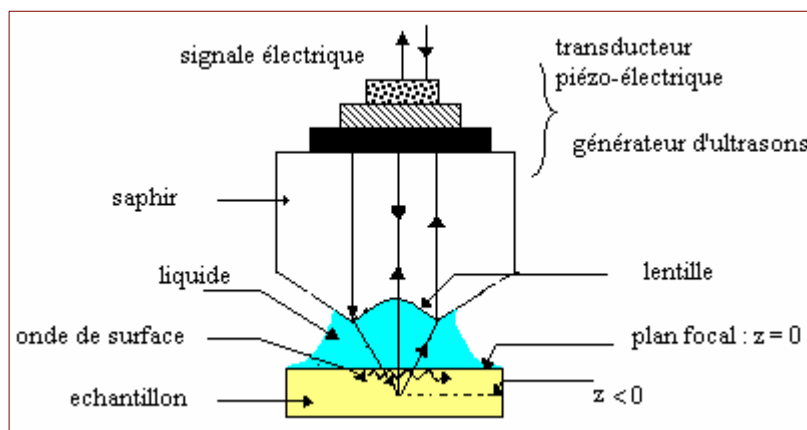
$$R(\theta) = (Z_{\text{sol}} - Z_{\text{liq}}) / (Z_{\text{sol}} + Z_{\text{liq}}) \quad (1.13)$$

### I.6.3 Microscopie acoustique

La micro caractérisation acoustique s'est avérée d'une importance capitale dans l'étude qualitative et quantitative des matériaux isotrope et anisotrope. Cette méthode est basée sur l'émission et la réception des ondes ultrasonores qui se propagent dans un matériau et interagissent directement avec ces propriétés élastiques [47]. Ses applications sont nombreuses et variées elles concernent plusieurs domaines, la biologie, microélectronique, métallurgie, semi-conducteur...etc. [46]. Avec cette technique on peut caractériser les matériaux sans les détruire et les contaminer.

#### a) Principe de fonctionnement

Le principe de fonctionnement d'un microscope acoustique opérant en réflexion, figure (1.8), est le suivant : les ondes ultrasonores sont générées par un transducteur piézo-électrique (ZnO ou LiNbO<sub>3</sub>), qui permet la conversion d'un signal électrique en un signal acoustique. Ces ondes se propagent le long d'une ligne à retard (verre ou saphir). Ce dernier est caractérisé par une grande vitesse d'ultrasons et un faible coefficient d'atténuation des ondes acoustiques. La focalisation du faisceau incident se fait à l'aide d'une lentille (or ou téflon), creusée en bout de la ligne. Cette lentille peut être taillée sphériquement ou cylindriquement selon l'isotropie ou l'anisotropie du matériau à étudier. Un liquide de couplage (eau, mercure.....) est très nécessaire pour assurer le couplage acoustique entre le capteur et le matériau à étudier. Les ondes acoustiques réfléchies sont récupérées puis reconverties par le transducteur en signal électrique. L'analyse de ce signal permet la caractérisation qualitative (imagerie), et la caractérisation quantitative (signature acoustique,  $V(z)$ ), du matériau à étudier [46].



**Fig. 1.8** : Partie acoustique du microscope acoustique.

**b) Caractérisation qualitative**

En imagerie, le faisceau incident est focalisé avec la lentille acoustique sur la surface ou sur un plan donné de la sous surface (imagerie de surface), ou profondément (imagerie de volume), puis un balayage mécanique se fait suivant deux directions orthogonales X et Y, tout en enregistrant l'intensité du faisceau acoustique récupéré par un transducteur pour former une image acoustique. Cette image donne des informations sur les caractéristiques internes du matériau comme les défauts [46].

**c) Caractérisation quantitative**

On peut déterminer les propriétés élastiques du matériau à partir de la détermination des vitesses acoustiques qui se propagent dans celui-ci, un calcul qui est devenu possible grâce à l'analyse de la signature acoustique  $V(z)$ . Elle représente la variation du voltage de sortie  $V$  en fonction de la distance de défocalisation  $z$ , entre le point focal de la lentille et la surface de l'échantillon étudié, l'échantillon est déplacé verticalement vers la lentille. La signature acoustique  $V(z)$  est caractérisée par des oscillations périodiques, la mesure de la périodicité  $\Delta z$  des courbes de  $V(z)$  permet la détermination des vitesses de propagation des ondes acoustiques [43, 48].

**I.6.4 Détermination des vitesses de phase via les signatures  $V(z)$**

Via les signatures acoustiques  $V(z)$  on peut déterminer les vitesses acoustiques qui se propagent dans un matériau, et par conséquent ses propriétés élastiques. Ces signatures sont obtenues par l'enregistrement de la variation du signal acoustique réfléchi en fonction de la défocalisation  $z$  de l'échantillon [49]. Les premières tentatives pour modéliser la signature acoustique des matériaux  $V(z)$  à partir d'une approximation paraxiale aux années 1978 et 1979, ce travail de base a été élargi par Scheppard et Wilson en 1981, ces chercheurs ont pu trouver la formule suivante [46, 49] :

$$V(z) = \int_0^{\theta_{\max}} P^2(\theta) R(\theta) e^{2jzk \cos \theta} \sin \theta \cos \theta d\theta \quad (1.14)$$

$R(\theta)$  est le coefficient de réflexion,  $P(\theta)$  est la fonction pupille de la lentille.

Ces signatures sont caractérisées par une série d'oscillations périodiques dues aux interférences constructives et destructives entre l'onde axiale et les différents faisceaux réfléchis des modes de fuite de propagation, cependant le mode de Rayleigh le plus important apparaît dans ces courbes [46, 49, 50]. La différence de phase d'ondes axiales et de Rayleigh est donné par :

$$\Delta\phi = 4\pi (F - z) \sin\theta_R / \lambda_R (1 + \cos\theta_R) \quad (1.15)$$

Ou  $F$  est la distance focale et  $\lambda_R$  la longueur d'onde de Rayleigh dans le matériau. La période spatiale  $\Delta z$  est la variation de  $z$  qui fait changer  $\Delta\Phi$  de  $2\pi$  est donnée par :

$$\Delta z = \lambda_R (1 + \cos\theta_R) / 2 \sin\theta_R \quad (1.16)$$

La détermination de la période spatiale  $\Delta z$  permet de déterminer la vitesse de Rayleigh selon cette relation :

$$V_R = V_{liq} [1 - (1 - V_{liq} / 2f \Delta z)^2]^{-1/2} \quad (1.17)$$

Cette relation est caractéristique de la vitesse de Rayleigh mais elle peut être généralisée à tout autre mode de surface se propageant à une vitesse  $V_s$  et excité à un angle critique  $\theta_s$ .

### **I. 6.5 Détermination des constantes élastiques**

Les constantes élastiques connues dans la littérature sous le nom de modules, sont généralement définis comme le rapport du changement de la pression et du changement fractionnel des dimensions. Ces modules sont : module de Young ( $E$ ), module de cisaillement ( $G$ ), module de compressibilité ( $K$ ) et module de Poisson ( $\nu$ ) [49].

Les caractéristiques élastiques d'un matériau élastique et isotrope sont décrites par ses constantes élastiques. Il y a deux types de méthodes pour déterminer ces constantes, méthodes statiques et méthodes dynamiques.

La microcaractérisation acoustique est une méthode dynamique, non destructive, qui consiste à soumettre des échantillons à des vibrations longitudinales et transversales. Connaissant les vitesses

caractéristiques de ces modes ( $V_L$  et  $V_T$ ), on peut facilement déterminer les modules élastiques d'un matériau isotrope selon les relations suivantes [49] :

$$\blacksquare E = \rho V_T^2 (3 V_L^2 - 4 V_T^2) / (V_L^2 - V_T^2) \quad (1.18)$$

$$\blacksquare \nu = (V_L^2 - 2 V_T^2) / (V_L^2 - V_T^2) \quad (1.19)$$

$$\blacksquare G = \rho V_T^2 \quad (1.20)$$

$$\blacksquare K = \rho (V_L^2 - 4V_T^2/3) \quad (1.21)$$

Où  $\rho$  est la densité du matériau, les quatre modules élastiques sont reliés entre eux par :

$$\blacksquare E = 2G (1 + \nu) = 2K (1 - 2\nu) \quad (1.22)$$

## **I.7 CONCLUSION**

Dans ce chapitre nous avons donné des notions générales sur les biomatériaux et leurs applications dans les différents domaines. Nous avons présenté la structure de l'os humain, sa fonction et ses propriétés mécaniques et aussi les biomatériaux les plus utilisables en orthopédie, ainsi leurs applications et leurs propriétés mécaniques, et en particulier celles de l'hydroxyapatite qui est le revêtement promoteur en chirurgie orthopédique. Enfin nous avons rappelé brièvement les généralités sur l'investigation ultrasonore via la microscopie acoustique, l'une des dernières générations des techniques microscopiques, se présente comme un moyen essentiel dans la microcaractérisation non destructive. Cette méthode, utilisant les ondes ultrasonores, peut être utilisée en microcaractérisation qualitative (imagerie) et quantitative (microanalyse) et permet la détermination des propriétés élastiques des matériaux.

## **CHAPITRE : II**

### **PROPAGATION DE L'ONDE DE RAYLEIGH DANS DES STRUCTURES (BIOMATERIAU/OS)**

#### **II.1 INTRODUCTION**

Les biomatériaux sont l'alternative idéale envisagée par les chirurgiens orthopédiques, pour résoudre les problèmes résultant aux fractures ou pertes osseuses. Un biomatériau à vocation osseuse doit être biocompatible et possède des caractéristiques mécaniques optimales qui lui permettent de supporter les contraintes mécaniques permanentes auxquelles il est soumis. De ce fait la détermination de leurs propriétés mécaniques est très nécessaire [1-3].

Dans ce chapitre nous avons fait une simulation théorique via le microscope acoustique [4, 5] pour l'étude quantitative des propriétés élastiques des couches minces des biomatériaux suivants : (l'hydroxyapatite Hap, la zircone  $ZrO_2$ , l'alumine  $Al_2O_3$ , l'acier inoxydable 316L, l'alliage de CoCrMo, le titane Ti, l'alliage de  $Ti_6Al_4V$ , le verre bioactive 45S5), déposées sur l'os humain. Ces biomatériaux sont utilisés fréquemment comme la prothèse d'articulation, liaison osseuse...etc.

## II.2 METHODE ET CONDITIONS DE SIMULATION

Les ondes de surface ultrasonores, sont les ondes qui se propagent à la surface des matériaux, généralement elles intéressent une faible épaisseur du matériau au voisinage de la surface libre de l'ordre de grandeur de la longueur d'onde, dont l'amplitude de déplacement décroît exponentiellement en profondeur. Ces ondes se propagent dans la structure (couche mince / substrat), en plusieurs modes (Lamb, Love, Rayleigh...). Le mode le plus important et le plus facile à détecter est celui de Rayleigh [6]. Pour cela, nous nous sommes intéressés à ce mode dans notre étude.

### II.2.1 Propriétés des matériaux

Le tableau (2.1) regroupe les propriétés acoustiques et élastiques des biomatériaux étudiés, notons que certaines valeurs des vitesses acoustiques longitudinales ( $V_L$ ) et transversales ( $V_T$ ) sont calculées selon les relations : (1.18), (1.19), (1.20).

Couche /substrat		$\rho$ ( $\text{kg/m}^3$ )	$V_L$ (m/s)	$V_T$ (m/s)	E(Gpa)	G(Gpa)	$\nu$	ref
Substrat	Os	1900	4000	1970	-----	-----	-----	[7]
Couches	Hap	3170	6672	3746	-----	44.5	0.27	[8]
	ZrO <sub>2</sub>	6000	6879	3611	205	78.2	0.31	[9]
	AL <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3970	10822	6163	380	-----	-----	[7]
	45S5	2795	6156	3434	-----	-----	-----	[11]
	316L	8000	5696	3045	193	74.2	0.30	[9]
	CoCrMo	9150	5816	3109	230	88.46	0.30	[10]
	Ti	4508	6130	3182	-----	-----	-----	[7]
Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V	4430	6290	3097	114	42.5	0.34	[9]	

**Tableau 2.1** Propriétés acoustiques et élastiques des biomatériaux étudiés.

On note que les propriétés acoustiques des matériaux sont en bon accord avec celles des matériaux utilisés en orthopédie.

## II.2.2 Conditions de simulation

Toutes les simulations théoriques sont effectuées à l'aide d'un microscope acoustique opérant en mode de réflexion dont les conditions sont comme suit :

- ♣ L'eau comme liquide de couplage avec : une densité  $\rho = 1000$  (Kg /m<sup>3</sup>), et une vitesse longitudinale  $V_L = 1500$  (m/s)
- ♣ Une fréquence de travail  $F = 145$  MHZ
- ♣ Un demi angle d'ouverture de la lentille égal à  $50^\circ$

## II.2.3 Méthode de travail

Pour déterminer la vitesse de Rayleigh des structures couches minces/substrats, nous avons procédé à une simulation théorique permettant de faire pour chaque structure et chaque épaisseur normalisée,  $d/\lambda_T$ , tel que  $d$  est l'épaisseur de la couche et  $\lambda_T$  la longueur d'onde transversal qui se propage dans celle-ci, les étapes suivantes :

- Calcul de coefficient de réflexion  $R(\theta)$ ,
- Détermination de la signature acoustique  $V(z)$ ,
- Soustraction de la réponse de la lentille  $V_U(z)$  où  $V(z) = V_I(z) + V_U(z)$ ,
- Traitement du signal  $V_I(z)$  par transforme de Fourier rapide FFT,
- Détermination de la vitesse de Rayleigh à partir de la raie principale qui correspondante à la période caractéristique  $\Delta z$  dans le spectre FFT selon l'équation [12] :

$$V_R = V_{liq} [1 - (1 - V_{liq} / 2 f \Delta z)^2]^{-1/2} \quad (2.1)$$

## II.3 EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LES COEFFICIENTS DE REFLEXION

### II.3.1 Coefficient de réflexion $R(\theta)$

Le coefficient de réflexion  $R(\theta)$  est une fonction complexe, dépend des conditions de l'interface liquide de couplage / solide isotrope (impédance  $Z$ , densité  $\rho$ , l'angle d'incidence  $\theta_i$ , et vitesses de différentes mode excités). Cette fonction est très importante pour

la détermination des angles critiques pour les différents modes excités, ces angles ont une importance pour déterminer les vitesses acoustiques à partir de la loi de Snell-Descartes suivante :

$$V_i = V_{liq} / \sin \theta_i \quad (2.2)$$

$i$  : indique le mode excité.

$R(\theta)$  admet une amplitude et une phase selon la relation suivante :

$$R(\theta) = |R(\theta)| e^{i\varphi} \quad (2.3)$$

La réflexion totale sera pour  $|R(\theta)| = 1$ . La phase  $\varphi$  peut prendre une valeur maximale positive  $\varphi_1$  et négative  $\varphi_2$ , de cette façon on peut définir  $\Delta\varphi$  comme la différence entre ces deux angles, et on écrit :

$$\Delta\varphi = \varphi_1 - \varphi_2$$

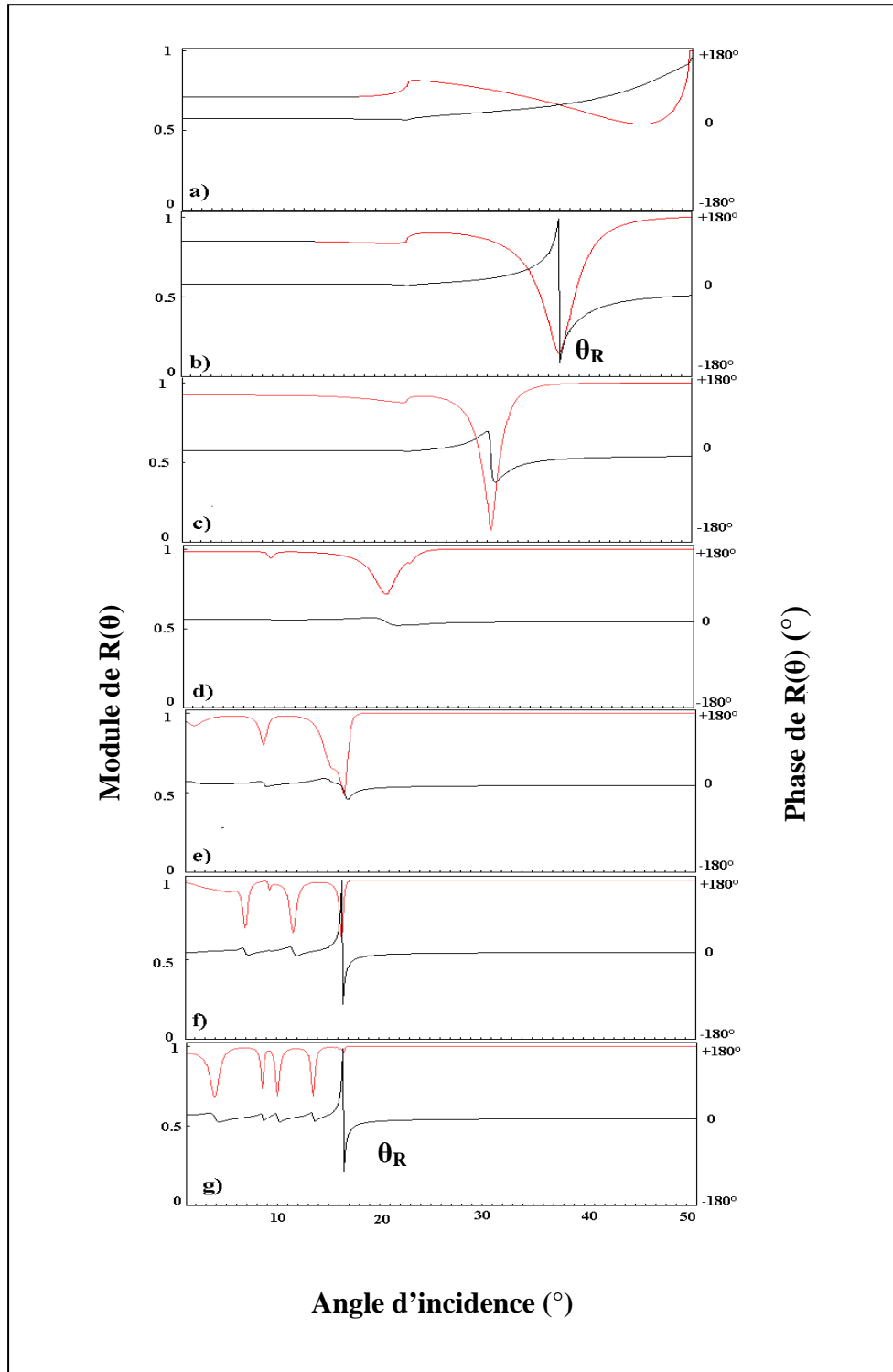
Notons que pour la plupart des matériaux, la différence de phase  $\Delta\varphi$  correspondant au mode de Rayleigh prend la valeur  $2\pi$ .

### **II.3.2 Analyse des coefficients de $R(\theta)$**

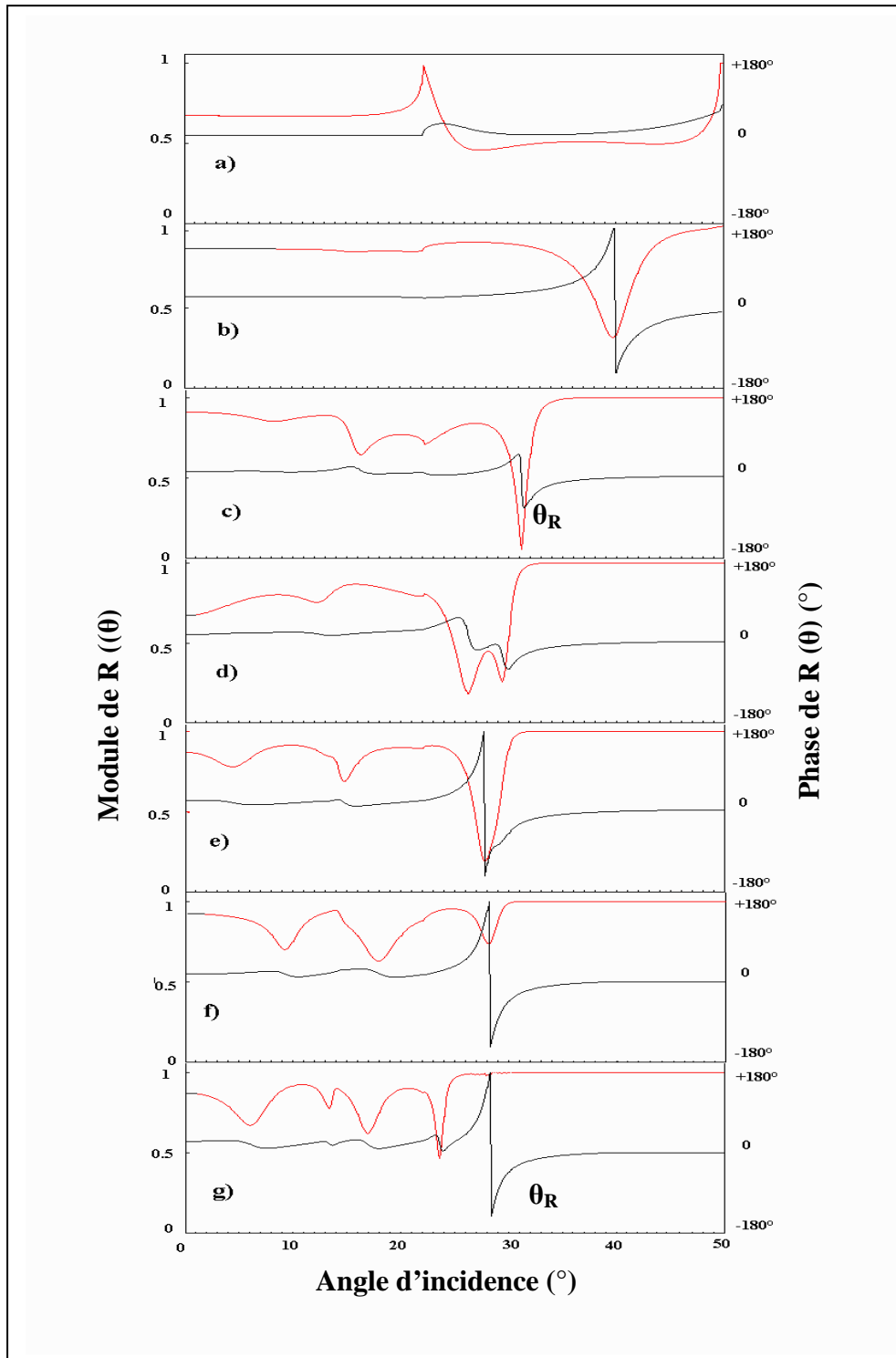
Les figures (2.1, 2.2, 2.3) représentent les courbes des coefficients de réflexion des structures ( $Al_2O_3/Os$ , 45S5/Os, CoCrMo/Os), en fonction de l'angle d'incidence. La ligne noire représente le module et la rouge la phase. Au fur et à mesure que l'épaisseur augmente, on note les remarques suivantes :

- Un changement aussi bien dans l'amplitude  $|R(\theta)|$  que dans la phase  $\varphi$  au niveau de l'angle critique du mode de Rayleigh  $\theta_R$ .
- La fluctuation  $\theta_R$  se déplace vers les petites valeurs.
- L'apparition d'autres petites fluctuations, indique d'autres modes d'excitation.
- La différence de phase  $\Delta\varphi$  correspondant au mode de Rayleigh, subit une forte décroissance pour les moyennes épaisseurs, et reprend la valeur  $2\pi$  pour les grandes épaisseurs.

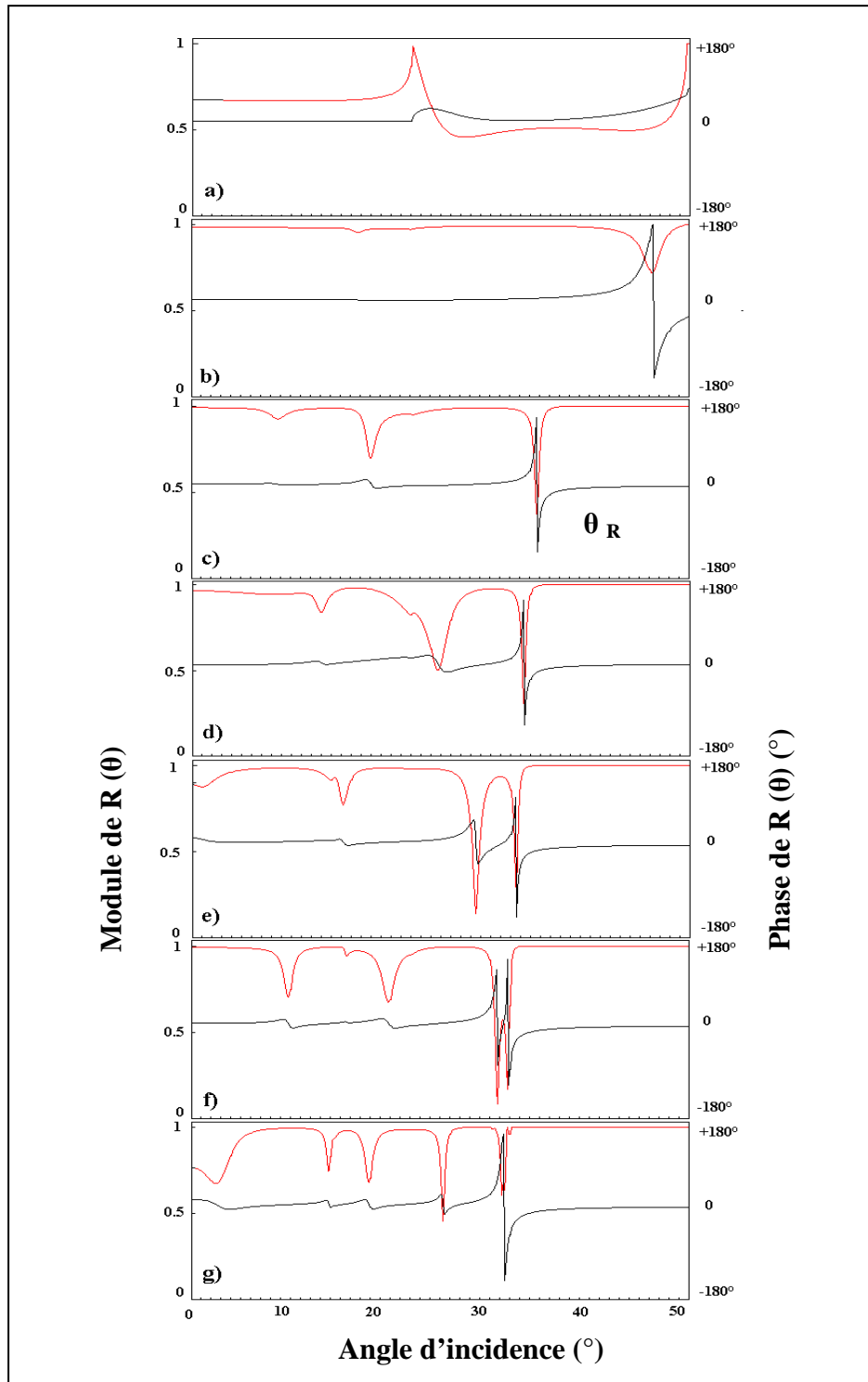
Il est à noter, que les mêmes constatations ont été observés dans le cas des autres structures : ( $Ti/Os$ ,  $Ti_6Al_4V/Os$ , 316L/Os,  $ZrO_2/Os$ , Hap/Os).



**Figure 2.1 :** Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Os}$ )  
a)  $d = 0.85 \text{ } (\mu\text{m})$ , b)  $d = 2.55 \text{ } (\mu\text{m})$ , c)  $d = 4.25 \text{ } (\mu\text{m})$ , d)  $d = 12.75 \text{ } (\mu\text{m})$ ,  
e)  $d = 42.50 \text{ } (\mu\text{m})$ , f)  $d = 63.75 \text{ } (\mu\text{m})$ , g)  $d = 80.75 \text{ } (\mu\text{m})$ .



**Figure 2.2 :** Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (45S5/Os)  
a)  $d = 0$  ( $\mu\text{m}$ ), b)  $d = 4.736$  ( $\mu\text{m}$ ), c)  $d = 14.209$  ( $\mu\text{m}$ ), d)  $d = 21.313$  ( $\mu\text{m}$ ),  
e)  $d = 26.05$  ( $\mu\text{m}$ ), f)  $d = 33.154$  ( $\mu\text{m}$ ), g)  $d = 47.346$  ( $\mu\text{m}$ )



**Figure 2.3 :** Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (CoCrMo/Os)  
a)  $d = 0$  ( $\mu\text{m}$ ), b)  $d = 4.288$  ( $\mu\text{m}$ ), c)  $d = 12.864$  ( $\mu\text{m}$ ), d)  $d = 17.15$  ( $\mu\text{m}$ ),  
e)  $d = 21.44$  ( $\mu\text{m}$ ), f)  $d = 30.016$  ( $\mu\text{m}$ ), g)  $d = 40.736$  ( $\mu\text{m}$ ),

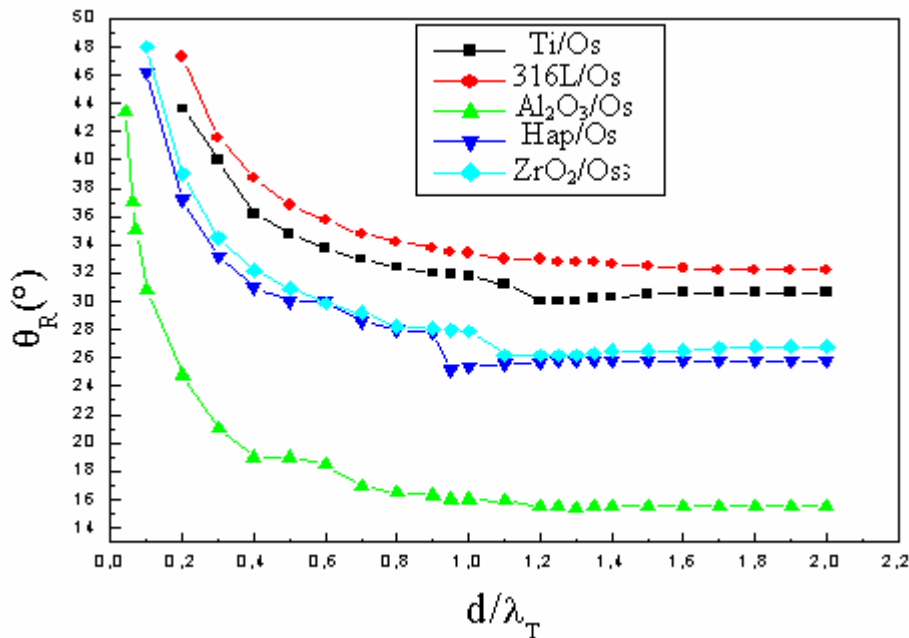
### II.3.3 Effet de l'épaisseur sur $\theta_R$

Pour toutes les structures étudiées, l'angle critique  $\theta_R$  représentant l'angle d'excitation du mode de Rayleigh se déplace vers les petites valeurs au fur et à mesure que l'épaisseur de la couche augmente, jusqu'à une valeur constante correspondant à l'angle critique  $\theta_R$  qui caractérise la couche. Le tableau (2.2) regroupe les valeurs de  $\theta_R$  pour chaque couche.

Couche	Hap	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ZrO <sub>2</sub>	45S5	Ti	Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V	CoCrMo	316L
$\theta_R$ (°)	26	15.5	26.8	28.2	30.6	31.2	31.2	32.2

**Tableau 2.2 :** Valeurs de  $\theta_R$  pour chaque couche étudiée.

Pour mieux voir l'influence de l'épaisseur de la couche sur l'angle critique du mode de Rayleigh  $\theta_R$ , nous avons tracé les courbes de variations de  $\theta_R$  en fonction de la valeur de l'épaisseur normalisée ( $d/\lambda_T$ ) pour les structures (Ti/Os, 316L/Os, Hap/Os, ZrO<sub>2</sub>/Os, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Os), ces variations sont bien illustrées sur la figure (2.4)



**Figure 2.4:** Variations de  $\theta_R$  en fonction de ( $d/\lambda_T$ )

On constate que  $\theta_R$  subit une décroissance jusqu'à une saturation, où  $\theta_R$  reste constante et égale à la valeur caractérisant la couche.

## II.4 EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LES COURBES DE V (z)

### II.4.1 Détermination de la signature acoustique V (z)

La signature acoustique V (z) représente les variations de la tension de sortie V en fonction de la défocalisation z, qui représente la distance entre le point focal de la lentille et la surface de l'échantillon, V (z) est calculée à partir de la formule de Sheppard et Welson [13] :

$$V(z) = \int_0^{\theta_{\max}} P^2(\theta) R(\theta) e^{2jkz \cos \theta} \sin \theta \cos \theta d\theta \quad (2.4)$$

Où P(θ) est la fonction pupille de la lentille, R(θ) est le coefficient de réflexion, k est le vecteur d'onde.

Les figures (2.5, 2.6) représentent les courbes de V (z) obtenues pour différentes épaisseurs respectivement pour les structures (45S5/Os, CoCrMo/Os). On constate que ces courbes sont caractérisées par des oscillations pseudopériodiques dues aux interférences constructives et destructives des différents modes excités. Aussi, il est clair qu'il y a une variation de la période, Δz, et celle de l'amplitude en fonction de l'augmentation de l'épaisseur. Les mêmes remarques pour les courbes de V (z) obtenues pour les autres structures étudiées.

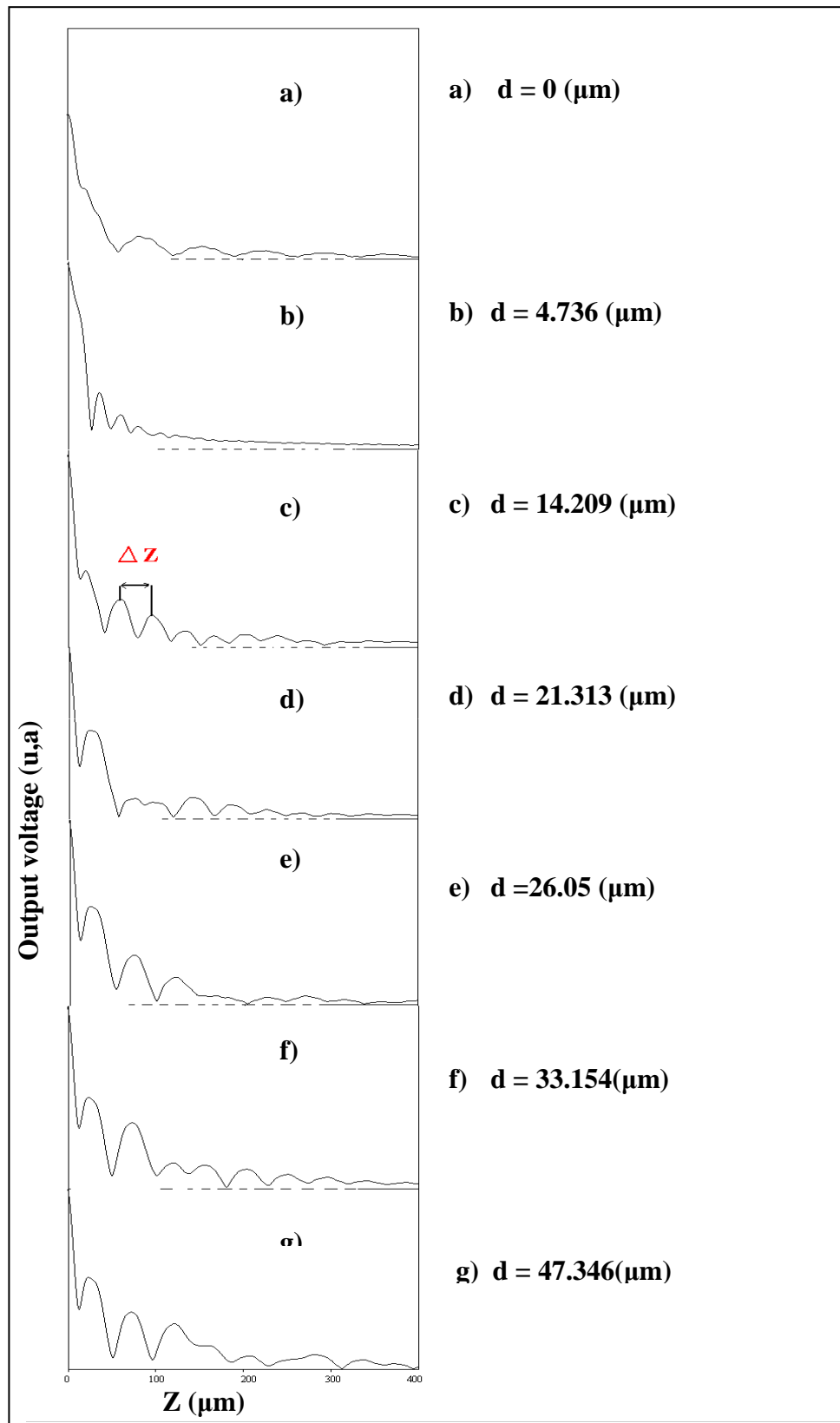
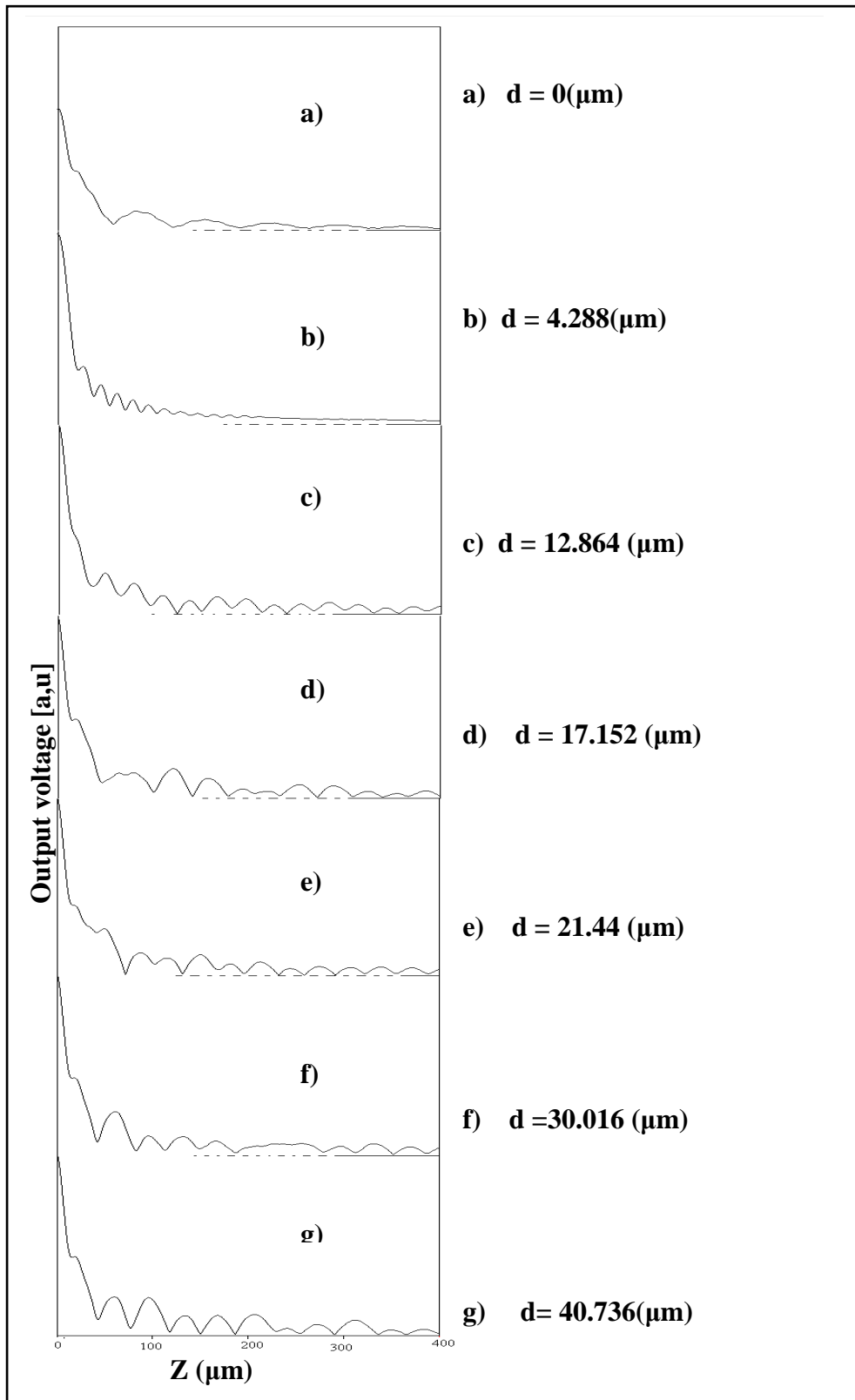


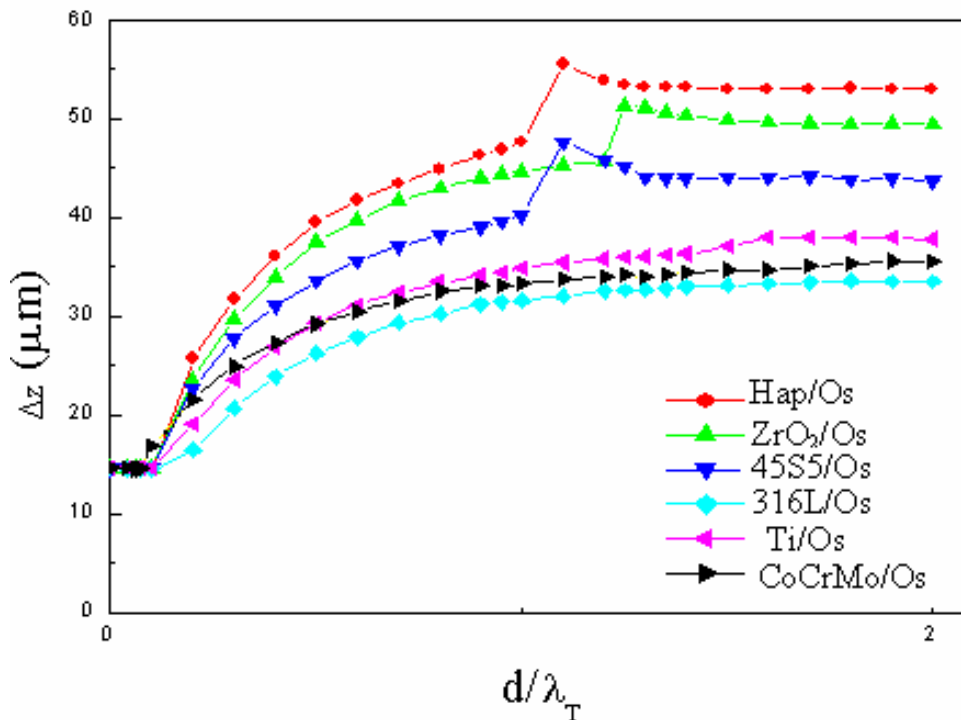
Figure 2.5 : Signatures acoustiques obtenues à différentes épaisseurs pour (45S5/Os)



**Figure 2.6 :** Signatures acoustiques obtenues à différentes épaisseurs pour (CoCrMo/Os)

### II.4.2 Influence de l'épaisseur sur $\Delta z$

Pour mieux voir l'influence de l'épaisseur sur  $\Delta z$  correspondante au mode de Rayleigh, nous avons tracé les courbes de variation de  $\Delta z$  en fonction de l'épaisseur normalisée ( $d/\lambda_T$ ) pour quelques structures étudiées, ces variations sont bien illustrées dans la figure (2.7).



**Figure 2.7 :** Variation de  $\Delta z$  en fonction de ( $d/\lambda_T$ ).

On constate que pour les petites valeurs de  $d/\lambda_T < 0.2$ ,  $\Delta z$  prend une valeur constante égale à 14.6 ( $\mu\text{m}$ ), cette valeur correspond à la période spatiale du mode de Rayleigh pour le substrat, l'os. Pour les grandes valeurs de  $d/\lambda_T$ ,  $\Delta z$  subit une croissance jusqu'à une saturation où  $\Delta z$  reste constante et égale à la valeur correspondante au mode de Rayleigh pour chaque couche. Le tableau (2.3) donne ces valeurs.

Couche	Hap	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{ZrO}_2$	45S5	Ti	316L	$\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$	CoCrMo
$\Delta z(\mu\text{m})$	52.6	146.9	49.3	43.8	37.6	33.8	35.8	35.5

**Tableau 2.3 :** Valeur de  $\Delta z$  correspondante au mode de Rayleigh pour chaque couche.

## **II.5 EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LES SPECTRES DE FFT**

Le traitement des signatures acoustiques,  $V(z)$ , par la transformée de Fourier rapide (FFT) a permis d'obtenir une distribution spectrale. Chaque mode détecté apparaît sous forme d'un pic. A partir de la raie principale, nous calculons la période spatiale,  $\Delta z$  et par conséquent la vitesse de propagation du mode considéré selon la relation (2.1).

Les figures (2.8, 2.9, 2.10) montrent les variations des spectres de FFT en fonction de l'épaisseur, respectivement pour les structures ( $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Os}$ , 45S5/Os, CoCrMo/Os). On constate les remarques suivantes:

- Le dernier pic principal dans les spectres de FFT, correspondant au mode de Rayleigh est décalé vers les grandes périodes spatiales au fur et à mesure que l'épaisseur de la couche augmente. Le décalage du pic du Rayleigh entraîne une variation de la vitesse  $V_R$ .
- L'apparition d'autres pics indique l'apparition d'autres modes d'excitation.
- L'efficacité du mode de Rayleigh qui est définie comme étant la hauteur de la raie principal [14], correspondant au mode de Rayleigh dans les spectres de FFT, atteint son maximum pour les moyennes épaisseurs, puis elle commence à se réduire pour les grandes épaisseurs.

Il est à noter, que les mêmes observations ont été observées dans le cas des autres structures, (Ti/Os,  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}/\text{Os}$ , 316L/Os,  $\text{ZrO}_2/\text{Os}$ , Hap/Os).

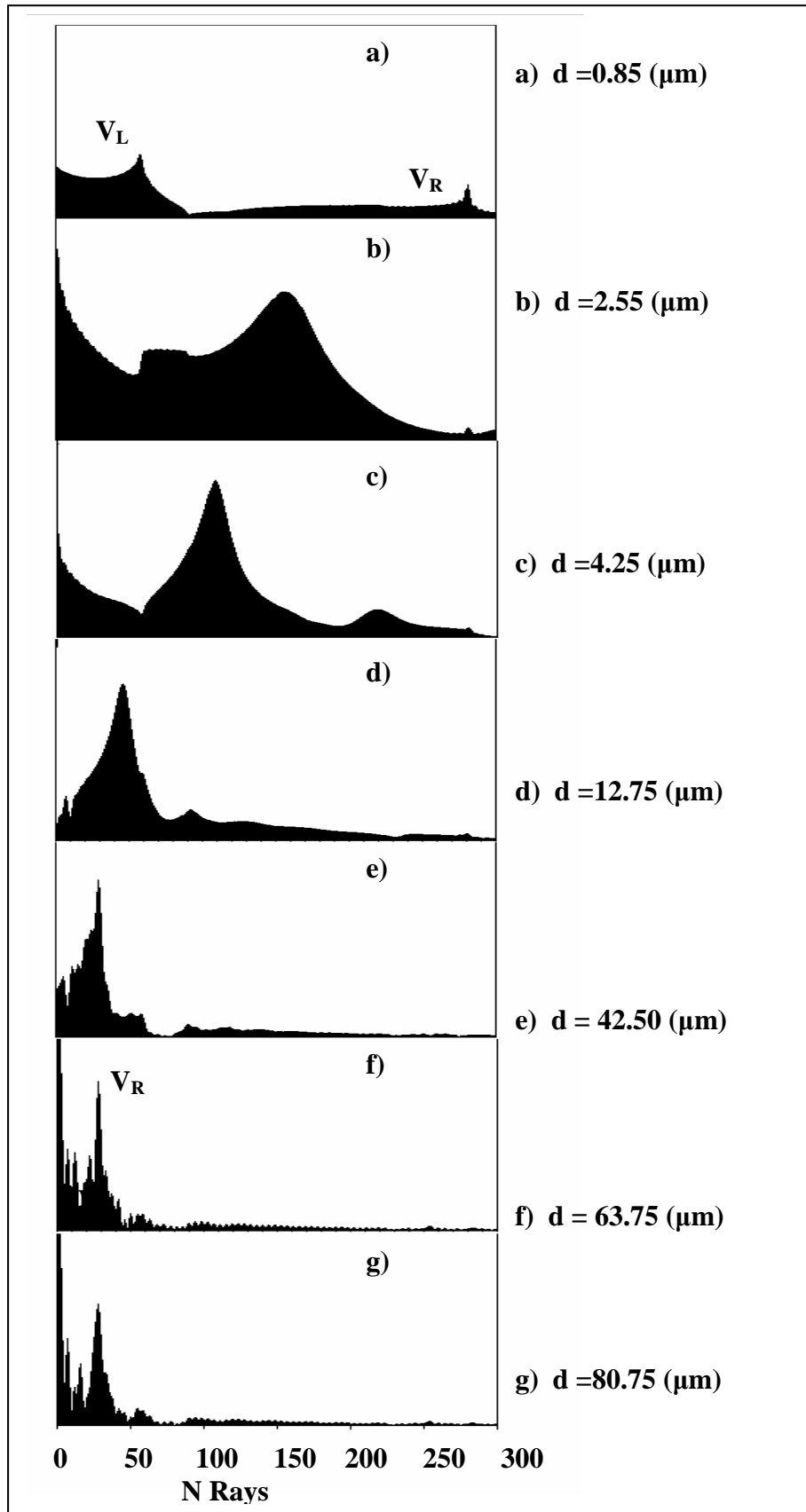


Figure 2.8 : Spectres de FFT des courbes de  $V(z)$  de  $(\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Os})$  à différentes épaisseurs

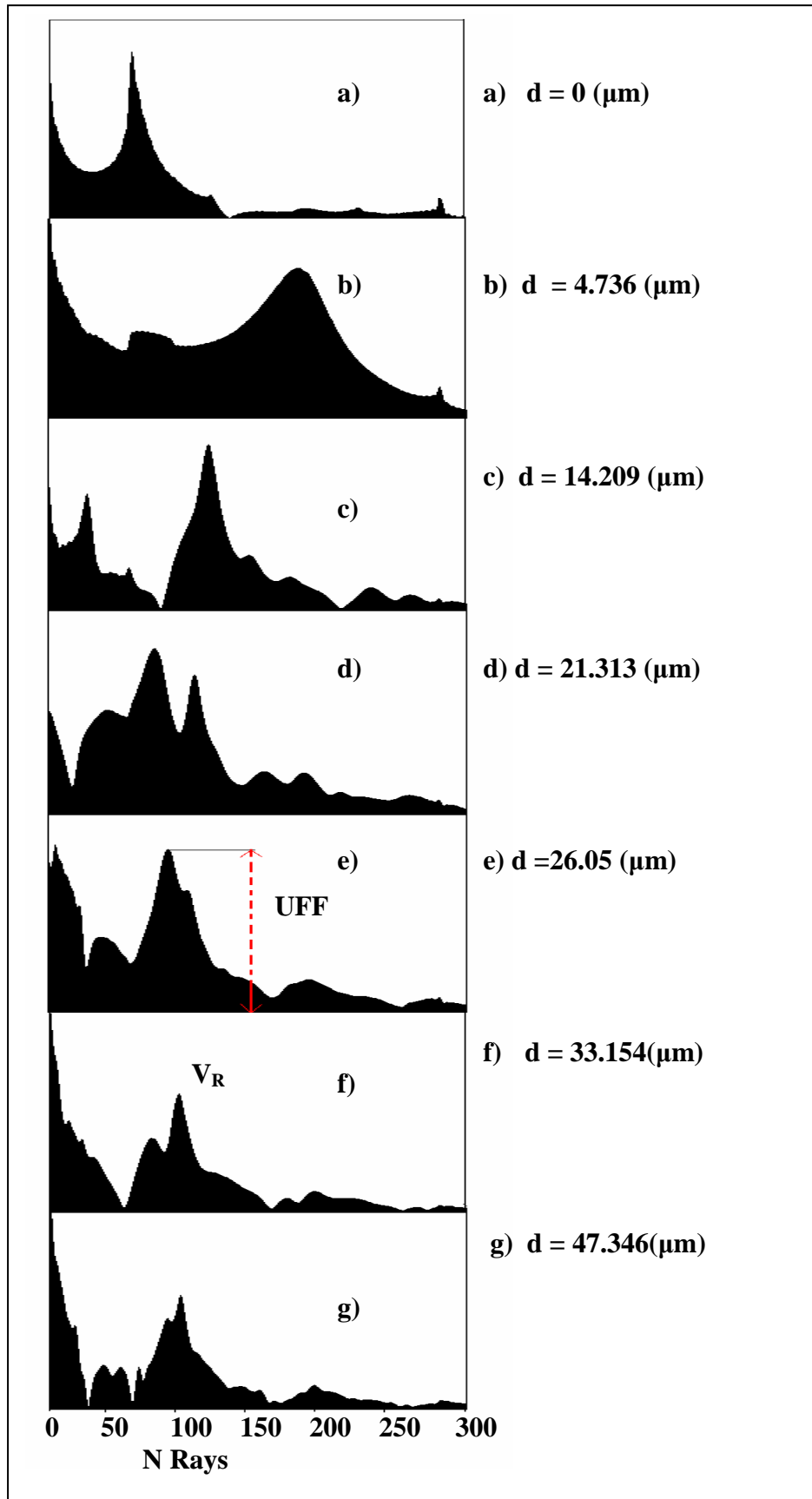


Figure 2.9 : Spectres de FFT des courbes de  $V(z)$  de (45S5/Os) à différentes épaisseurs.

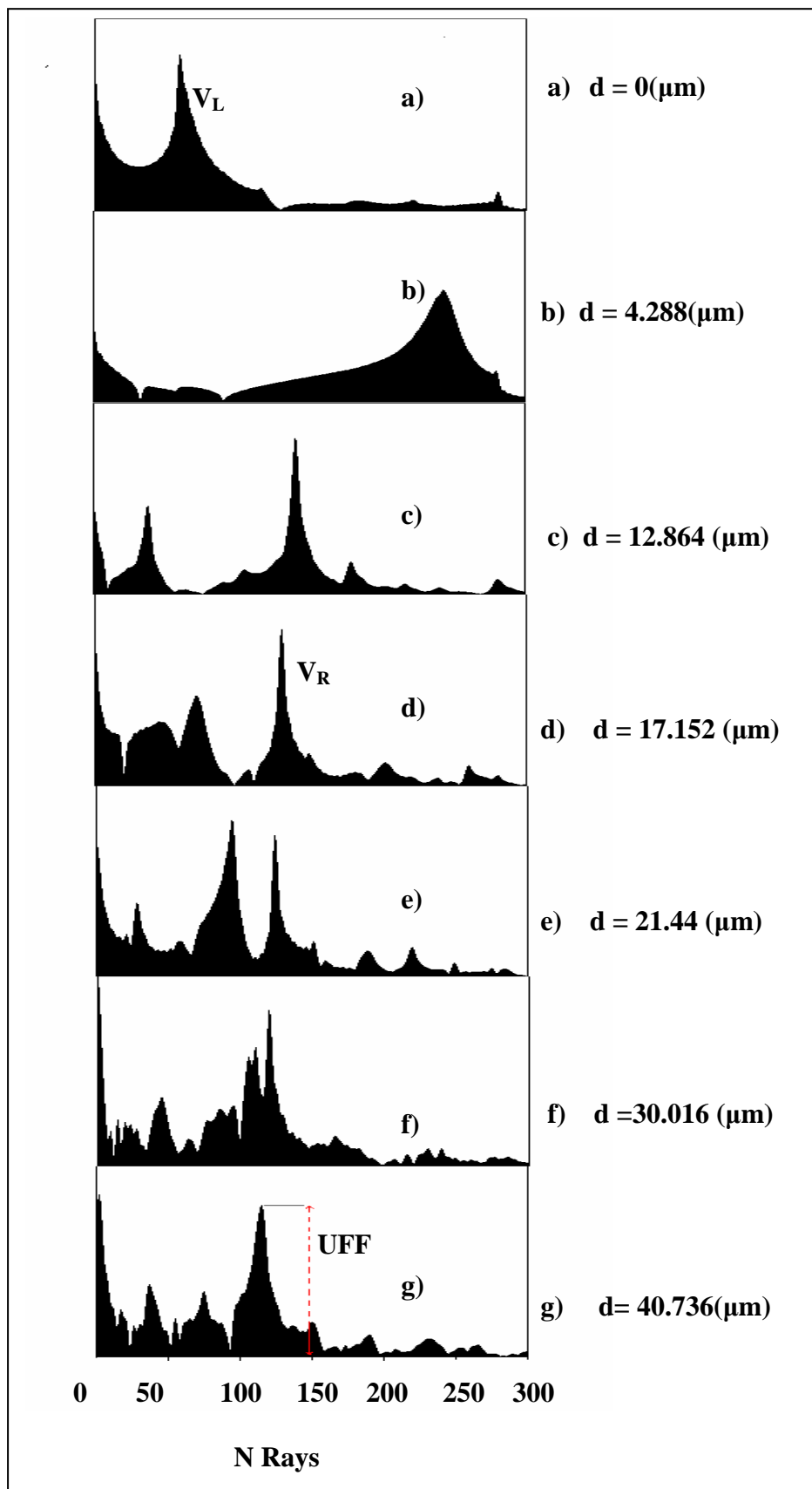


Figure 2.10: Spectres de FFT des courbes de  $V(z)$  de (CoCrMo/Os) à différentes épaisseurs.

## II.6 EFFET DE L'ÉPAISSEUR SUR LA VITESSE DE RAYLEIGH

### II.6.1 Dispersion positive

Dans la structure (couche mince/substrat), la vitesse de Rayleigh varie avec l'épaisseur de la couche, et devient ainsi dispersive. Si :  $V_R$  (couche) <  $V_R$  (substrat), la dispersion est négative. Si :  $V_R$  (couche) >  $V_R$  (substrat), la dispersion est positive. Cette dernière est caractérisée par la croissance de  $V_R$  avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche, initialement de la valeur  $V_R$  (substrat)  $d = 0$  jusqu'à la saturation, où la structure tend vers les caractéristiques de la couche et la vitesse de Rayleigh prend une valeur presque constante égale à la vitesse  $V_R$  (couche). [15-18].

### II.6.2 Analyse et discussion

Pour chaque structure nous avons tracé la courbe de dispersion de  $V_R$  en fonction de l'épaisseur normalisée ( $d/\lambda_T$ ). Les figures (2.11), (2.12) et (2.13) représentent les variations de la dispersion de  $V_R$  pour la structure,  $Al_2O_3/Os$ , les structures, (Ti/Os,  $Ti_6Al_4V/Os$ , 316l/Os, CoCrMo/Os) et (Hap/Os, 45S5/Os,  $ZrO_2/Os$ ). Toutes les courbes de dispersion de  $V_R$ , sont de type positif dû à l'existence de l'effet de rigidité,  $V_{RC}/V_{RS} > 1$  [15].

Pour la structure  $Al_2O_3/Os$ , on peut diviser cette courbe en trois régions successives :

**Région (1) :** Pour les faibles valeurs du rapport  $d/\lambda_T$ , ( $0 \leq d/\lambda_T < 0.04$ ), la vitesse  $V_R$  prend une valeur presque constante est égale à  $V_R$  du substrat l'os (1966 m/s). Cette allure de  $V_R$  est due à l'effet de charge ( $\rho_c/\rho_s$ ) > 1.

**Région (2) :** pour les valeurs de  $d/\lambda_T$  comprise entre 0.04 et 1.2.  $V_R$  subit une croissance rapide sou l'effet de rigidité. Cette région décrit les caractéristiques de la structure.

**Région (3) :** Pour les grandes valeurs de  $d/\lambda_T > 1$ ,  $V_R$  prend une valeur constante égale à celle de la couche. Dans cette région la structure tend vers les caractéristiques de la couche.

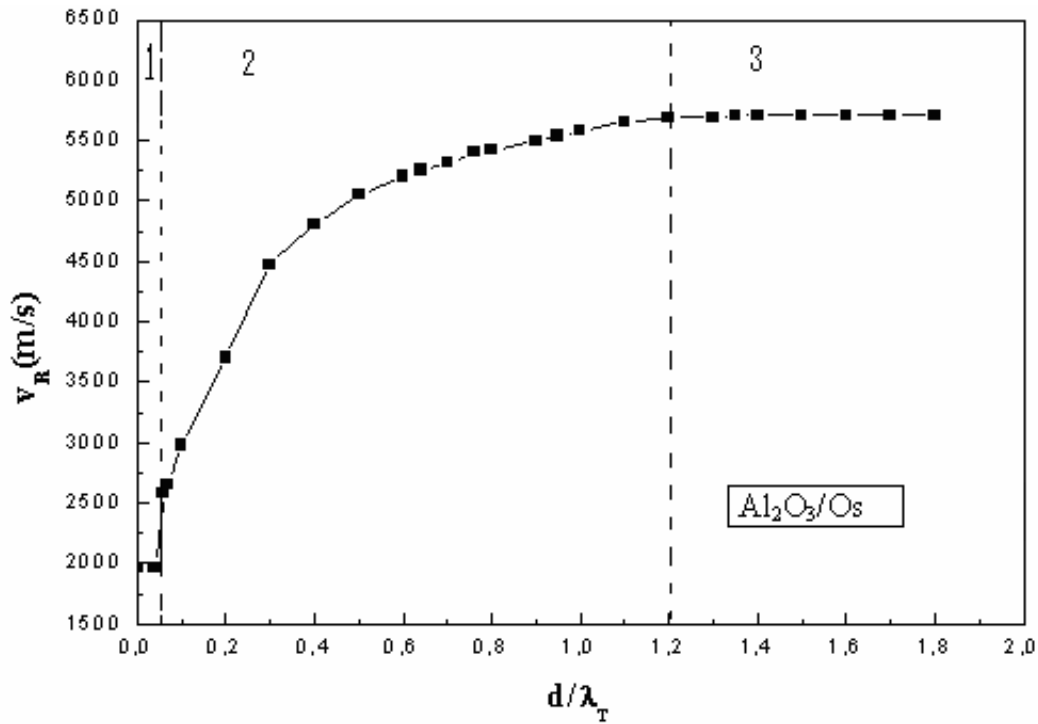


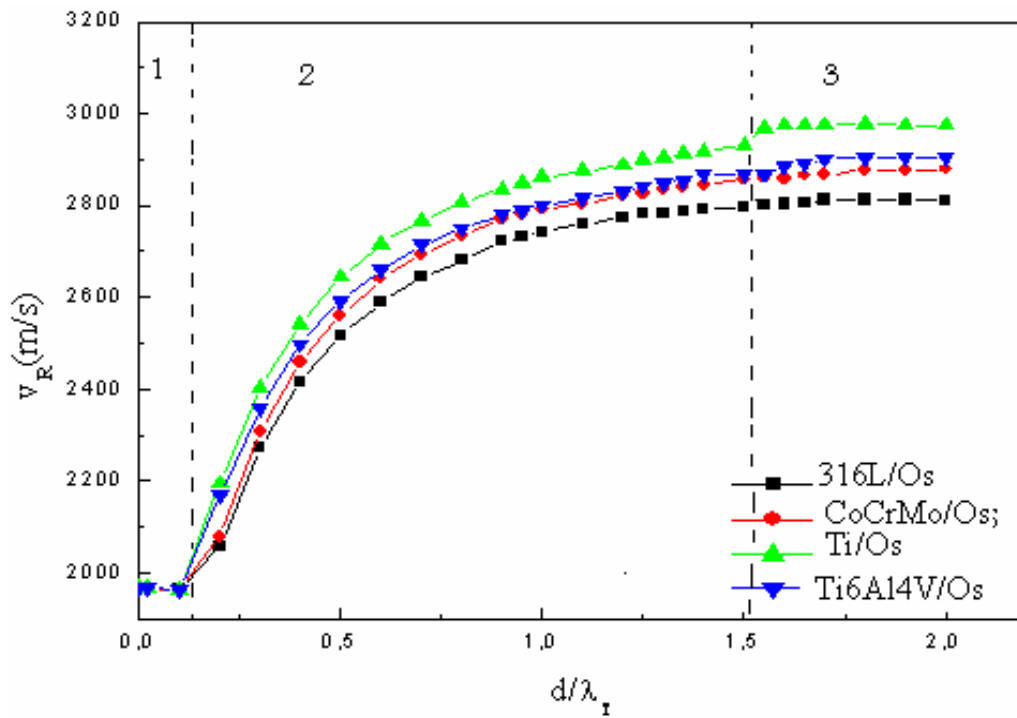
Figure 2.11: Courbe de dispersion de  $V_R$  pour ( $Al_2O_3/Os$ )

Pour les structures ( $Ti/Os$ ,  $Ti_6Al_4V/Os$ ,  $316l/Os$ ,  $CoCrMo/Os$ ). On peut diviser les courbes en trois régions successives.

**Région (1) :** Pour les faibles valeurs du rapport  $d/\lambda_T$ , comprise entre (0 et 0.2), la vitesse  $V_R$  prend une valeur presque constante égale à  $V_R$  du substrat l'os (1966 m/s). Cette anomalie due à l'effet de charge,  $(\rho_c/\rho_s) > 1$ .

**Région (2) :**  $V_R$  subit une croissance rapide, sous l'effet de rigidité entre les valeurs  $0.2 \leq d/\lambda_T < 1.5$ . Cette région décrit les caractéristiques de la structure.

**Région (3) :** Pour les grandes valeurs de  $d/\lambda_T > 1.5$ ,  $V_R$  prend une valeur constante égale à celle de la couche, et la structure tend vers les caractéristiques de la couche.



**Figure 2.12:** Courbes de dispersion de  $V_R$  pour (316L/Os, Ti/Os, CoCrMo/Os, Ti6Al4V/Os)

La figure (2.13), illustre les courbes de dispersion qui correspondent aux structures (Hap/Os, 45S5/Os, ZrO<sub>2</sub>/Os). Elles sont divisées en trois régions.

**Région (1) :** Pour les faibles valeurs de  $d/\lambda_T$ , ( $0 \leq d/\lambda_T < 0.2$ ),  $V_R$  prend une valeur quasi constante égale à  $V_R$  du substrat l'os (1966 m/s). Cette anomalie due à l'existence de l'effet de charge ( $\rho_c/\rho_s > 1$ ).

**Région (2) :** Pour les valeurs de  $d/\lambda_T$ , comprise entre 0.2 et 1.35. On constate que  $V_R$  subit une croissance jusqu'à les valeurs de  $d/\lambda_T$  comprise entre 1 et 1,35,  $V_R$  subit une forte croissance, puis elle diminue et forme un petit pic. On peut lier cette anomalie à la domination de l'effet de la vitesse à celui de la densité.

**Région (3) :** Pour les grandes valeurs de  $d/\lambda_T > 1.35$ , on voit une saturation,  $V_R$  prend une valeur constante, correspondante à la vitesse de Rayleigh de chaque couche.

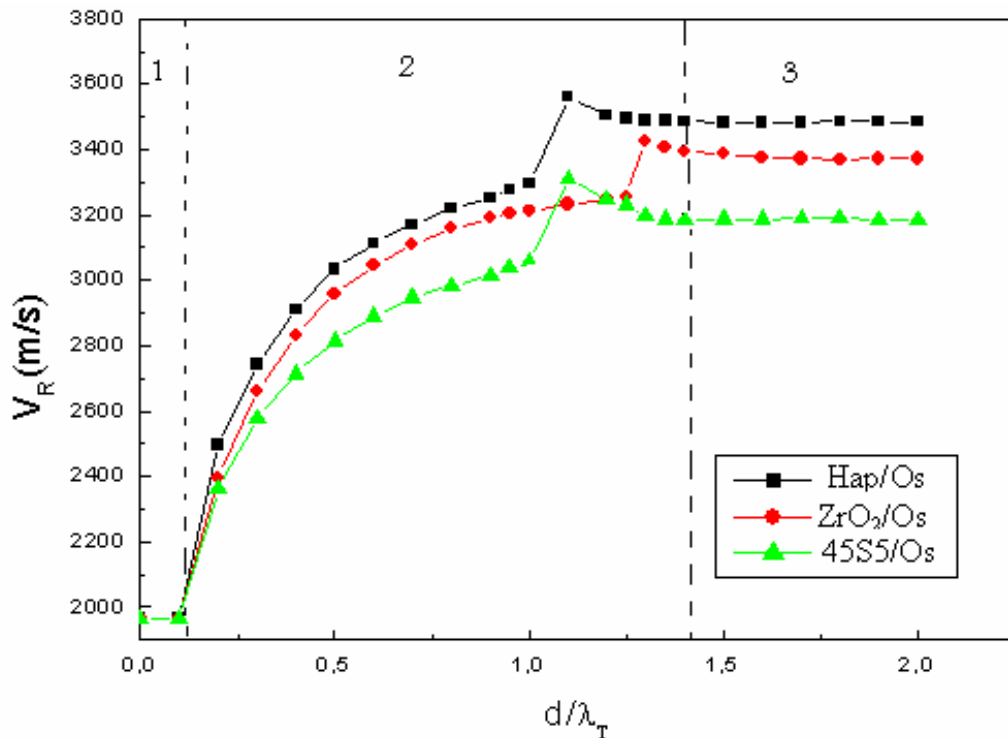


Figure 2.13: Courbes de dispersion de  $V_R$  pour (Hap/Os, 45S5/Os, ZrO<sub>2</sub>/Os).

Afin de mieux contrôler les paramètres de densité  $\rho_C/\rho_S$ , et ceux des vitesses acoustiques  $V_{RC}/V_{RS}$ , nous avons introduit un facteur de proportionnalité  $\zeta$ , défini par :

$$\zeta = (\rho_C/\rho_S) / (V_{RC}/V_{RS}).$$

Le tableau (2.4) regroupe les Valeurs des rapports acoustiques pour les différentes structures étudiée :  $\rho_C/\rho_S$ ,  $V_{RC}/V_{RS}$ , et le rapport entre eux  $\zeta$ , qui sont utilisés lors de l'analyse des courbes obtenues. On constate que pour la plus parts des structures étudiés :

- Si  $(\rho_C/\rho_S) > 1$ , la vitesse  $V_R$  prend une valeur constante pour les faibles épaisseurs variant entre 0 à  $0.2 \lambda_T$ . cette valeur caractérise le substrat.
- Si  $\zeta < 1$ , l'apparition d'une petite convexité.
- Si  $\zeta > 1$ , l'absence de la petite convexité.

		$\rho$ ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	$V_R(\text{m}/\text{s})$	$\rho_C/\rho_S$	$V_{RC}/V_{RS}$	$\zeta$
substrat	Os	1900	1966	—	—	—
couches	Hap	3170	3470	1.66	1.76	0.9
	ZrO <sub>2</sub>	6000	3365	3.15	1.71	1.84
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3970	5703	2.08	2.9	0.72
	45S5	2795	3181	1.47	1.61	0.94
	316L	8000	2825	4.21	1.43	2.93
	CoCrMo	9150	2889	4.81	1.46	3.27
	Ti	4508	2967	2.37	1.5	1.57
	Ti6Al4V	4430	2899	2.33	1.47	1.58

**Tableau 2.4 :** Valeurs des rapports acoustiques pour les différentes structures étudiée.

## II.7 CONCLUSION

Afin de pouvoir étudier l'évolution de la variation de la vitesse de Rayleigh en fonction de l'épaisseur normalisé ( $d/\lambda_T$ ) des couches minces de Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, CoCrMo, 316L, ZrO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 45S5, Hap déposées sur l'os nous avons utilisés une simulation théorique qui consiste à calculer le coefficient de réflexion,  $R(\theta)$ , déterminer les signatures acoustiques,  $V(z)$ , puis les traiter par transformée de Fourier rapide pour déterminer enfin les vitesses de propagation des modes excités dans chaque structure étudiée. L'investigation via la microscopie acoustique des structures couches minces/substrats nous a permis d'établir les courbes de dispersion de la vitesse de la propagation du mode de Rayleigh. Nous avons trouvé une dispersion de vitesse positive en fonction de l'épaisseur de la couche. Ces courbes peuvent être divisées en trois régions : la première caractérisant le substrat, la seconde, région de croissance, donnant les caractéristiques de la structure et la dernière, la saturation, caractérisant la couche. Nous avons aussi constaté l'existence des anomalies dans ces courbes. L'interprétation des résultats obtenus montre que ces phénomènes sont dues au rapport des vitesses couches/ substrat et à l'effet de la densité.

## **CHAPITRE : III**

### **INVESTIGATION NON DESTRUCTIVE DES COUCHES MINCES DE HYDROXYAPATITE**

#### **III.1 INTRODUCTION**

L'hydroxyapatite de formule  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ , représente le principale composant minéral de l'émail dentaire, et l'os. Elle est caractérisée par une structure chimique et cristallographique similaire à celle de l'os. En plus ce biomatériau présente l'avantage d'être ostéoconducteur, favorisant la croissance de l'os en contact et sa colonisation progressive. Ces propriétés de biocompatibilité et bioactivité la considère comme le biomatériau idéal pour plusieurs applications biomédicales en orthopédie. Les couches de hydroxyapatites assurent une bonne fixation de l'implant avec les tissus osseux environnants [1-5]. La détermination des propriétés élastiques des couches de Hap est très importante pour bien maîtriser leurs stabilités mécaniques.

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'effet de l'épaisseur sur la propagation de l'onde de Rayleigh dans les structures couches minces d'hydroxyapatite Hap déposées sur différents substrats (le titane Ti, l'alliage de titane  $\text{Ti}_6\text{Al}_4\text{V}$ , l'alliage de cobalt chrome CoCrMo, l'acier inoxydable 316L, la zircone  $\text{ZrO}_2$ , le verre bioactive 45S5). Ces biomatériaux sont utilisés fréquemment comme prothèse d'articulation. Afin de pouvoir étudier l'évolution des variations de la vitesse de Rayleigh en fonction de l'épaisseur normalisée ( $d/\lambda_T$ ), nous avons fait une simulation théorique qui permet de déterminer ces vitesses et enfin les courbes de dispersion de ces vitesses.

## **III.2 METHODE DE TRAVAIL**

L'étude de la propagation des ondes de surface (mode de Rayleigh) est très importante, non seulement pour la détection des défauts de la surface, mais aussi pour la détermination des propriétés élastiques des matériaux massifs ou des couches minces [6].

### **III.2.1 Choix des conditions de simulation**

Pour mieux détecter le mode de Rayleigh généralisé dans les structures (Hap/substrat), nous avons choisi les conditions de simulations suivantes :

- L'eau comme liquide de couplage, il est très souvent utilisé pour sa faible absorption acoustique 200 dB à 1 GHz et sa compatibilité avec les objets biologiques [7].
- Un demi angle d'ouverture de lentille  $\theta_{\text{lens}} = 50^\circ$ , car pour la plus part des matériaux le mode de Rayleigh est généré à un angle critique inférieur à  $50^\circ$  [8].
- Une fréquence de capteur égale à 145 MHz, car les autres modes de surface sont excités d'une amplitude plus faible que l'amplitude de mode de Rayleigh surtout pour les hautes fréquences [9].

Pour déterminer la valeur de  $V_R$ , pour chaque épaisseur normalisée, et pour chaque structure étudiée, nous avons effectué les étapes de calcul suivantes :

- ♣ Calcul de coefficient de réflexion  $R(\theta)$ ,
- ♣ Détermination de la signature acoustique  $V(z)$ ,
- ♣ Traitement du signal par FFT,
- ♣ En fin calcul de la vitesse

### **III.2.2 Structures (Hap/substrat)**

Les études faites sur le comportement élastique du revêtement des implants orthopédiques par l'hydroxyapatite, restent encore insuffisantes. La connaissance d'un tel comportement est très importante pour bien maîtriser la stabilité mécanique des couches d'Hap [10]. Via le microscope acoustique (SAM), c'est très difficile de dissocier les caractéristiques élastiques de la couche de celle du substrat, parce qu'il y a des interférences entre l'effet du substrat et de la couche [11]. Pour cette raison nous avons utilisé les courbes de dispersion des vitesses de phase (mode de Rayleigh)

pour déduire les propriétés acoustiques des structures (Hap/substrat). Le tableau (3.1) regroupe les paramètres acoustiques de l'Hap et les biomatériaux qui sont utilisés comme substrats.

Couche/Substrat		$\rho$ (kg/m <sup>3</sup> )	$V_L$ (m/s)	$V_T$ (m/s)
Couche	Hap	3170	6672	3746
Substrat	Ti	4508	6130	3182
	Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V	4430	6290	3097
	ZrO <sub>2</sub>	6000	6879	3611
	316L	8000	5696	3045
	CoCrMo	9150	5816	3109
	45S5	2795	6156	3434

**Tableau 3.1 :** Paramètres acoustiques des structures (Hap/substrat).

### III.3 ETUDE ANALYTIQUE DES COEFFICIENTS DE REFLEXION $R(\theta)$

Le coefficient de  $R(\theta)$  pour la structure (liquide/couche mince/substrat) est donné par la relation suivante [12, 13] :

$$R(\theta) = (Z_{in} - Z_{liq}) / (Z_{in} + Z_{liq}) \quad (3.1)$$

$Z_{in}$  et  $Z_{liq}$  sont respectivement l'impédance acoustique intérieure de la structure (couche/substrat) et l'impédance acoustique du liquide de couplage,  $Z_{in}$  est donnée par :

$$Z_{in} = Z_c \frac{Z_c - iZ_c \tan \varphi}{Z_c - iZ_s \tan \varphi} \quad (3.2)$$

$Z_c$  et  $Z_s$  sont respectivement l'impédance acoustique de la couche et du substrat, notons que :

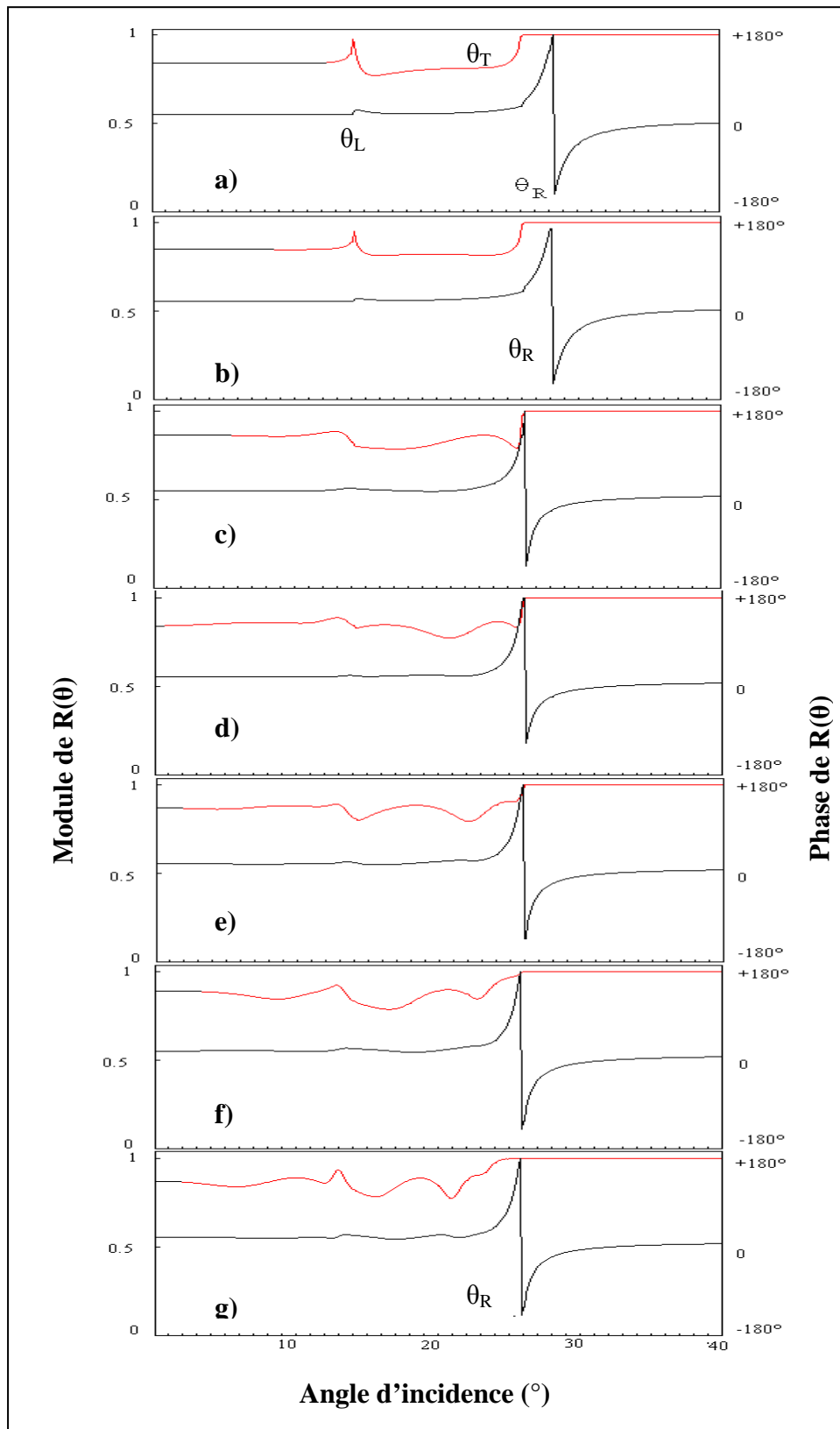
$$Z_i = \rho_i V_i / \cos \theta_i \quad (3.3)$$

$$\varphi = k_c d \cos \theta_c \quad (3.4)$$

$i$  indique : le liquide, le substrat ou la couche.  $\varphi$  représente la différence de phase,  $k$  est le vecteur d'onde et  $d$ , l'épaisseur de la couche.

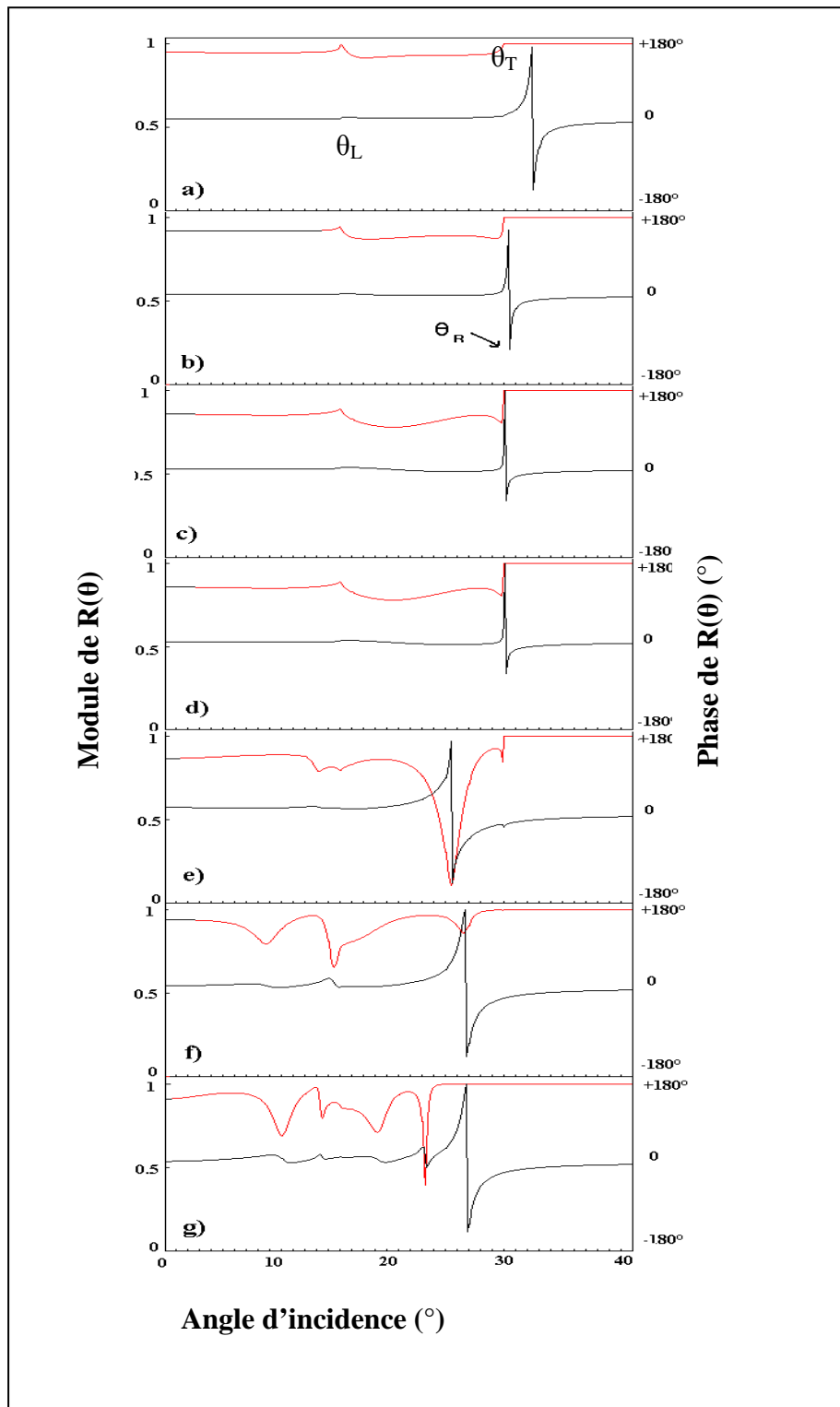
Les figures (3.1, 3.2 et 3.3), illustrent les courbes de coefficient de réflexion qui sont simulées pour différentes épaisseurs successivement pour les structures (Hap/45S5, Hap/CoCrMo, Hap/ Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V). L'amplitude (\_\_\_), est reporté sur l'axe gauche des ordonnées, et la phase (\_\_\_) sur l'axe droit. En augmentant l'angle d'incidence, on constate des changements aussi bien pour la phase que pour l'amplitude, la première fluctuation correspond à l'angle critique d'excitation des ondes longitudinales,  $\theta_L$ , et la seconde en amplitude correspond à celle des ondes transversales,  $\theta_T$ . Juste auprès de cet angle ( $\theta_T$ ) l'amplitude tend vers l'unité à cause de la réflexion totale de l'énergie. Cependant la plus importante fluctuation en phase correspondante à l'angle critique d'excitation de l'onde de Rayleigh,  $\theta_R$ . Avec l'augmentation de l'épaisseur on remarque que, la fluctuation  $\theta_R$  se déplace vers les petites valeurs, mais à partir de l'épaisseur  $d = \lambda_T$ ,  $\theta_R$  prend une valeur constante égale 26° cette valeur caractérise la couche Hap.

Il est à noter, que les mêmes constatations ont été observées dans les cas des structures Hap/ZrO<sub>2</sub>, Hap/Ti, Hap/316L.

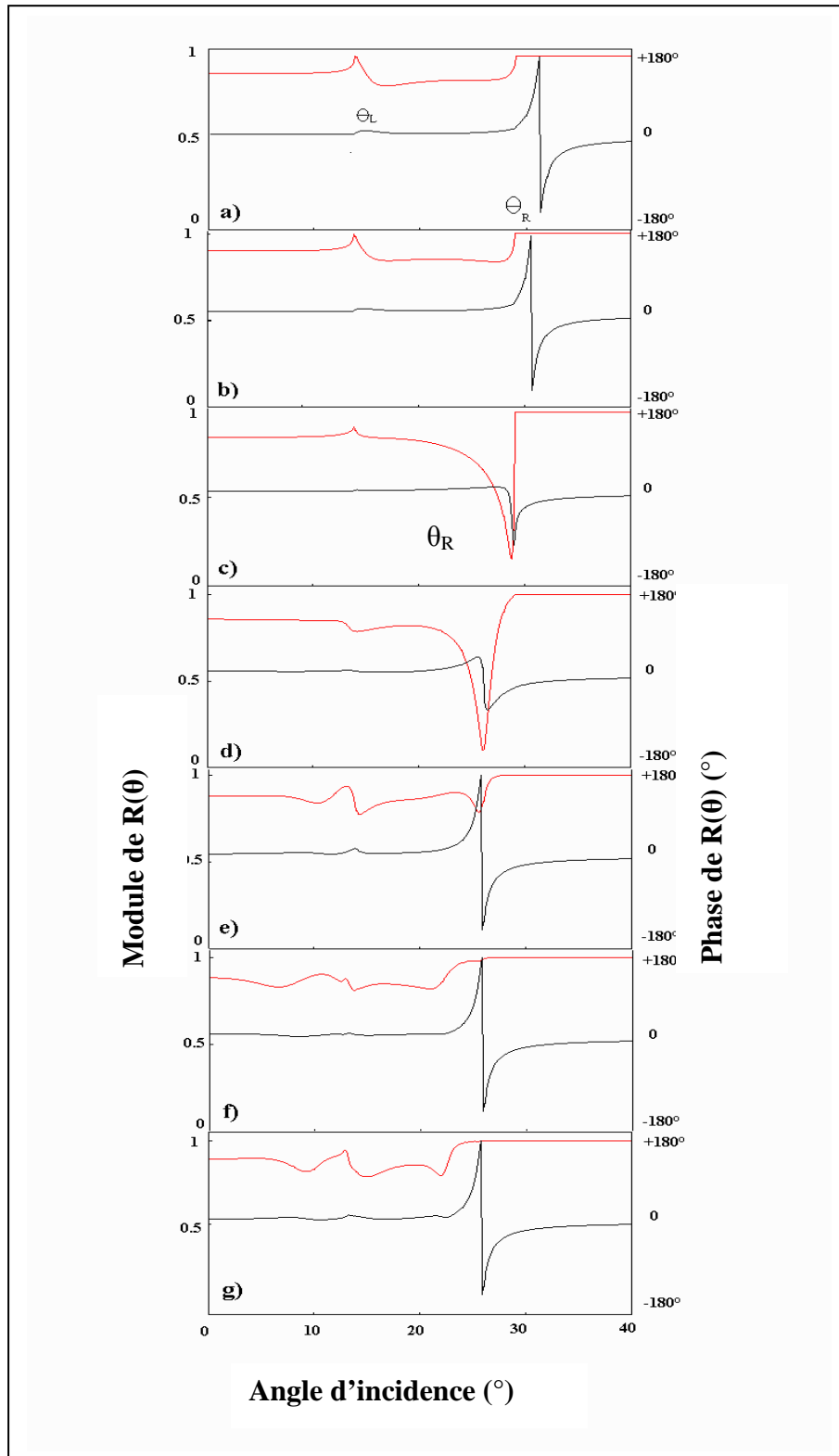


**Fig. 3.1** : Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour (Hap/45S5)

**a)**  $d = 0$  ( $\mu\text{m}$ ), **b)**  $d = 2.583$  ( $\mu\text{m}$ ), **c)**  $d = 18.08$  ( $\mu\text{m}$ ), **d)**  $d = 23.24$  ( $\mu\text{m}$ )  
**e)**  $d = 28.41$  ( $\mu\text{m}$ ), **f)**  $d = 36.16$  ( $\mu\text{m}$ ), **g)**  $d = 51.66$  ( $\mu\text{m}$ ).



**Fig. 3.2 :** Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour Hap/CoCrMo  
a)  $d = 0$  ( $\mu\text{m}$ ), b)  $d = 5.16$  ( $\mu\text{m}$ ), c)  $d = 7.74$  ( $\mu\text{m}$ ), d)  $d = 10.33$  ( $\mu\text{m}$ ),  
e)  $d = 15.49$  ( $\mu\text{m}$ ), f)  $d = 25.83$  ( $\mu\text{m}$ ), g)  $d = 51.66$  ( $\mu\text{m}$ ).



**Fig. 3.3:** Coefficients de réflexion obtenus à différentes épaisseurs pour Hap/ Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V  
a)  $d = 0$  ( $\mu\text{m}$ ), b)  $d = 1.54$  ( $\mu\text{m}$ ), c)  $d = 7.74$  ( $\mu\text{m}$ ), d)  $d = 15.49$  ( $\mu\text{m}$ ),  
e)  $d = 28.41$  ( $\mu\text{m}$ ), f)  $d = 41.32$  ( $\mu\text{m}$ ), g)  $d = 49.07$  ( $\mu\text{m}$ ).

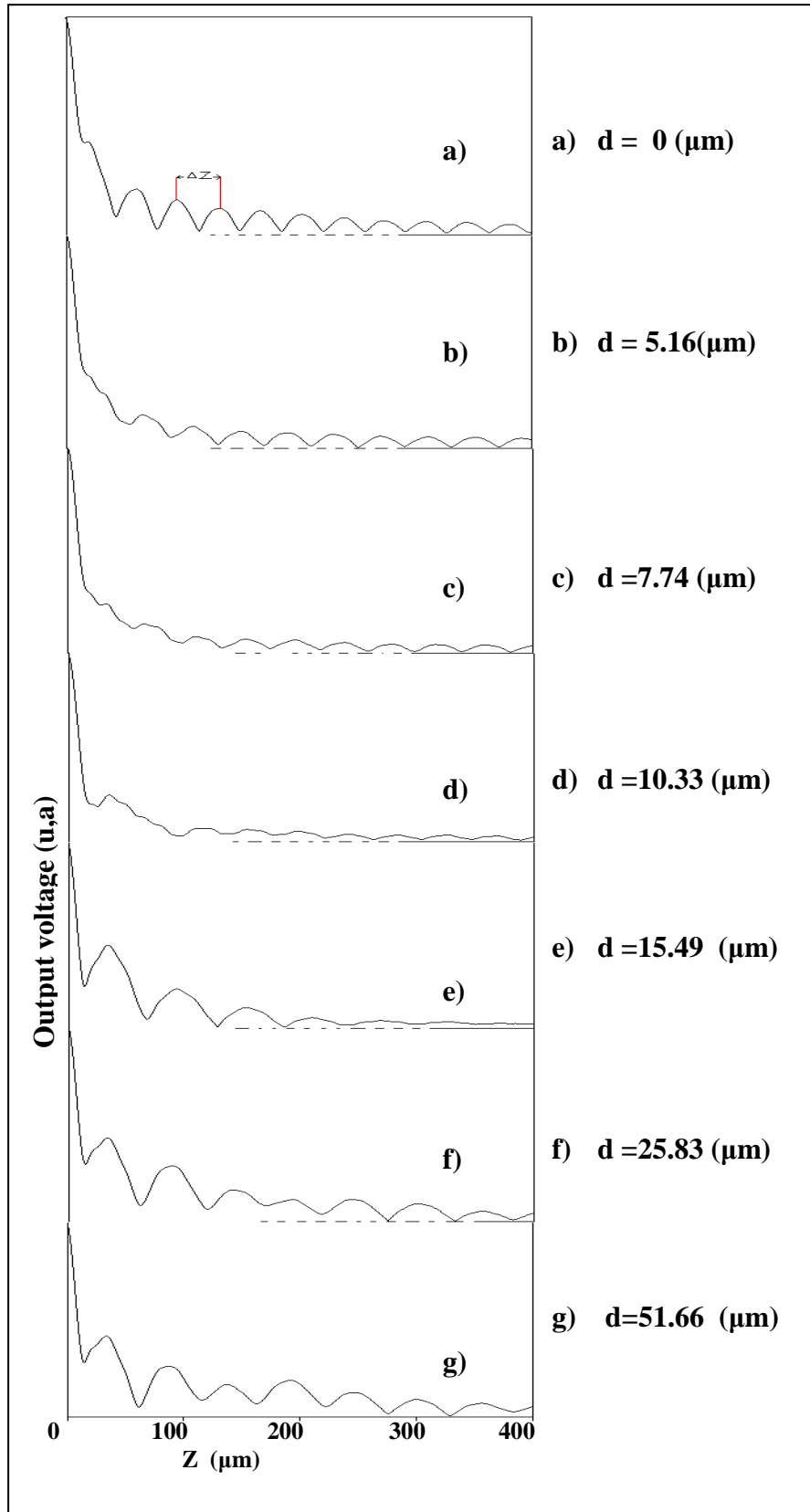
### **III.4 ETUDE ANALYTIQUE DES COURBES DE V (z)**

Les signatures acoustiques V (z) sont déterminées à partir du coefficient de réflexion. Elles sont fortement influencées par la nature du matériau, le type de la structure et même la forme de l'objet [14]. Ces signatures sont caractérisées par une série d'oscillations périodiques dues aux interférences constructives et destructives entre l'onde axiale et les différents faisceaux réfléchis. On note que pour chaque variation ( $\Delta z$ ) correspond à une variation de vitesse de phase, et par le traitement de FFT, on peut déterminer la valeur de  $\Delta z$  qui convient au mode de Rayleigh pour chaque épaisseur.

Les figures (3.4 et 3.5) représentent les variations de V (z) en fonction de l'épaisseur de la couche pour les structures (Hap/CoCrMo, Hap/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V). Il est clair que les oscillations des courbes changent de périodes  $\Delta z$  et de formes avec l'épaisseur, les mêmes remarques ont été noté pour les autres structures étudiées

Pour mieux voir l'influence de l'épaisseur sur la période spatiale  $\Delta z$  nous avons tracé les courbes de variations de  $\Delta z$  en fonction de  $d/\lambda_T$  pour les structures :(Hap/Ti, Hap/316L, Hap/45S5, Hap/ZrO<sub>2</sub>, Hap/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V). La figure (3.6) illustre ces variations.

Il est clair que  $\Delta z$  subit une croissance avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche jusqu'à une saturation où  $\Delta z$  prend une valeur constante égale à 52.6 ( $\mu\text{m}$ ), cette valeur correspond au mode de Rayleigh pour la couche Hap.



**Fig. 3.4** : Signatures acoustiques obtenues à différentes épaisseurs pour (Hap/CoCrMo)

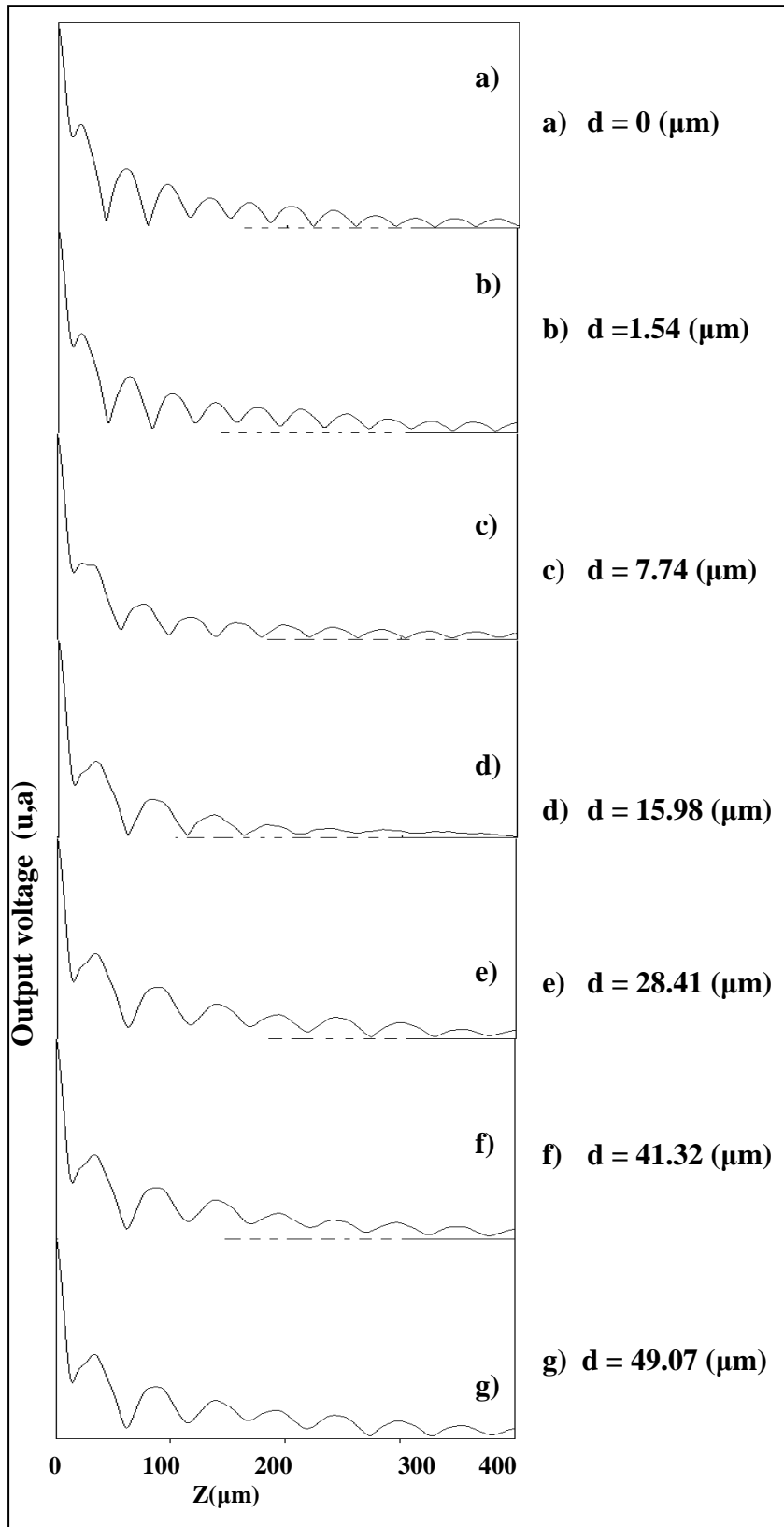


Fig. 3.5: Signatures acoustiques obtenues à différentes épaisseurs pour (Hap/ Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V ).

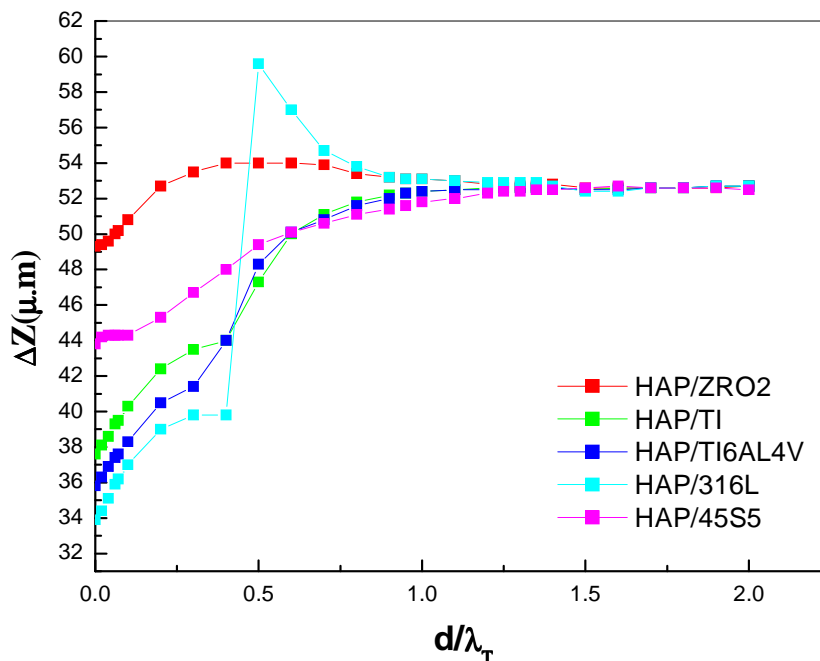


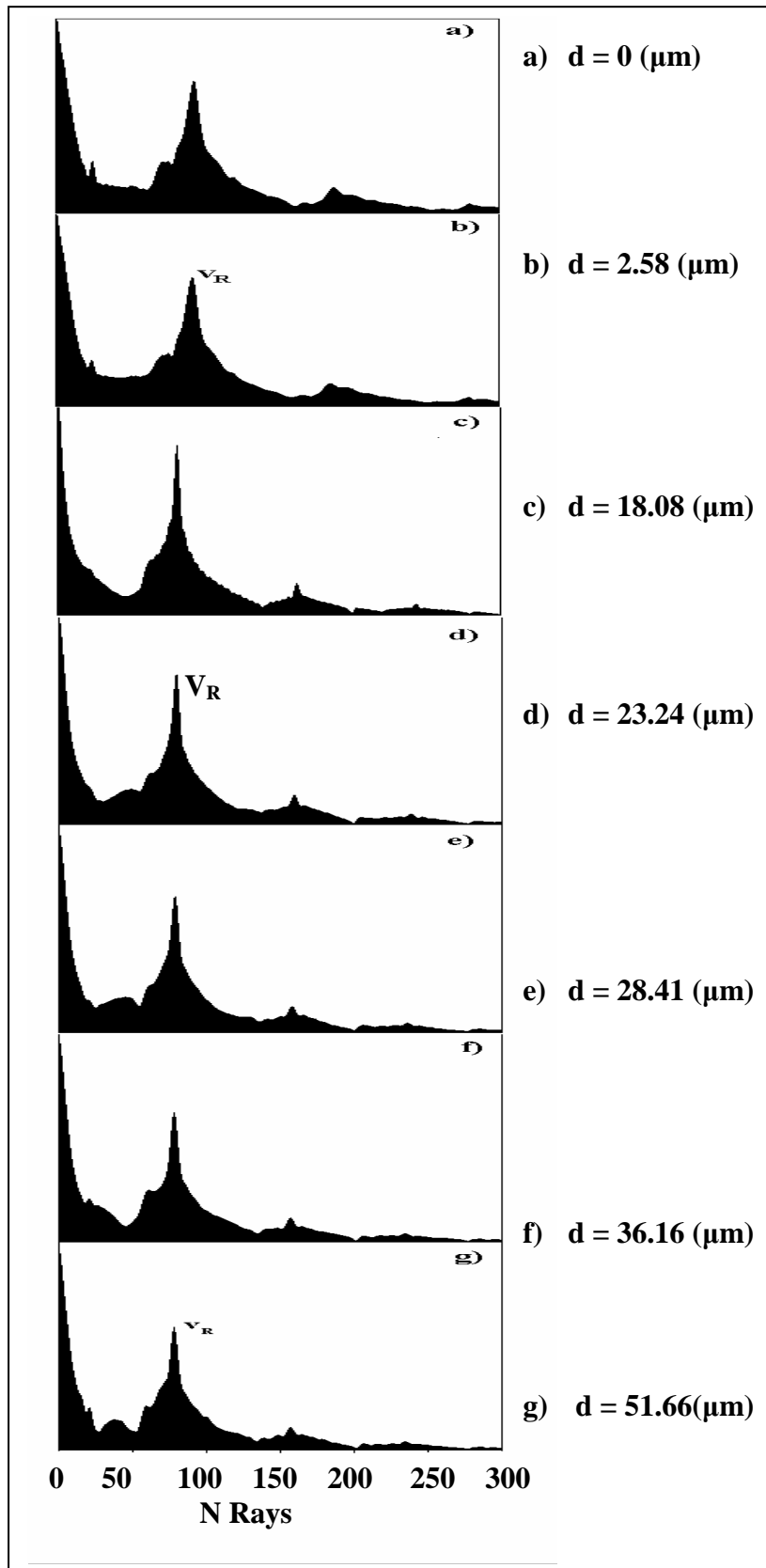
Fig. 3.6 : Variations de  $\Delta z$  en fonction de  $d/\lambda_T$

### III.5 TRAITEMENT SPECTRAL DES COURBES DE V (z)

Pour mieux étudier l'influence de l'épaisseur sur les signatures acoustiques V (z) nous avons effectué le traitement des courbes de V (z) par la transformée de Fourier rapide, FFT. Les figures (3.7, 3.8 et 3.9) représentent les spectres de FFT respectivement pour les structures (Hap/45S5, Hap/CoCrMo, Hap/ Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V). A partir de ces spectres de FFT on constate les remarques suivantes :

- Un seul pic se montre avec une raie principale très nette, ce pic correspond au mode de Rayleigh.
- Le pic principale correspondant au mode de Rayleigh est décalé vers les grandes périodes spatiales au fur et à mesure que l'épaisseur augmente.
- L'efficacité du mode de Rayleigh (hauteur du pic principal) est diminuée à partir des grandes épaisseurs de la couche  $d > \lambda_T$ .

On note que des remarques semblables ont été observées sur les spectres de FFT des structures (Hap/ZrO<sub>2</sub>, Hap/Ti, Hap/316L).



**Fig. 3. 7 :** Spectres de FFT des courbes de  $V(z)$  de (Hap/45S5) à différentes épaisseurs

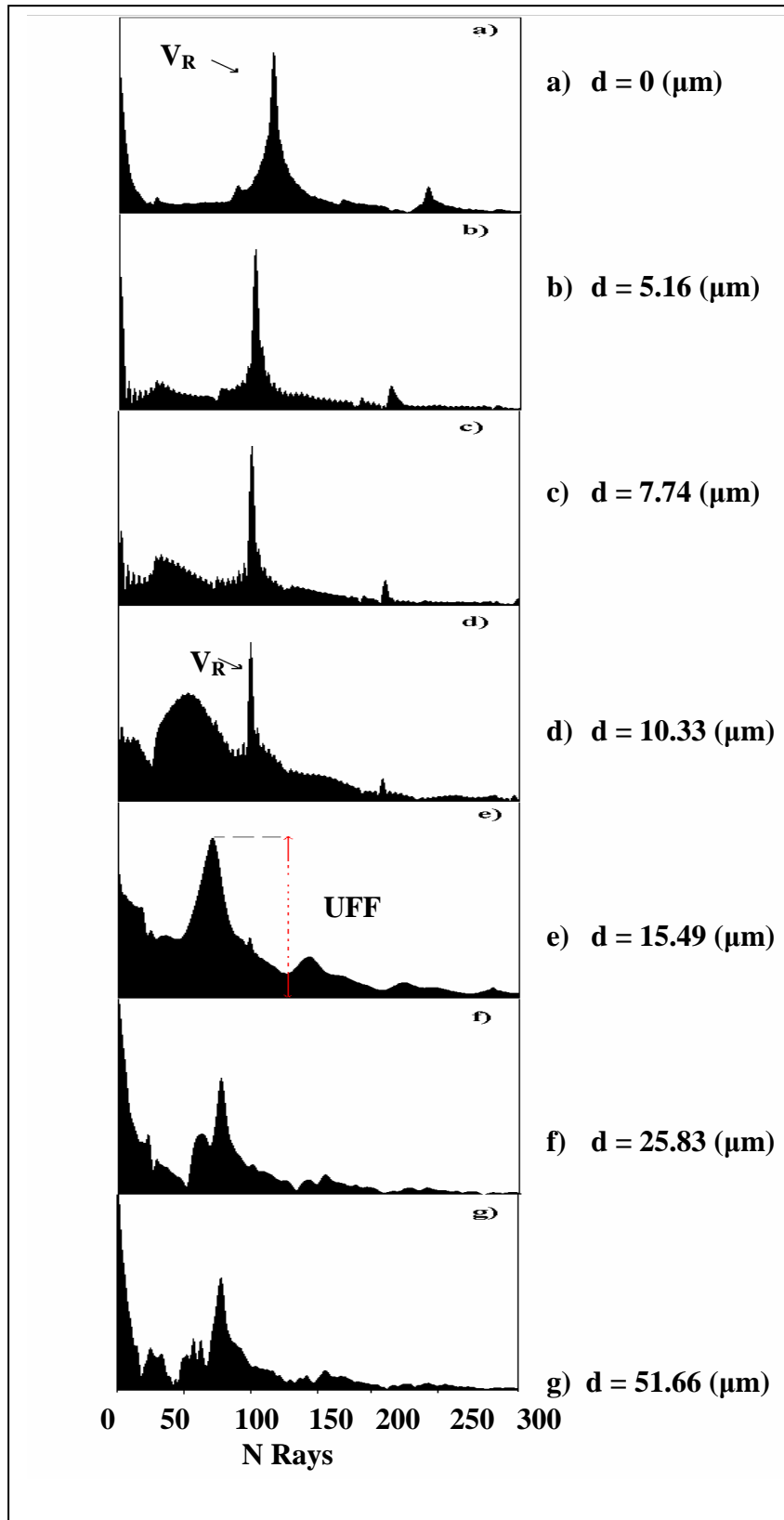


Fig. 3.8: Spectres de FFT des courbes de  $V(z)$  de (Hap/CoCrMo) à différentes épaisseurs.

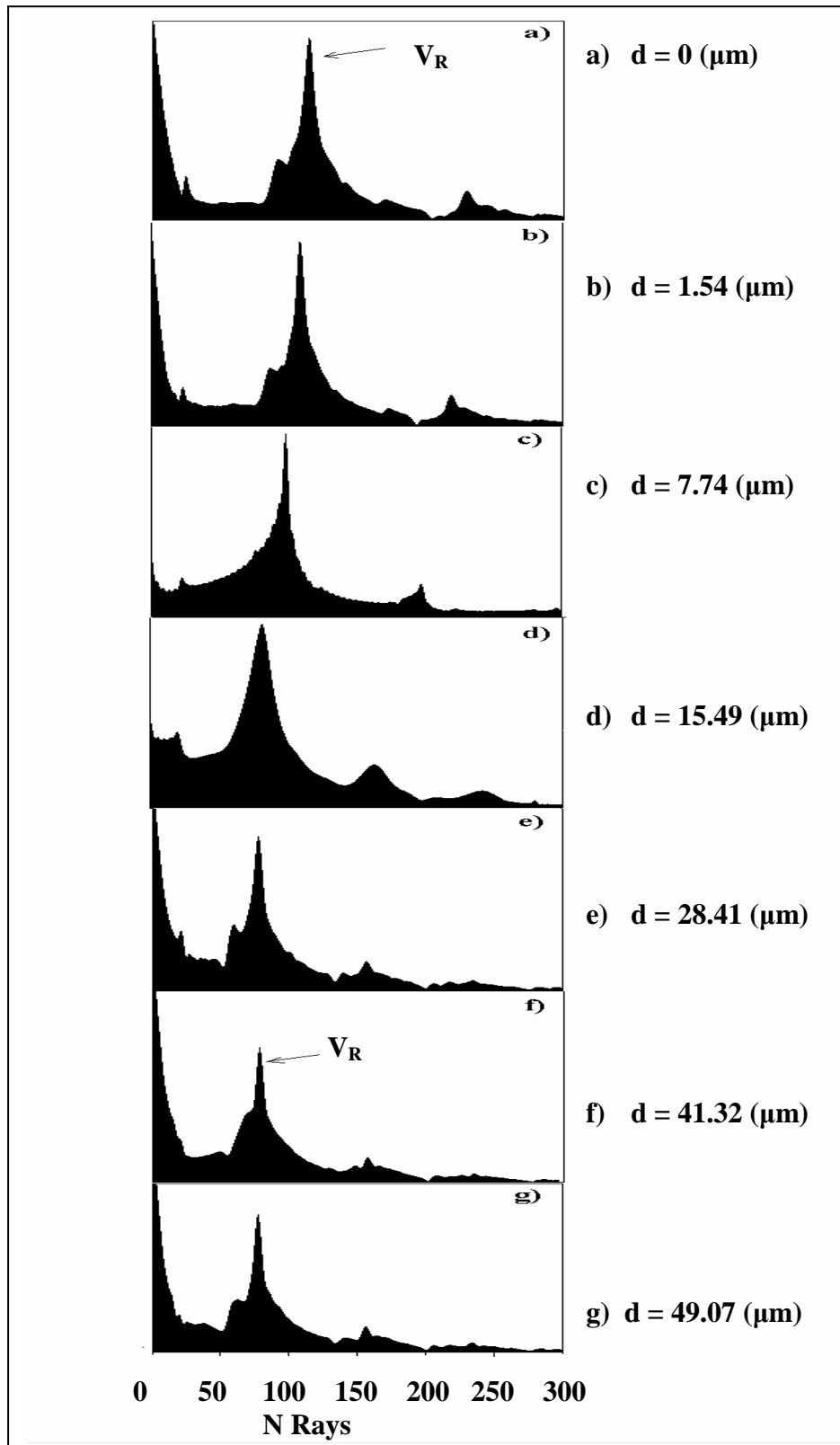
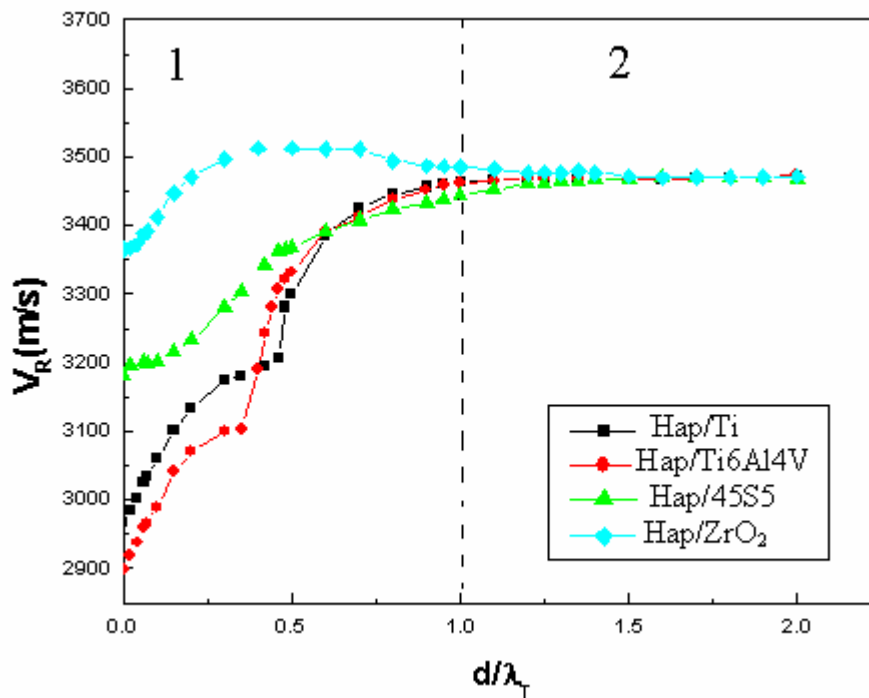


Fig. 3.9: Spectres de FFT des courbes de  $V(z)$  de (Hap/  $Ti_6Al_4V$ ) à différentes épaisseurs.

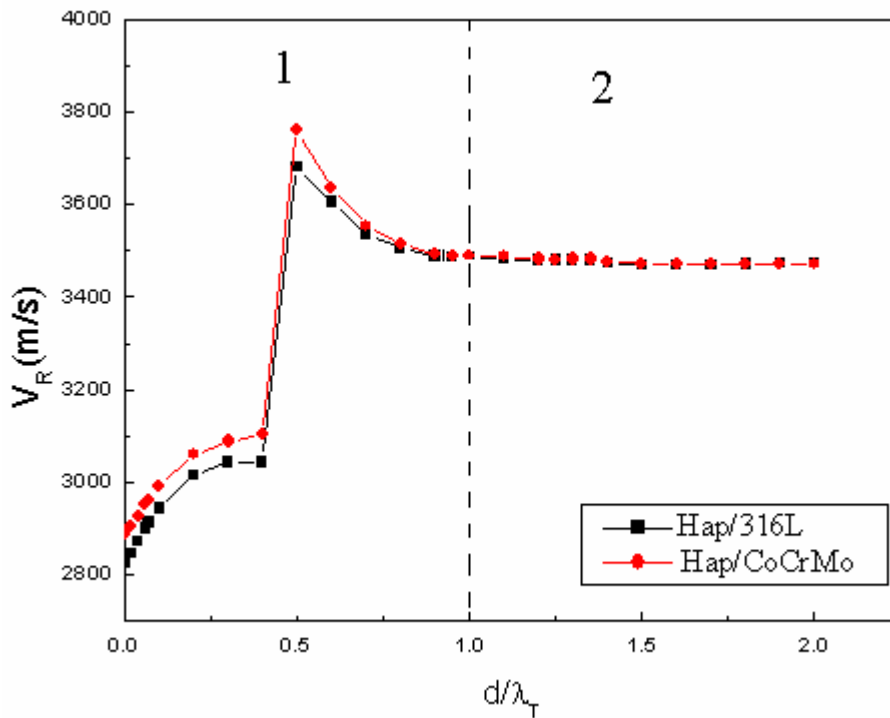
### III.6 COURBES DE DISPERSION DE LA VITESSE DE RAYLEIGH

Pour mieux montrer l'effet de l'épaisseur sur la propagation de l'onde de Rayleigh dans des structures (Hap/substrat), nous avons tracé les courbes de dispersion de  $V_R$  en fonction de l'épaisseur normalisée  $d/\lambda_T$  variant de 0 à 2.

Les figures (3.10 et 3.11) représentent les courbes de dispersion obtenues respectivement pour les structures (Hap/Ti, Hap/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, Hap/45S5, Hap/ZrO<sub>2</sub>) et les structures (Hap/CoCrMo, Hap/316L). Il est remarquable que toutes les courbes obtenues sont de type positif, ceci est due à l'existence de l'effet de rigidité. L'allure générale de cette dispersion est caractérisée par deux régions distinctes, région de croissance et région de saturation. C'est à dire la vitesse de  $V_R$  augmente en fonction de l'épaisseur initialement de la valeur  $V_{RS}$  du substrat jusqu'à une valeur constantes égale à  $V_{RC}$  de la couche.



**Fig. 3.10** : Courbes de dispersion de  $V_R$  pour (Hap/Ti, Hap/ Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, Hap/45S5 Hap/ZrO<sub>2</sub>),



**Fig. 3.11** : Courbes de dispersion de  $V_R$  pour (Hap/CoCrMo, Hap/316L)

**Région (1)** : Pour les valeurs de  $d/\lambda_T$  comprise entre, 0 et 1,  $V_R$  subit une croissance sous l'effet de rigidité. Comparable à l'allure générale de la courbe de dispersion positive, on constate que des déformations se montrent dans cette région pour chaque courbe.

**Région (2)** : Quand  $d/\lambda_T$  devient supérieurs à 1 la vitesse prend une valeur presque constante égale à la vitesse de Rayleigh de la couche Hap (3470 m/s), dans cette région la structure tend vers les caractéristiques de la couche.

### III.7 ANALYSE DES COURBES DE DISPERSION

L'analyse des courbes de dispersion positive des structures (Hap/substrat) montre l'apparition des anomalies. Ces dernières sont liées à l'effet de la densité caractérisée par le rapport  $\rho_C / \rho_S$ , et à l'effet de la vitesse caractérisée par le rapport  $V_{RC}/V_{RS}$ . Le tableau 3.2 regroupe les valeurs du rapport acoustique  $\zeta$ , défini comme étant le rapport entre le rapport des densités de la couche et du substrat et celui de la vitesse de la couche et du substrat, pour chaque structure étudiée. On note que  $\zeta$  est donné par cette formule :  $\zeta = (\rho_C / \rho_S) / (V_{RC}/V_{RS})$ .

Couche/Substrat		$\rho$ ( $\text{kg}/\text{m}^3$ )	$V_R(\text{m}/\text{s})$	$\rho_C/\rho_S$	$V_{RC}/V_{RS}$	$\zeta$
Couche	Hap	3170	3470	—	—	—
Substrat	Ti <sub>6</sub> Al <sub>4</sub> V	4430	2899	0.71	1.19	0.59
	ZrO <sub>2</sub>	6000	3365	0.52	1.03	0.51
	45S5	2795	3181	1.13	1.09	1.03
	316L	8000	2825	0.39	1.22	0.32
	CoCrMo	9150	2889	0.34	1.2	0.28
	Ti	4508	2967	0.70	1.16	0.6

**Tableau 3.2 :** Valeurs des rapports acoustiques pour les différentes structures étudiées.

A partir de la structure (Hap/45S5), on remarque l'apparition d'une petite concavité, dans l'intervalle,  $0.02 > d/\lambda_T < 0.1$ . L'analyse quantitative des rapports acoustiques de la structure (Hap/45S5), nous a permis de prévoir la cause principale de cette anomalie qui est : la domination de l'effet de densité et celui de la vitesse,  $(\rho_C/\rho_S) / (V_{RC}/V_{RS}) = 1.03$ .

Pour les courbes (Hap/Ti) et (Hap/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V), on constate l'apparition d'autres déformations, due à l'augmentation brusque de  $V_R$ , dans l'intervalle  $0.4 > d/\lambda_T < 0.45$ , pour (Hap/Ti), et dans l'intervalle de la vitesse normalisée varie,  $0.3 > d/\lambda_T < 0.35$ , pour (Hap/Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V). L'analyse quantitative des rapports acoustiques nous a permis de lier cette anomalie à la domination de l'effet de vitesse à celui de densité,  $(\rho_C/\rho_S) / (V_{RC}/V_{RS}) = 0.6$ . De même pour la structure (Hap/ZrO<sub>2</sub>), on remarque l'apparition d'une convexité dans l'intervalle  $0.3 > d/\lambda_T < 1$ . Le rapport acoustique,  $\zeta = (\rho_C/\rho_S) / (V_{RC}/V_{RS}) = 0.51$ .

D'autres convexités se forment pour les structures, (Hap/316L) et (Hap/CoCrMo), dans l'intervalle,  $0.4 < d/\lambda_T < 1$ . La cause principale de cette anomalie est l'effet intensif de la vitesse,  $V_{RC}/V_{RS}$  et celui de densité  $\rho_C/\rho_S$ , où le rapport entre eux  $\zeta$  égale 0.32 pour la structure (Hap/316L), et 0.28 pour la structure (Hap/CoCrMo). Notons que ce phénomène a été déjà observé lors de l'étude théorique des structures (couche mince/Cu) [16].

### **III.8 CONCLUSION**

Au cours de cette étude non destructive pour des couches minces d'hydroxyapatite déposées sur les substrats suivants : Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, 316L, CoCrMo, ZrO<sub>2</sub>, 45S5, nous avons démontré l'influence de l'épaisseur de la couche sur les paramètres acoustiques: coefficients de réflexion  $R(\theta)$ , signatures acoustiques  $V(z)$ , spectres de FFT, et les vitesses de propagation de l'onde de Rayleigh  $V_R$ . Nous avons aussi étudié les courbes de dispersion de  $V_R$ , ces dernières sont de type positif, dû à l'existence de l'effet de rigidité. Nous avons constaté l'apparition des différentes anomalies sur ces courbes. L'analyse quantitative des rapports acoustiques nous a permis de déterminer les deux causes principales de ces anomalies sont : l'effet de densité caractérisé par le rapport  $\rho_C / \rho_S$ , et l'effet de vitesse caractérisé par le rapport  $V_{RC}/V_{RS}$ . Si  $(\rho_C / \rho_S) > (V_{RC}/V_{RS})$ , on observe une anomalie présente comme concavité. Si  $(V_{RC}/V_{RS}) > (\rho_C / \rho_S)$ , on observe une anomalie présente comme convexité.

## ***CONCLUSION GENERALE***

Dans ce travail nous avons étudié théoriquement via le microscope acoustique les propriétés acoustiques des structures (couche mince/ substrat) des biomatériaux à vocation orthopédique. Cette étude est divisée en deux parties :

Dans la première partie, nous avons étudié l'évolution de la variation de la vitesse de Rayleigh en fonction de l'épaisseur normalisée ( $d/\lambda_T$ ) des couches minces de Ti,  $Ti_6Al_4V$ , CoCrMo, 316L,  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$ , 45S5, Hap déposées sur l'os. Nous avons utilisés une simulation théorique qui consiste à calculer le coefficient de réflexion,  $R(\theta)$ , déterminer les signatures acoustiques,  $V(z)$ , puis les traiter par transformée de Fourier rapide pour déterminer enfin les vitesses de propagation des modes excités dans chaque structure étudiée. L'investigation via la microscopie acoustique des structures couches minces/substrats nous a permis d'établir les courbes de dispersion de la vitesse de la propagation du mode de Rayleigh. Nous avons trouvé une dispersion de vitesse positive en fonction de l'épaisseur de la couche. Ces courbes peuvent être divisées en trois régions : la première caractérisant le substrat, la seconde région de croissance, donnant les caractéristiques de la structure et la dernière, la saturation, caractérisant la couche. Nous avons aussi constaté l'existence des anomalies dans ces courbes. L'interprétation des résultats obtenus montre que ces phénomènes sont dues au rapport des vitesses couches/ substrat et à l'effet de la densité.

La deuxième partie de notre étude a été consacrée à l'investigation des couches minces d'hydroxyapatite déposées sur les substrats suivants : Ti, Ti<sub>6</sub>Al<sub>4</sub>V, 316L, CoCrMo, ZrO<sub>2</sub>, 45S5, nous avons démontré l'influence de l'épaisseur de la couche sur les paramètres acoustiques : R (θ), V (z), FFT, et les vitesses V<sub>R</sub>. Nous avons aussi étudié les courbes de dispersion de V<sub>R</sub>, ces dernières sont de type positif, dû à l'existence de l'effet de rigidité. Nous avons constaté l'apparition des différentes anomalies sur ces courbes. L'analyse quantitative des rapports acoustiques nous a permis de déterminer les deux causes principales de ces anomalies qui sont : l'effet de densité caractérisé par le rapport  $\rho_C / \rho_S$ , et l'effet de vitesse caractérisé par le rapport  $V_{RC} / V_{RS}$ . Si  $(\rho_C / \rho_S) > (V_{RC} / V_{RS})$ , on observe une anomalie présente comme concavité. Si  $(V_{RC} / V_{RS}) > (\rho_C / \rho_S)$ , on observe une anomalie présente comme convexité.

\*\*\*\*\*

**REFERENCES DE L'INTRODUCTION GENERALE**

- [1] A. Briggs, "Advances in Acoustic Microscopy" Ed, Pleunum Press, Oxford, **1**, (1995)
- [2] J. Attal, "L'age adulte du Microscope acoustique", Recherche, N°. 121, pp. 478-481, (1981).
- [3] L. W. Kessler and D. E. Yuhase, « Acoustice Microscopy-1979 », Proc. IEEE, **67**, 526-536, (1979).
- [4] Z. Hadjoub, « thèse de doctorat » (1993).
- [5] R. T. Beyer, S.V. Letcher « Physical ultrasonics » Aca Press, New-York (1969)
- [6] F. Hadjoub, « Microcaractérisation Acoustique des couches minces des Hétéropolysiloxanes et effet de charge sur les ondes de surface » thèse de Magister, Annaba, (1992)
- [7] M. Amlouk, M .A . Ben Said, N. Kamoun, S. Belgacem, N. Brunet, D. Barjon « Acoustic Properties of B-In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> thin films prepared by spray » J ,Appl, phys **38** pp 26- 30, (1999)
- [8] C. M. Agrawal, « Reconstructing the human body using biomaterials » JOM, 1998
- [9] A. Meddahi-Pellé , I. Bataille , P. Subra , D. Letourneur « Biomatériaux vasculaires : du génie biologique et médical au génie tissulaire » Médecine/sciences, **20** :679-84, (2004)
- [10] A. F. Schilling, S. Filke, S. Brinke, H. Korbmacher, M. Amling, J. M. Rueger « Osteoclastes And biomaterials » Eur J .Trauma, **32**,107-113 (2006)
- [11] E. Dietriche « Synthèse et études physico-chimiques de verres bioactifs denses et poreux. Applications en tant que biomatériaux en sites osseux » thèse de doctorat université de Rennes (2008).

**REFERENCES DU CHAPITRE I**

- [1] B. D. Ratner, A. S . Hoffman, F . J. Schoen et J. E. Lemons, « Biomaterials Science : an introduction to materials in medicine », academic press, San Diego 1996
- [2] A. Meddahi-Pellé, I. Bataille , P. Subra , D. Letourneur  
« Biomatériaux vasculaires : du génie biologique et médical au génie tissulaire »  
Médecine/sciences, **20** :679-84, (2004)
- [3] C. M. Agrawal, « Reconstructing the human body using biomaterials » JOM, 1998
- [4] J. LAO « Caractérisation par micro-faisceau d'ions des réactions physico-chimiques induites *in vitro* par des verres bioactifs nanostructurés élaborés par la méthode sol-gel » thèse de doctorat » université Blaise Pascal (2007).
- [5] R. Schmidt, « comportement des matériaux dans les milieux biologiques », traité des Matériaux, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 1999
- [6] D. Anwang « engineering blood-contact biomaterials by H-bond Grafting Modification » ADV plym SCI 209 :179-227 springer-v (2007)
- [7] R . Jian-ming, M . H Grant « biocompatibility evaluation in vitro part III : Cytotoxicity expression of human and animal osteoplasts on the biomaterials » J. CST Vol **8** (2001)
- [8] Williams D. F, Doherty P. J « Biomaterial-tissue interfaces » **V10**, Elsevier, Amsterdam P 525-533, (1992).
- [9] P. Exbrayat « la biocompatibilité des matériaux dentaires » Journal. Des biomatériaux Dentaires **13** 177-202 (1998)
- [10] R. Sivakumar « on the relevance and requirements of biomaterials » vol. **22** .647-655 Bull. Mater, Sci (1999).
- [11] E. Goyenvalle, O. Gauthier, J. M. Bouler, J. C. LE Nihouannen, G. Daculsi, et, E. Aguado « intérêts et limites des céramiques phosphocalciques en chirurgie orthopédique Vétérinaire » Revue méd.vét,**151**,4,291-302 (2000)
- [12] W. Cao , L. Hench « bioactive materials » ceramics internationale, **22** 493-507 (1996)
- [13] E. Dietriche « Synthèse et études physico-chimiques de verres bioactifs denses et poreux. Applications en tant que biomatériaux en sites osseux » thèse de doctorat l'Université de Rennes 1,(2008).

## Références bibliographiques

- [14] A. F. Schilling, S. Filke, S. Brinke, H. Korbmacher, M. Amling, J. M. Rueger « Osteoclastes And biomaterials » Eur J .Trauma, **32**,107-113 (2006)
- [15] H. Follet « caractérisation biomécaniques et modélisation de l'os spongieux humain » thèse de doctorat, INSA Lyon (2004).
- [16] D. Lacroix, J. A. Planell « Biomaterials : processing, characterization, and applications » LLC(2009)
- [17] E. Engel, O. Castano, E. Salvagni, M. P. Ginebra, J. A. Planell « biomaterials for tissue engineering of hard tissues » Springer ScienceBusiness Media LLC (2009).
- [18] P. Megrueis, A . Cazenave, R. Zimmermann, « biomechanics of bones and treatment of Fractures » EMC-Rhmatologie Orthopédie, **1**,64-93 (2004)
- [19] Yamada JM. "The strength of biological material". Baltimore: Williams and Wilkins, (1970).
- [20] Silva WA , Karram MM « Scientific basis of use of grafts during vaginal reconstructive Procedures » Curr Opin Obstet Gynecol ,**17** : 519-529 (2005)
- [21] K. H. Frosch, K. M. Sturmerl « Metallic Biomaterials in Skeletal Repair » Eur. J. Trauma **32** : 149-159 (2006)
- [22] R. M..Pilliar «Biomedical Materials : Metallic Biomaterials» R. Narayan (ed.), Springer Science+Business Media, LLC (2009).
- [23] J. Lévesque, D. Mantovani « les biomatériaux métalliques de l'industrie à la salle D'opération » le médecin du Québec : V **38**, N 8 (2003)
- [24] M. Niinomi « Recent metallic materials for biomedical application » Metallurgical And Materials transation , Vol **33** A (2002)
- [25] B. Cales « fracture des têtes de prothèse en zircone - comparaison avec des têtes Alumine » Maîtrise Orthopédique n°96 - août (2000)
- [26] B. Masson, M. Dietrich, J. Y. Lazennec, Y. Catonné « expérience et avenir de la céramique classique a la céramique composite » Maîtrise Orthopédique n°149 décembre (2005)
- [27] Y. Mahiat « La zircone cette méconnue » Stratégie prothétique février 2006. vol **6**
- [28] L. Lefebvre, L . Gremillard, J . Chevalier, R. Zenati, D. Bernache-Assolant « sintering Behaviour of 45S5 bioactive glass » Acta Biomaterialia 4 (2008) 1894–1903
- [29] A. R. Calafiori, G. Di Marco, G. Martino, M. Marotta « Preparation and characterization Of calcium phosphate biomaterials » J. Mater **18** : 2331-2338 (2007)

Références bibliographiques

- [30] V. I. Putlyaev, T. V. Safronova « A new generation of calcium phosphate biomaterials : The role of phase and chemical compositions » *Glass and Ceramics* **63** :99-102,2006
- [31] E. Goyenvalle, O. Gauthier, J. M. Bouler, J.C. Lenihouannen, G. Daculsi, E. Aguado « interets et limites des céramiques phosphocalciques en chirurgie orthopédique Vétérinaire » *Revue Méd. Vét.*, 2000, 151, 4, 291-302
- [32] Z. Legerosr « biodegradation and bioresorption of calcium phosphate ceramics» *Clinical Materials*, 1993, **14**, 65-88.
- [33] H. Pelletier, P. Mille, V. Nelea, I. Mihailescu, D. Muller « amélioration des propriétés Mécaniques de couches d'hydroxyapatite par mixage ionique à haute énergie» *matériaux Techniques* **94**,77-95 (2006) @ EDP science
- [34] T. N. Gardner, J. C. Elliott, Z. Sklar, G. A. D. Briggs « Acoustic microscope study of the Elastic properties of fluorapatite and hydroxyapatite tooth enamel and bone » *J. Biom- echmics* **25** 1265-1277 (1992)
- [35] K . A. Hing, S. M. Best, W. Bomfield « characterization of porous hydroxyapatite » *Journal Of material science* **10** (1999) 135-145
- [36] Yu. Zhang. Hokin H. K . Xu. Shozotakagi. Laurence C. Chow « in-situ hardening Hydroxyapatite-based scaffold for bone repair » *J.Mater sc : Mater Med* **17** : 437-445 (2006)
- [37] N. Patel, I. R. Gibson , S. KE, S. M. Best, W. Bonfield « Calcining influence on the powder Properties of hydroxyapatite » *J. Materials science : in Medicine*, **12**,181-188 (2001)
- [38] D. Zhang, A.Tamilselvan « Lattice energy and mechanical stiffness of hydroxyapatite » *J.Mater Sci : Mater Med* **18**, 79-87 (2007)
- [39] C. Chang, J. Shi, J. Huang, Z. Hu, C. Ding « Effect of power level on characteristics of Vacuum plasma sprayed hydroxyapatite coating » *J. of thermal spray technology* **7** 1998
- [40] J. Ma, C. H.Liang, L.B.Kong, C.Wang «colloidal characterization and electrophoretic Deposition of hydroxyapatite on titanium substrate » *J. Material science : Material in Medicine*, **14**, 797-801 (2003)
- [41] C. Kittel « physique de l'état solide » ed , Dunod Université, Paris (1983)
- [42] R. T. Beyer, S. V. Letcher « Physical ultrasonics » Aca Press, New-York (1969)
- [43] L. Rayleigh “on waves propagated along the plane surface of an élastique solid” *Proc. Lond. Math. Soc.* Vol **17**. P, 4-11, (1885).
- [44] H. L. Bertoni, T .Tamir « unified theory of Rayleigh angle phenoma for acoustic beams and liquide-solid interfaces » *App,Physics*, n°2 pp 157-172 (1973)

## Références bibliographiques

- [45] A. Briggs, « Acoustic Microscopy », Clarendon press, Oxford (1992)
- [46] Z. Hadjoub, « thèse de doctorat » (1993).
- [47] A. Briggs, “Advances in Acoustic Microscopy” Ed, Pleunum Press, Oxford, **1**, (1995)
- [48] A. Gacem, I. Beldi, F. Hadjoub, A. Dogmane, Z. Hadjoub, « étude des phénomènes Etranges de la propagation des ondes acoustiques dans les structures couches minces/ Substrat » congrès international en science et génie des matériaux, (Algeria, 1999)
- [49] F. Hadjoub, « Microcaractérisation Acoustique des couches minces des Hétéropolysiloxanes et effet de charge sur les ondes de surface » thèse de Magister, Annaba, (1992)
- [50] M. Amlouk, M. A . Ben Said, N. Kamoun, S. Belgacem, N. Brunet, D. Barjon « Acoustic Properties of B-In<sub>2</sub>S<sub>3</sub> thin films prepared by spray » J ,Appl, phys **38** pp 26-30, (1999)

## **REFERENCES DU CHAPITRE II**

- [1] P. Megrueis, A. Cazenave, R. Zimmermann, « biomechanics of bones and treatment of Fractures », EMC-Rhmatologie Orthopédie, **1**,64-93 (2004)
- [2] A. F. Schilling, S. Filke, S. Brinke, H. Korbmacher, M. Amling, J. M. Rueger « Osteoclasts and biomaterials » Eur J .Trauma, **32**,107-113 (2006)
- [3] H. Pelletier, P.Mille, V.Nelea, I.Mihailescu, D.Muller « amélioration des propriétés Mécaniques de couches d’hydroxyapatite par mixage ionique à haute énergie» matériaux Techniques **94**,77-95 (2006) @ EDP science
- [4] B. Cros, H. Nounah and J. Attal, ”Thin Solid Films”, Vol. **301**, P. 134, (1997).
- [5] A. Briggs, “Advances in Acoustic Microscopy” Ed, Pleunum Press, Oxford, **1**, (1995)
- [6] J. Kushibiki, T. Ishikawa, and N. Chubachi “cut-off characteristics of leaky sezawa and pseudo-sezawa wave modes for thin-film characterization” Appl.phys.Lett, **57**, (1990)
- [7] A. Briggs , « Acoustic Microscopy », Clarendon press, Oxford (1992)
- [8] J. L. Katz, K. Ukraincik, « on the anisotropic elastic properties of Hydroxyapatite » j-Biomechanic, **4** , 221-227 (1971)
- [9] ASM. Handbooks, New York, NY. R. F. Floral and S.T. Peters, « composite structures and technologies » tutorial notes, 1989 ; and manufacturers technical data sheets

- [10] R. Schmidt, « traité des matériaux 7 » Presses Polytechniques et universitaires Romandes (1999)
- [11] V. Rajendrant, A. N. Begum, M. A. Azooz, and F. H. El-Batal, " Microstructural dependence on relevant physical–mechanical properties on SiO<sub>2</sub>–Na<sub>2</sub>O–CaO–P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> biological glasses" *Biomaterials* **23**, 2002.
- [12] J. Kushibiki, N.Chubachi, IEEE, *Sonics Ultrason*, Su-32 (1985)
- [13] C. J. R. Shepard and T. Wilson "effect of high angles of convergence on V (Z) in the Scanning acoustic microscope" *Appl. Phys. Lett.* Vol. **38**, P. 858, (1981).
- [14] A. Doghmane, Z. Hadjoub, K. Alami, J. M. Saurel and J. Attal " effects of couplant Mass loading on the acoustic signature V (Z)" *J. Acoust. Soc. Am.* Vol. 92, (1992).
- [15] Z.Hadjoub, A.Doghmane, R.Caplain, J.M.Saurel, and J.Attal « acoustique microscopy Investigations of nonplanar surfaces » *Electron, lett*, **27**, (1991)
- [16] A. Gacem, I. Beldi, F. Hadjoub, A. Dogmane, Z. Hadjoub, « étude des phénomènes Etranges de la propagation des ondes acoustiques dans les structures couches minces/ Substrat » *congres international en science et génie des matériaux*, (Algeria, 1999).
- [17] Z. Hadjoub, I. Beldi, A. Doghmane « origin and quantification of anomalous behaviour in Velocity dispersion curves of stiffening layer/substrate configurations » *science direct*, **3**, (2007), 948-954
- [18] Z. Hadjoub, « thèse de doctorat » (1993).

### REFERENCES DU CHAPITRE III

- [1] M. C. Sunny, P. Ranesh, H. K. Varma « microstructured microspheres of hydroxyapatite bioceramic » *journal of materials science* **13** (2002) 623-632
- [2] O. Prokopiev, I. Sevotianov, J.Genin, S. Munson Megee, C. Woodward « microstructure And elastic properties of sintered hydroxyapatite » *international journal of fracture* **130** : L183-L190 (2004)
- [3] K . A. Hing, S. M. Best, W. Bomfield « characterization of porous hydroxyapatite » *Journal Of material science* **10** (1999) 135-145
- [4] Yu. Zhang. Hokin H. K . Xu. Shozotakagi. Laurence C. Chow « in-situ hardening Hydroxyapatite-based scaffold for bone repair » *J.Mater sc : Mater Med* **17** : 437-445 (2006)
- [5] H. Pelletier, P. Mille, V. Nelea, I. Mihailescu, D. Muller « amélioration des propriétés Mécaniques de couches d'hydroxyapatite par mixage ionique à haute énergie» *matériaux Techniques* **94**,77-95 (2006) @ EDP science

- [6] A. Briggs, « Acoustic Microscopy », Clarendon press, Oxford (1992)
- [7] F. Hadjoub, « Microcaractérisation Acoustique des couches minces des Hétéropolysiloxanes et effet de charge sur les ondes de surface » thèse de Magister, Annaba, (1992)
- [8] A. Gacem, I. Beldi, F. Hdjoub, A. Dogmane, Z. Hadjoub, « détermination de l'épaisseur des couches minces par contrôle non destructif » séminaire national sur l'automatique et les Signaux SNAS'99, 9-10 novembre (1999) Annaba
- [9] Z. Hadjoub, « thèse de doctorat » (1993).
- [10] Y. Leng, C. Zhang, X. Zhang « determination of elastic / plastic behavior Of Hydroxyapatite coatings on titanium implant » © (2000) society for biomaterials Sixth world biomaterials congresse transactions 977.
- [11] Z. Hadjoub, I. Beldi, M. Bouloudnine, A. Gacem, and A. Doghmane. « thin film Loading effect on SAW velocity dispersion » Electron. Lett. **34** (3), 313(1998)
- [12] L. M. Brekhovskikh, « Wave in Layerd Media » Academic Press. New York, (1980)
- [13] L. M. Brekhovskikh, O. A . Godin, « Acoustics of Layerd Media I », Springer-verlag, Berlin, (1990)
- [14] I. Touti ; Z. Hadjoub, A. Dogmane « investigation of elastique properties of  $AL_2O_3$  Layers on SIC substrates via acoustic microscopy », the firste international conference On MD2PS, Monastir-Tunisia, 25-27 (2004)
- [15] A. Gacem, I. Beldi, F. Hadjoub, A. Dogmane, Z. Hadjoub, « étude des phénomènes Etranges de la propagation des ondes acoustiques dans les structures couches minces/ Substrat » congres international en science et génie des matériaux, (Algeria, 1999).
- [16] Z. Hadjoub, I. Beldi, A. Doghmane « origin and quantification of anomalous behaviour in Velocity dispersion curves of stiffening layer/substrate configurations » science direct, **3**, (2007), 948-954

\*\*\*\*\*