

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la recherche Scientifique

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Badji Mokhtar Annaba University
Université Badji Mokhtar – Annaba

Faculté de Technologie

Département Métallurgie



جامعة باجي مختار –

عنابة

كلية

التكنولوجيا

قسم التعدين

Thèse

Présentée pour obtenir le diplôme de

Doctorat Troisième Cycle

Filière : Métallurgie

Spécialité : Ingénierie des matériaux et des surfaces

Par :

ATTABI Selma

Thème :

**Caractérisation des surfaces du biomatériau 316L,
modifiées par brunissage.**

Thèse soutenue le 18/12/2022 devant le jury composé de :

N°	Nom et prénom	Grade	Etablissement	Qualité
01	Zahzouh Moussa	Prof.	Université Badji Mokhtar -Annaba	Président
02	Himour Abdelaziz	Prof	Université Badji Mokhtar -Annaba	Rapporteur
03	Mokhtari Majda	MCA	Université Larbi Ben M'hidi-OEB	Co-rapporteur
04	Mebarek Abdelmalek	Prof	Université Badji Mokhtar -Annaba	Examineur
05	Benoudia Mohamed Cherif	Prof	Ecole nationale supérieure des mines et métallurgie-Annaba	Examineur
06	Gharbi Amel	MRA	Centre de recherche en technologies industrielles-Annaba	Examineur

Dédicaces

A mes chers parents

A ma petite famille, mon cher mari et mes chers Rym et Youcef

A toutes mes sœurs et mon plus cher frère et à leurs enfants

A toutes mes amies

A la mémoire de mon beau-père

Remerciements

*Je tiens à remercier en premier lieu, et avec toute ma gratitude, mon directeur de thèse **A.HIMOUR**, Professeur au département de métallurgie de l'université Badji Mokhtar Annaba, pour son soutien, pour son temps consacré avec moi, et pour son aimable encouragement. Ces quelques lignes sont insuffisantes à exprimer ma reconnaissance pour la confiance qu'il m'a témoignée.*

*Je remercie également mon co-directeur de thèse **Mme M.MOKHTARI**, Enseignante au département de physique de l'université Larbi Ben M'hidi d'Oum El Bouahgi, pour son gracieux accueil, son aide, et son soutien.*

*Je remercie vivement Monsieur : **M. ZAHZOUH**, Professeur au Département de métallurgie à l'université Badji Mokhtar Annaba, pour m'avoir fait l'honneur d'accepter de présider le jury.*

*Mes remerciements vont également aux membres du jury qui m'ont fait l'honneur d'avoir accepté de juger ce travail : Monsieur **A. MEBAREK** Professeur au Département de métallurgie de l'université Badji Mokhtar Annaba, d'avoir accepté d'examiner ce travail. **M-C.BENOUDIA** professeur à l'école nationale supérieure des mines et de métallurgie "ENSMM" d'Annaba qui a accepté avec amabilité d'examiner ce travail et pour son soutien précieux. Madame **A.GHARBI**, MCA au centre de recherche en technologies industrielles Crti qui a bien accepté d'être membre du jury.*

*J'exprime mes remerciements les plus sincères à Monsieur **L.LAOUAR**, professeur au département de mécanique de l'université Badji Mokhtar Annaba, pour son aide, son aimable soutien et pour ses précieux conseils. Merci à tous qu'il m'a appris sur les traitements mécaniques de surface et la modélisation des expériences. Un grand merci pour m'avoir permis à réaliser ce travail de la manière dont j'ai voulu qu'elle soit. La bonne réussite de ce travail de thèse est profondément liée à ses pertinents conseils.*

Je remercie vivement Monsieur A. MOTALLEBZADEH, docteur au centre de recherche des sciences et technologies de la surface à l'université Koç (KUYTAM) de m'avoir accueillie au sein de son groupe de recherche, de son aide précieuse et de sa contribution, qui a abouti à la réalisation de différents essais de caractérisation.

Je tiens à remercier ma très chère grande famille et petite famille pour m'avoir soutenue tout au long de ce travail.

"توصيف الأسطح لمادة 316L الحيوية بعد تعديله بالتلميع"

الملخص:

يتم استخدام الفولاذ المقاوم للصدأ 316L ، الذي كان موضوع هذا العمل، في قطاعات صناعية مختلفة لتصنيع مجموعة واسعة من المنتجات من بينها الأطراف الاصطناعية الكاملة للورك و ذلك بفضل الخصائص الجوهرية للتوافق الحيوي و سلوك التآكل. مع ذلك فإن السطح لا يتمتع بمقاومة كافية للتآكل، مما يجد من موثوقيتها. هذا المشكل يجبر المرضي المزروعين على عمليات مراجعة أكثر تعقيدا و تكلفة. للتغلب على هذه المشكلة، تم تطبيق العديد من الحلول، بما في ذلك الصقل و التشكيل الميكانيكي و التي يتم تطبيقها لتحسين خشونة السطح و الصلابة الدقيقة، و بالتالي تعزيز مقاومة التآكل. تم تناول هذه المشكلة في هذا العمل بناء على طريقة سطح الاستجابة التي تسمح بتحسين خشونة و صلابة السطح . يتم تأكيد النماذج المستخدمة عن طريق اختبارات التحقق. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن الخشونة تقل في المتوسط من 1.13 ميكرومتر إلى 0.17 ميكرومتر و أن الصلابة الدقيقة تتزايد من 323.4 إلى 490.7. و قد أزال النظام الأمثل الآثار المتبقية من الدوران. بالإضافة إلى ذلك أثناء معالجة الصقل الثانية في ظل حالة من عدد التمريرات مساوي ل 3 تم تحسين جميع جميع معلومات خشونة السطح و علاوة على ذلك تم تقليل حجم التآكل و معامل الاحتكاك. تحليل مسارات التآكل و صور AFM تؤكد هذه النتيجة. أما بالنسبة للصلابة الدقيقة فقد زادت دون حد لعدد التمريرات و تضرع القيم العالية لمعامل يونج و الصلابة النانوية إلى توطيد تكامل السطح.

كلمات مفتاحية: التلميع، 316L، مفصل الورك الاصطناعي، الخشونة، الصلابة الدقيقة، معامل الاحتكاك، حجم التآكل.

**« Caractérisation de surfaces du biomatériau 316L; modifiées par
brunissage »**

Résumé :

L'acier inoxydable 316L, qui a fait l'objet de ce travail, est utilisé dans différents secteurs industriels pour la fabrication d'une large gamme de produits. Entre-autre, il est fortement conseillé pour la réalisation de prothèses totales de hanche, grâce à ses propriétés intrinsèques de biocompatibilité et de comportement à la corrosion. Toutefois, l'implant présente une résistance à l'usure insuffisante, ce qui limite sa fiabilité. Cet inconvénient contraint les patients implantés à des opérations de révision plus complexes et coûteuses; Pour palier ce problème, plusieurs solutions ont été expérimentées, parmi lesquelles le brunissage, un procédé mécanique de formage, appliqué dans l'étape de finition pour améliorer la rugosité et la microdureté de surface, et par conséquent, consolider la résistance à l'usure. Cette problématique est traitée dans ce travail, en se basant sur la méthode de surface de réponse permettant l'optimisation de la rugosité et de la microdureté. Les modèles utilisés sont confirmés par des tests de validation.

Les résultats obtenus montrent que la rugosité est réduite en moyenne de $1,13 \mu\text{m}$ à $0,17 \mu\text{m}$, et la microdureté a augmenté de $323,4\text{Hv}$ à $490,7 \text{Hv}$, et le régime optimale a supprimé les traces laissées par le tournage. En outre, lors d'un deuxième traitement de brunissage, sous la condition d'un nombre de passes $i=3$, tous les paramètres de rugosité de surface ont été améliorés, davantage, de même, le volume d'usure a été réduit, le coefficient de frottement, l'analyse des pistes d'usure et les images AFM confirment ce résultat. Quant à la microdureté, elle a augmenté sans condition de limite du nombre de passes, les valeurs relativement élevées du module de Young et de la nanodureté indiquent une consolidation de l'intégrité de la surface.

Mots clés : brunissage, AISI 316L, prothèse totales de hanche, rugosité, microdureté, coefficient de frottement, volume d'usure.

**« Characterization of surfaces of biomedical 316L; modified by
burnishing»**

Abstract :

The 316L stainless steel, which has been the subject of this work, is used in different industrial sectors for the manufacture of a wide range of products. Among other things, it is strongly recommended for the production of total hip prostheses, thanks to its intrinsic properties of biocompatibility and corrosion behavior. However, the implant has insufficient resistance to wear, which limits its reliability. This drawback forces implanted patients to more complex and costly revision operations; To overcome this problem, several solutions have been tested, including burnishing, a mechanical forming process, applied in the finishing step to improve surface roughness and microhardness, and therefore, to consolidate wear resistance. . This issue is addressed in this work, based on the response surface method allowing the optimization of roughness and microhardness. The models used are confirmed by validation tests.

The results obtained show that the roughness is reduced on average from 1.13 μm to 0.17 μm , and the microhardness has increased from 323.4 Hv to 490.7 Hv, and the optimum regime has removed the traces left by turning. In addition, during a second burnishing treatment, under the condition of a number of passes $i=3$, all the surface roughness parameters were improved, further, also the wear volume was reduced, the coefficient of friction, the analysis of the wear tracks and the AFM images confirm this result. As for the microhardness, it increased without limit condition of the number of passes, the relatively high values of the Young's modulus and the nanohardness indicate a consolidation of the integrity of the surface.

Key words : burnishing, AISI 316L, total hip prosthesis, roughness, microhardness, friction coefficient, wear volume.

Table des matières

Dédicaces.....	i
Remerciements	ii
الملاحص	iv
Résumé.....	v
Abstract	vi
Table des matières.....	vii
Liste des figures	xi
Liste des tableaux	xv
Introduction générale.....	1
Chapitre I: État de l'art des biomatériaux	4
I.1. Introduction.....	5
I.2. Biomatériaux.....	5
I.2.1. Définition	5
I.2.2. Types de biomatériaux.....	6
I.3. L'acier inoxydable AISI 316L.....	7
I.4. Prothèses de hanche - nécessité et problèmes liés	10
I.4.2. Évolution de la prothèse totale de hanche et les matériaux employés.....	12
I.4.3. Types de remplacement de la hanche	15
I.4.4. Couples de frottement.....	15
I.5. Échec des prothèses totales de hanche	17
I.5.1. Luxation	17
I.5.2. Descellement	17
I.5.3. Usure.....	18
I.6. Aspects de surface géométriques et physiques	20
I.6.1. La surface	20
I.6.2. Intégrité de surface	21
I.6.2.1. Caractéristiques topographiques.....	21
a. La rugosité	22
b. Paramètres de rugosité	22
I.6.2.2. Caractéristiques mécaniques	27

a. La dureté superficielle	27
b. Les contraintes résiduelles.....	28
I.6.2.3. Intérêt de l'intégrité de surface pour les prothèses totales de hanche	30
I.7. Traitements mécaniques de surface	32
II.7.1. Le principe de brunissage	33
II.7.2. Paramètres du traitement.....	35
a. Effet des paramètres de brunissage sur la rugosité	35
b. Effet des paramètres de brunissage sur la microdureté.....	37
c. Effet des paramètres de brunissage sur les contraintes résiduelles	38
d. Effet des paramètres de brunissage sur l'usure	40
I.8. Conclusion	42
Chapitre II: Matériels & Techniques Expérimentales	43
II.1.Introduction.....	44
II. 2.Matériau d'étude	44
II.2.1. Composition chimique	44
II.2.2. Caractéristiques mécaniques et structurales.....	45
II.3. Méthodologie expérimentale	47
II.3.1. Première partie : traitement par brunissage et optimisation de la rugosité et de la microdureté.....	47
II.3.2. Deuxième partie :traitement par brunissage et optimisation de la résistance à l'usure	51
II.4. Préparation des échantillons	51
II.4.1. Machine outil	51
II.4.2. Outil de brunissage	52
II.4.3. Opérations de traitement: préparation de la barre d'essai.....	53
II.4.3.1. Processus de tournage.....	53
II.4.3.2. Processus de brunissage.....	54
II.5.Mesures et caractérisation	57
II.5.1. Mesure de rugosité	57
II.5.2. Mesure de la microdureté	59
II.5.3. Test tribologique	60
II.5.4. Microscopie électronique à balayage.....	62
II.5.5. Microscopie à force atomique AFM.....	63
II.5.6. Mesures par nanoindentation	65

II.5.7. Diffraction à rayons X	68
II.6. Conclusion	70
Chapitre III: Résultats & Discussions	72
III.1. Introduction	73
III.2. Premier traitement de brunissage " Brunissage I "	73
III.2.1. Effet du traitement sur la rugosité Ra et la microdureté Hv.....	74
III.2.3. Discussion.....	76
III.2.4. Modèles mathématiques des réponses de sortie	77
II.2.5. Effet des interactions des paramètres de brunissage sur la rugosité Ra	79
II.2.6. Effet des interactions des paramètres de brunissage sur la microdureté Hv.....	81
II.2.7. Validation des modèles.....	83
III.3. Effet du régime optimal sur la rugosité.....	83
III.3.1. Effet sur le profil de surface et paramètres de rugosité 2D	83
III.3.2. Effet sur la topographie de surface et paramètres de rugosité 3D:	84
III.4. Effet du régime optimale correspondant à la microdureté Hv	86
III.5. Deuxième traitement de brunissage "Brunissage II"	87
III.5.1. Effet du brunissage II sur les caractéristiques topographiques du 316L.....	88
III.5.1.1. Effet sur le paramètre de rugosité Ra.....	88
III.5.1.2. Effet sur le profil de surface et les paramètres de rugosité 2D	89
III.5.1.3. Effet sur la topographie de surface 3D et les paramètres de rugosité 3D.....	91
III.5.1.4. Effet sur le comportement tribologique du 316L.....	95
a) Mesure du coefficient de frottement.....	95
b) Topographie des pistes d'usure.....	97
c) Taux d'usure	99
d) Morphologie des pistes d'usure	102
III.5.1.5. Topographies identifiées par AFM	104
III.5.1.6. Analyse par diffraction à rayons X	106
III.5.2. Effet du brunissage II sur le durcissement du 316L	107
III.5.2.1. Effet sur la microdureté superficielle	107
III.5.2.2. Effet sur la profondeur de durcissement.....	108
III.5.2.3. Effet sur le comportement tribologique du 316L.....	109
a) Mesures du coefficient de frottement	109
b) Topographie des pistes d'usure.....	112
c) Taux d'usure	114

d) Morphologie des pistes d'usure	115
III.5.2.4. Propriétés mécaniques obtenues par nano-indentation	117
III.5.2.5. Analyse par diffraction aux rayons X.....	119
III.6. Conclusion.....	120
Conclusion générale	122
Références bibliographiques	126

Liste des figures

Figure I.1. Schéma montrant la filiation de la nuance 316L à partir de la nuance 304L [11].	7
Figure I.2. Une prothèse totale de hanche [27]	12
Figure I.3. Prothèse totale de hanche de type Charnley, métal/polyéthylène à haute densité [30]	13
Figure I.4. Différents couples de frottements [56]	17
Figure I.5. Schéma de l'usure adhésive [62]	18
Figure I.6. Schéma représentatif de l'abrasion à deux corps et à trois corps [62]	19
Figure I.7. Différentes couches observables sur la surface d'un métal [65]	20
Figure I.8. Schéma indiquant le profil d'une surface réelle [68]	21
Figure I.9. Différentes défauts de surface [69]	22
Figure I.10. Schéma représentatif du profil de surface	22
Figure I.11. Termes normalisés utilisés dans le calcul des paramètres de rugosité	23
Figure I.12. L'écart arithmétique moyen Ra [70]	24
Figure I.13. Taux de longueur portante évalué sur la courbe d'Abbott-Firestone [73]	25
Figure I.14. Coefficient de symétrie "Sk" [71]	26
Figure I.15. Coefficient d'aplatissement "Sk" [71]	26
Figure I.16. Paramètres fonctionnels de volume d'une surface [68]	27
Figure I.17. Effet de la rugosité Ra sur : a) le taux d'usure; b) le coefficient de frottement des céramiques (Al ₂ O ₃ , ZrO ₂) et alliages métalliques (acier inoxydable, Co-Cr, Co-Cr-Mo) [83]	31
Figure I.18. Schéma du principe du procédé de brunissage [86]	34
Figure I.19. Schéma des effets du galetage sur les différents paramètres d'état de la couche superficielle de la surface traitée [87]	34
Figure II.1. Microscope optique utilisé pour l'observation métallographique	46
Figure II.2. Microstructure de l'acier inoxydable 316L	47
Figure II.3. Schéma exprimant le principe de l'expérimentation	48
Figure II.4. Organigramme de calcul	50
Figure II.5. Tour parallèle 1A616.	52
Figure II.6. Outil de brunissage : a) dispositif; b) différentes billes utilisées	52

Figure II. 7. Étalonnage de la force à appliquer.....	53
Figure II. 8. Opération de tournage.....	54
Figure II. 9. Principe de l'expérimentation	55
Figure II. 10. Opération de brunissage	56
Figure II. 11. Découpage des échantillons.....	57
Figure II. 12. Principe de fonctionnement de la plateforme métrologique.....	58
Figure II. 13. Plateforme métrologique Altisurf 500.....	59
Figure II. 14. Microduromètre Innovatest	60
Figure II. 15. Principe d'une mesure par un tribomètre bille sur disque [126].....	61
Figure II. 16. Tribomètre CSM instruments	62
Figure II.17. Interactions électrons-matière du microscopie électronique à balayage	62
Figure II. 18. Microscope électronique à balayage utilisé.....	63
Figure II. 19. Principe du microscope à force atomique [128]	64
Figure II. 20. Microscope à force atomique.....	65
Figure II. 21. Système de nanoindentation instrumenté [130].....	66
Figure II. 22. Représentation schématique de la courbe typique de nanoindentation "charge- profondeur" [131].....	66
Figure II. 23. Nano-indenteur	68
Figure II. 24. Illustration de la condition de Bragg [134].....	69
Figure II. 25. Diffractomètre bruker D8 advance	70
Figure II. 26. Résumé des étapes de l'expérimentation	71
Figure III. 1. Les surfaces préparées par brunissage I.....	73
Figure III. 2. Effet de brunissage I sur la rugosité Ra du 316L.....	75
Figure III. 3. Effet de brunissage I sur la microdureté Hv du 316L.....	75
Figure III. 4. Taux d'amélioration de Ra et de Hv après brunissage pour chaque expérience.	76
Figure III. 5. Effet du traitement de brunissage sur la rugosité Ra: (a) $D_b = 7$ mm, (b) $D_b = 10$ mm, (c) $D_b = 13$ mm.....	80
Figure III. 6. Effet de traitement de brunissage sur la microdureté Hv: (a) $D_b = 7$ mm, (b) $D_b = 10$ mm, (c) $D_b = 13$ mm.....	82
Figure III. 7. Propriétés de rugosité 2D :(a) Profil de la surface tournée; (b) Profil de la surface traitée; (c) Paramètres R_q , R_k , R_{pk} , R_{vk} ; (d) Paramètres RSM et R_{mr}	84
Figure III. 9. Effet du régime optimal de Ra sur les paramètre: (a) S_a , S_q ; (b) S_{sk} , S_{ku} ; (c) paramètre de volume; (d) S_{dr}	85

Figure III. 8. Topographie 3D: (a) surface tournée, (b) surface traitée.....	85
Figure III. 10. Evolution du durcissement engendré par le régime optimal correspondant à la microdureté	87
Figure III. 11. Évolution de la rugosité Ra en fonction de nombre de passes (i).....	88
Figure III. 12. Profils de surface après traitement par brunissage: (a) 1 passe, (b) 2 passes, (c) 3 passes, (d) 4 passes et (e) 5 passes.....	89
Figure III. 13. Effet de la variation du nombre de passes sur les paramètres de rugosité 2D: (a) Rq, Rk, Rpk et Rvk; (b) RSM et Rmr	91
Figure III 14. La topographie des surfaces traitées: (a) i=1, (b) i=2, (c) i=3, (d) i=4 et (e) i=5.	92
Figure III. 15. Effet de la variation du nombre de passes sur les paramètres de rugosité 3D: (a) Sa, Sq; (b) Ssk, Sku; (c) Vmp, Vmc, Vvc, Vvv et (d) Sdr	94
Figure III. 16. Signification des paramètres tribologiques de rugosité 3D [142]	94
Figure III. 17. Coefficients de frottement des surfaces traitées par brunissages: (a) 01 passe; (b) 02 passes; (c) 03 passes; (d) 04 passes et (e) 05 passes	96
Figure III. 18. Coefficients de frottement de la surface tournée et des surfaces traitées avec augmentation du nombre de passes jusqu'à i=5.....	97
Figure III. 19. Pistes de frottement de la surface tournée (a) et des Surfaces traitées: (b) i=1; (c) i=2; (d) i=3; (e) i=4; (f) i=5.....	98
Figure III. 20. Taux d'usure de la surface tournée et des surfaces traitées par brunissage ...	100
Figure III. 21. Morphologies des pistes d'usure: (a) surface tournée; (b) surface traitée avec i=1 et (c) surface traitée avec i=3.	104
Figure III. 22. Images AFM des surfaces traitées par brunissages: (a) (c) (e) images 2D correspondantes à la surface non traité, i=1 et i=3 respectivement; (b) (d) (f) images 3D correspondantes à la surface non traité, i=1 et i=3 respectivement	105
Figure III. 23. Spectres de diffractions des échantillons testés.....	106
Figure III. 24. Variation de la microdureté Hv du 316L par brunissage en fonction du nombre de passes	108
Figure III. 25. Distribution de la microdureté en profondeur de la surface traitée par brunissage: (a) 1 passe; (b) 2 passes; (c) 3 passes; (d) 4 passes et (e) 5 passes	109
Figure III. 26. Coefficients de frottement des surfaces traitées par brunissages: (a) 01 passe; (b) 02 passes; (c) 03 passes; (d) 04 passes et (e) 05 passes.....	111
Figure III. 27. Coefficients de frottements des surfaces testées au frottement	112

Figure III. 28. Pistes de frottement et profils de surface 2D de la surface tournée (a) et des surfaces traitées: (b) $i=1$; (c) $i=2$; (d) $i=3$; (e) $i=4$ et(f) $i=5$	113
Figure III. 29. Coefficients de frottement des surfaces testées à l'usure	115
Figure III. 30. Morphologies des pistes d'usure de: (a) surface tournée; (b) surface traitée avec $i=1$; (c) surface traitée avec $i=3$	116
Figure III. 31. Courbes charge-profondeur des surfaces testées par nano-indentation.....	118
Figure III. 32. Valeurs de nanodureté et du module de Young des surfaces testées par nanoindentation	118
Figure III. 33. Spectres de diffraction des échantillons testés	119

Liste des tableaux

Tableau I.1: Caractéristiques de l'acier inoxydable 316L	8
Tableau I 2. Différentes origines des contraintes résiduelles pour les opérations de mise en œuvre couramment utilisées dans l'industrie [77].....	30
Tableau II. 1. Composition chimique de l'acier inoxydable 316L étudié.....	45
Tableau II. 2. Propriétés mécaniques de l'acier 316L étudié	45
Tableau II. 3. Plan de Box-Behnken pour trois facteurs	49
Tableau II. 4. Paramètres du régime de tournage	54
Tableau II. 5. Niveaux des facteurs de brunissage.....	55
Tableau II. 6. Matrice d'expériences	56
Tableau II. 7. Conditions d'essai de nanoindentation.....	68
Tableau III. 1. Résultats de rugosité Ra et microdureté Hv après brunissage I.....	74
Tableau III. 2. Résultats de l'optimisation du Ra.....	78
Tableau III. 3. Résultats de l'optimisation du Hv	78
Tableau III. 4. Valeurs simulées et valeurs mesurées de Ra et de Hv	83
Tableau III. 5. Propriétés géométriques des pistes d'usure.....	99
Tableau III. 6. Valeurs de FWMH des échantillons testés par DRX.....	107
Tableau III. 7. Propriétés géométriques des profils 2D des pistes d'usure	113
Tableau III. 8. Valeurs du FWMH des échantillons testés par DRX.....	120

Introduction générale

Depuis leur application dans le domaine de la chirurgie médicale, les biomatériaux se sont avérés d'excellents moyens pour améliorer la qualité et l'espérance de vie des patients ; parmi lesquels les implants orthopédiques, notamment les prothèses totales de hanche (PTH), permettent de réparer l'articulation de la hanche en termes de mobilité, stabilité et soulagement des douleurs associées. Bien que les résultats fussent exceptionnels et avantageux, néanmoins la durée de vie des implants demeure limitée généralement entre 10 et 20 ans ; ceci pose un problème sérieux, complexe et coûteux de révision de l'implant incorporé. Pour cette raison, les chercheurs et les industriels sont constamment préoccupés par l'augmentation de la durabilité de ces implants.

Il est à noter que, parmi les causes principales des échecs des prothèses totales de hanche, l'usure par frottement entre les couples en mouvement est fréquente. En fait, ce sont les débris d'usure provoqués par le frottement qui entraînent la luxation et le descellement qui sont à la base des reprises des PTH : prenant en compte les mouvements quotidiens d'un patient ayant bénéficié d'une prothèse, les composants de cette dernière se retrouvent exposés à un phénomène de friction permanent. Au fur et à mesure, la prothèse se dégrade et perd ses performances. La conséquence implique une nouvelle intervention chirurgicale.

Pour palier ce problème, l'approche est orientée vers l'étude approfondie des biomatériaux constituant les implants orthopédiques. Un bon fonctionnement d'un implant dépend considérablement des performances du matériau de base. Ainsi, parmi les biomatériaux qui sont fortement conseillés pour les prothèses de hanche, l'acier inoxydable 316L est un bon exemple ; à cet effet, il fait l'objet de ce travail. Son excellente biocompatibilité et ses bonnes propriétés mécaniques font de lui un matériau de choix pour la fabrication de vis, tiges ou têtes d'articulations. Toutefois, le 316L présente des propriétés tribologiques insuffisantes, limitant ainsi son utilisation dans le domaine orthopédique.

En effet, le comportement au frottement de l'implant est fortement lié à la qualité de surface. Cette dernière présente des propriétés physiques et géométriques responsables de sa tenue à l'usure, la corrosion et la fatigue. Ainsi, la durée de vie des prothèses de hanche est conditionnée par les propriétés des couches superficielles exposées aux sollicitations, en particulier d'usure.

Pour renforcer sa résistance, plusieurs techniques de dépôts et de traitements de surfaces sont envisagées, parmi lesquels le brunissage ; un procédé simple et non coûteux qui consiste à déformer plastiquement la surface du matériau. Bien que ce traitement ait été utilisé dans plusieurs expérimentations, son impact sur l'acier 316L est peu exploré. Pour cette

raison, l'objectif de ce travail est d'étudier la réponse de l'acier inoxydable 316L vis-à-vis de ce traitement de brunissage en termes de qualité de surface et de résistance à l'usure.

Ce manuscrit est organisé en trois chapitres.

Dans le premier chapitre, est présenté une étude théorique sur les prothèses de hanche à base d'acier inoxydable 316L, les problèmes liés à sa dégradation et les solutions généralement suggérées. Les aspects de surface géométriques et physiques sont également présentés, suivies d'une explication du principe de brunissage. La fin du chapitre comprend une présentation des travaux de recherche ayant étudié l'influence des paramètres de traitement sur les propriétés du matériau traité, à savoir la rugosité, la microdureté et la résistance à l'usure.

Le deuxième chapitre traite du matériau étudié ainsi que de la méthodologie expérimentale suivie. La modélisation des réponses, étudiée (rugosité Ra, microdureté Vickers Hv) par l'approche des plans d'expériences (plan de BOX-Behnken), est donc présentée. Le matériel, comprenant les machines et les outils, est décrit ; suivi ensuite d'une présentation des équipements de caractérisation et des instruments de mesure utilisés.

Le troisième chapitre regroupe l'ensemble des résultats trouvés et leur interprétation. La première partie expose les résultats du premier traitement de brunissage optimisant la rugosité Ra et la microdureté Hv, suivie par la deuxième partie qui regroupe les résultats du deuxième traitement de brunissage relatif à améliorer de la résistance à l'usure du 316 L.

Pour terminer, nous mettons en évidence les principales conclusions ; sont annexées à la fin quelques perspectives à envisager pour la continuité de ce travail sur la base des résultats obtenus.

Chapitre I: État de l'art des
biomatériaux

I.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons une étude bibliographique de travaux antérieurs, en relation avec le présent travail. La théorie présentée concerne les prothèses de hanche à base d'acier inoxydable 316L, les problèmes liés à sa dégradation et les solutions généralement suivies.

En premier lieu, nous entamons le domaine des biomatériaux, et plus précisément les prothèses de hanche en tant qu'implants orthopédiques dont l'acier inoxydable 316L représente un matériau très conseillé pour la fabrication. Le problème de dégradation de ces prothèses, à cause de la faible résistance à l'usure de cet acier, est aussi détaillé.

Parce que le phénomène d'usure est un problème large et dépendant de plusieurs facteurs, nous détaillons en deuxième lieu ce sujet. Par ailleurs, parmi les facteurs qui influent directement sur l'usure, la rugosité et la microdureté de surface sont considérées comme des éléments d'impact direct sur le frottement et la dégradation des surfaces de biomatériaux. Pour cela, ces deux paramètres sont suffisamment expliqués dans cette partie, ainsi que leur effet sur le comportement tribologique de la prothèse de hanche.

Dans la troisième section de ce chapitre, nous présentons l'ensemble des solutions trouvées pour diminuer la dégradation des surfaces par usure, et plus précisément, nous nous concentrons sur la modification de ces surfaces par traitement mécanique de brunissage. Bien que ce dernier soit très efficace dans ce but, néanmoins sa pertinence reste conditionner par la maîtrise des paramètres expérimentaux appliqués. En effet, une synthèse bibliographique des travaux ayant trait à l'effet de ces paramètres du processus sur les propriétés finales des surfaces est présentée.

I.2. Biomatériaux

I.2.1. Définition

Un biomatériau est défini par Williams DF, comme une substance naturelle ou synthétique, susceptible d'être en contact avec un système biologique et d'interagir intimement avec lui [1]. L'objectif principal de l'utilisation des biomatériaux [2] est la restauration de la fonction des tissus vivants ou organes, servant à l'amélioration de la santé humaine. Afin de bien accomplir cette fonction, plusieurs types des biomatériaux sont apparus. Quelque soit le type de biomatériau développé, la première exigence à son implantation est sa biocompatibilité avec le corps humain ; en plus, deux autres facteurs principaux contribuent à

sa performance: (i) le facteur industriel, lié à ses propriétés mécaniques, chimiques et tribologiques, et (ii) le facteur chirurgical concernant l'état de santé du patient et la compétence du chirurgien [3,4].

I.2.2. Types de biomatériaux

Depuis leur découverte, divers biomatériaux ont évolués et apparus. Leur classification se base le plus souvent selon leur nature (naturels, métaux et alliages métalliques, polymères et céramiques).

a. Les métaux et alliages

Ce sont les premiers et les plus reconnus biomatériaux, utilisés dans les implants biomédicaux. Ils ont connu un grand succès grâce à leurs meilleures propriétés mécaniques par rapport à celles des céramiques et des polymères. Le "Sherman Vanadium Steel" était le premier acier utilisé dans des applications biomédicales en 1926, en tant que vis de fixation des fractures osseuses [5]. Mais, il a été rapidement remplacé par les aciers inoxydables à cause de sa faible résistance à la corrosion en milieu physiologique. Ensuite, sont apparus dans les différents domaines de l'implantologie, les alliages à base de titane, de nickel et de cobalt qui sont employés à ce jour.

b. Les polymères

Grâce à leur usinage facile, les élastomères et les plastiques sont largement utilisés pour fabriquer des composants spécifiques des implants. La semblance de certains polymères avec les composants polymériques naturels du corps humain, comme le collagène, facilite leur liaison avec le tissu de l'organisme humain. Ces matériaux, spécifiquement les adhésifs, sont utilisés surtout pour guérir les blessures et fixer les implants orthopédiques [6].

c. Les céramiques

Malgré leur fragilité inconvenable pour l'implantologie, leurs structures et compositions variées ainsi que leur propriétés de surface (rugosité, porosité..), leur font des matériaux de choix dans plusieurs cas chirurgicaux. Les céramiques ainsi utilisables sont distingués selon leur propriétés d'inertie : des bioinertes, des bioactifs et des biorésorbables [7]. Le premier type se caractérise par une stabilité chimique dans le corps humain; les céramiques de deuxième type peuvent avoir des réponses biologiques avec les tissus environnants; Ceux du dernier type se dissolvent dans le milieu physiologique du corps pour être remplacés par la suite par le tissu [8].

d. les biomatériaux naturels

Généralement, ce sont des greffes d'origine animale et une cellulose d'origine végétale [8].

I.3. L'acier inoxydable AISI 316L

Les aciers inoxydables sont divisés en quatre groupes: austénitiques, ferritiques, martensitiques et duplex. Ceux appartenant au premier type représente un meilleur compromis entre la résistance mécanique et la résistance à la corrosion ainsi qu'une bonne formabilité et soudabilité [9]. Parmi eux, l'acier inoxydable 316L est le plus souvent utilisé, sans contexte, dans les applications biomédicales depuis très longtemps.

L'acier inoxydable AISI 316L est un acier à bas carbone contenant au minimum 16% en chrome et 10% de nickel. La nuance de 316L a été dérivé de la nuance de base de 304 (Figure I.1), auquel le molybdène a été ajouté pour améliorer sa résistance aux différentes formes de corrosion: par piqure, par crevasse et sous contrainte, en particulier dans les milieux chlorurés. Par rapport à la nuance AISI 316, le pourcentage de carbone dans l'AISI 316L a été réduit à moins de 0,03% . Ceci permet d'éviter la formation des carbures de chrome qui se précipitent surtout au niveau des joints des grains et favorisant la corrosion intergranulaire. En plus, les propriétés mécaniques de ductilité, de ténacité, de résistance à la traction et au fluage ont été améliorés après la réduction du pourcentage de carbone [10]. C'est ainsi que cet acier est devenu le plus recommandé pour une variété d'application industrielle.

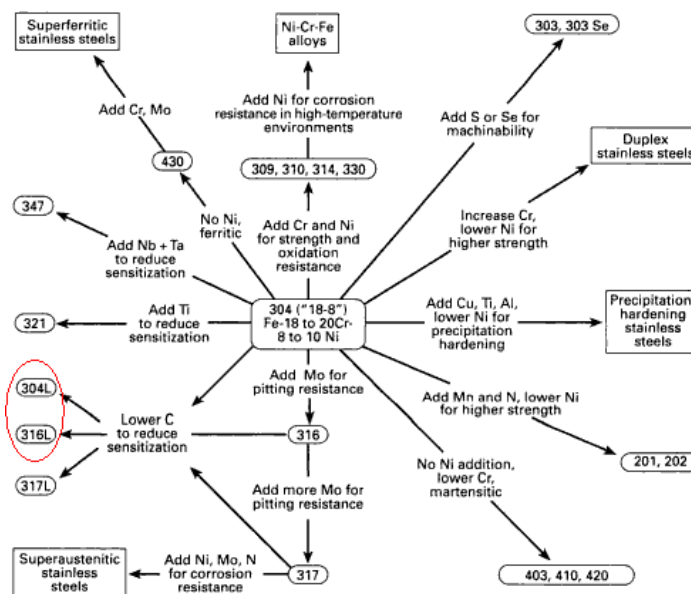


Figure I.1. Schéma montrant la filiation de la nuance 316L à partir de la nuance 304L [11].

Le 316L est bien entendu biocompatible et possède une excellente résistance à la corrosion, favorisant son emploi comme implant [10]. Cette propriété revient au fait qu'il est un métal passif auto-générateur d'une couche d'oxyde stable formée essentiellement de l'oxyde de chrome Cr_2O_3 .

Généralement, l'acier 316L est durci à froid sans affecter son ductilité pour qu'il acquiert ses propriétés mécaniques finales [12]. Ce traitement comprends des étapes intermédiaires de chauffage thermique homogène afin d'empêcher la formation des carbures de chrome aux joints de grains, qui sont une zone favorisée d'initialisation de corrosion. Au cours de ce traitement, il peut y avoir une formation de débris d'oxyde de surface, un phénomène à éviter aussi par traitement acide ou mécanique. Une fois l'acier 316L est stérilisé, il est prêt à utilisation biomédicale [13,14]. L'ensemble des caractéristiques de l'acier étudié est regroupé dans le **tableau I.1**.

Concernant la résistance à la fatigue, l'acier 316L est peu résistant à la rupture par fatigue lors de l'application de contraintes répétitives et cycliques. Avant son utilisation biomédicale, dans les stents par exemple, une modélisation de la distribution des contraintes sur différentes géométries de l'implant est fortement nécessaire; un équilibre entre la résistance mécanique et la limite de fatigue peut être obtenue par l'application de traitements mécaniques de finition, tel que le brunissage [13,14].

Tableau I.1: Caractéristiques de l'acier inoxydable 316L.

Propriétés	Valeurs
Modules d'Young	190 à 200 GPa
Coefficient de poisson	0.3
Limite élastique	217 MPa
Résistance à la traction	520 à 645 MPa
Allongement à la rupture	40-68 %
Densité	7.9
Coefficient de dilatation thermique moyen de 20 à 1000°C	$16,5 \text{ à } 19,5 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$
Résistivité électrique	$74 \mu\Omega.\text{cm}$
Dureté	95 HRB, 136 HV
Conductibilité thermique	$14,6 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Quant au comportement au frottement, sa faible résistance à l'usure est souvent un problème contre son utilisation industrielle. Ceci persiste jusqu'à ce jour, et constitue une matière de recherche poussant à trouver des solutions de plus en plus satisfaisantes.

Une étude de Dogan et al. [15], consacrée à la comparaison du frottement et de l'usure d'un l'acier inoxydable 316L non traité, et dans un état implanté à l'azote, au zirconium et revêtu de nitrures de titane (TiN), a montré que les coefficients de frottement des échantillons, non traités et traités, ont approximativement les mêmes valeurs, alors que le taux d'usure a considérablement diminué respectivement de 87%, 88% et 90 % après traitement.

Dans l'étude de Fellah et al. [16], trois types des tests d'usure ont été appliqués pour analyser le comportement tribologique du 316L utilisé dans la fabrication des prothèses totales de hanche. Après variation de la charge appliquée (3, 6 et 10 N) et de la vitesse de glissement (1, 15 et 25 mm/s), les résultats ont indiqué que le taux d'usure quantifié est proportionnelle non seulement à la distance du glissement, mais aussi à la charge normale appliquée. Ils ont souligné d'ailleurs qu'une résistance à l'usure élevée peut être obtenue par application d'un revêtement de surface et/ou un traitement de surface.

Peruzzo et al. [17] ont étudié le comportement tribologique du 316L allié au bore (0,6% en poids et 0,8% en poids) produit par procédé de métallurgie des poudres. Les essais de frottement par glissement alternatif à sec ont indiqué que l'ajout de bore a produit une densification favorisée du 316L par le développement d'une phase liquide lors du frittage, augmentant ainsi la dureté et la résistance à l'usure de l'acier. Toutefois, aucun changement des valeurs des coefficient de frottement du 316L allié et non allié a été observé.

Bartolomeo et al. [18] a investigué l'effet de trois traitements différents (fusion sélective au laser, pressage à chaud et coulée conventionnelle) sur la microstructure, le comportement mécanique et la résistance à l'usure de l'acier inoxydable austénitique 316L. Les résultats ont montré que les propriétés mécaniques et les performances tribologiques les plus élevées ont été obtenues pour les échantillons produits par fusion sélective au laser. Il a été ainsi conseillé d'utiliser ce procédé pour fabriquer des implants en acier inoxydable 316L personnalisés avec une bonne tenue mécanique ainsi qu'une résistance à l'usure satisfaisante.

En raison de la faible résistance du 316L à l'usure, Menezes et al. [19] ont effectué plusieurs traitements de surface successifs, à savoir : un traitement préalable de grenailage, suivi d'une carburation et d'une nitruration au plasma. Il découle que la meilleure résistance à

l'usure est obtenue pour des échantillons ayant subis ces trois traitements, en comparaison avec le substrat 316L non traité et traité par carburation et nitruration.

Pour augmenter la résistance à l'usure du 316L, habituellement non suffisante, Yazici et al. [20] ont procédé à une modification de surface de type duplex (procédé de fusion laser et nitruration plasma). En conséquence, la dureté et la résistance à l'usure des échantillons nitrurés étaient plus élevés que celles des échantillons non revêtus et revêtus de Ti, en raison de la formation des phases de nitrure de titane pendant la nitruration.

De leur part, Lin et al. [21] ont modifié la surface du AISI 316L et la rendue texturée par un polissage électrochimique dans quatre solutions de NaCl (10, 15, 20 et 25% en poids). Les tests de frottement par glissement ont indiqué que l'AISI 316L traité dans des solutions de NaCl à 15 et 20% en poids est plus performant en termes du coefficient de frottement, de la perte de masse, et de la morphologie de l'usure.

Par un laminage à froid et un traitement de recuit ultérieur (750°C, 10 min), la structure du 316L est devenue à lamelles hétérogènes (HLS), comme l'on Qin et al. [22]; les coefficients de frottement ont été améliorés en présentant des valeurs plus faibles et plus régulières, en particulier sous des charges élevées, ce qui a été attribué à la présence de nombreuses particules d'oxydes aux interfaces glissantes. Cependant, la résistance à l'usure de l'acier 316L (HLS) a faiblement diminué par rapport à celle d'un échantillon à gros grains.

Gopi et al. [23] ont choisit de traiter la surface du 316L par grenailage afin d'améliorer son comportement au frottement; les tests d'usure ont révélé un effet positif sur le coefficient de frottement et le taux d'usure. En effet, sous différentes vitesses et charges appliquées, le coefficient de frottement et la perte de masse ont été réduits à cause de la formation d'oxydes sur la surface.

D'après les études présentées précédemment, on peut déduire que l'acier 316L peut être utilisé dans des applications impliquant un frottement, à condition d'améliorer, sinon contrôler, sa résistance à l'usure, en termes de coefficient de frottement et de volume arraché de matière.

I.4. Prothèses de hanche - nécessité et problèmes liés

La hanche est l'une des plus grandes articulations portantes de poids de notre corps. Elle permet de joindre la cuisse au bassin. Elle se compose d'une tête fémorale qui s'insère dans une cavité arrondie (cotyle) se trouvant dans le bassin. La stabilité de cette articulation est assurée par une bande de tissus appelée ligaments [24].

A cause des accidents quotidiens et de certaines maladies comme la polyarthrite rhumatoïde, l'arthrose, les fractures et dislocations, l'articulation de la hanche peut s'endommager, et même se fracturer, pouvant provoquer un handicap permanent. Pour palier à de telles situations, des traitements sont effectués pour soulager la douleur et éviter la perte de la fonction articulaire, s'ils échouent, le recourt aux biomatériaux devient une nécessité impérieuse afin d'augmenter l'espérance de vie des malades âgés, et même jeunes.

I.4.1. Prothèse totale de hanche

Le remplacement total de la hanche est une technologie récente, sa mise en œuvre constitue une avancée importante; son emplacement à une personne, ayant subie une blessure ou un accident, lui permettra de reprendre son travail et son rythme quotidien de façon quasi-normal.

Cette intervention chirurgicale implique le remplacement du cartilage et de l'os de l'articulation de la hanche malade par des matériaux artificiels [25]. L'opération consiste à retirer la tête fémorale et la cotyle et les remplacer par une prothèse; la **figure I.2** montre un aperçu:

- Une tige fémorale (ou pivot) se plaçant à l'intérieur du fémur et lui transmet les efforts, dus principalement au poids du patient;
- Une tête sphérique en métal, fixée à l'extrémité supérieure de la tige fémorale, et s'emboîte sur le col de la tige ;
- La cotyle, fixée dans la cavité acétabulaire du bassin, elle présente la partie supérieure de la prothèse. Cette partie est constituée de deux composants : (i) le métal-back fixé dans l'os iliaque à l'aide d'une vis et dont la surface convexe assure le contact avec l'os, et (ii) la cupule qui s'encastre dans la partie concave du métal-back et frotte contre la tête sphérique lors de la marche [26].

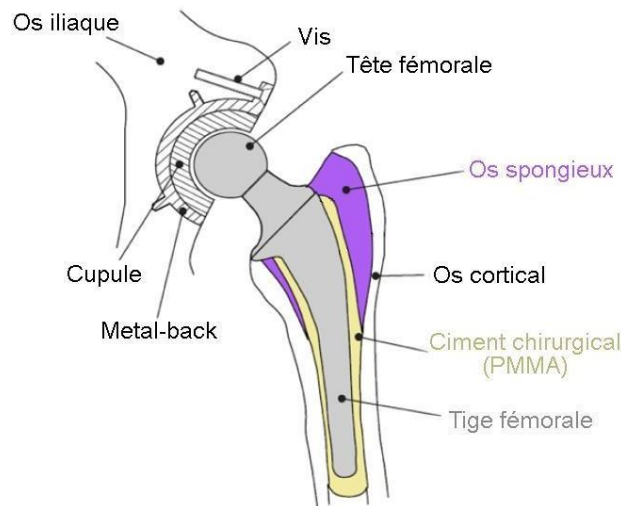


Figure I.2. Une prothèse totale de hanche [27]

I.4.2. Évolution de la prothèse totale de hanche et les matériaux employés

L'histoire de la prothèse de hanche remonte à 1890 quand Thomas Gluck a fabriqué la première prothèse totale de hanche, constituée d'une tête fémorale et d'une cupule en ivoire jointées entre elles par un ciment composé de colophane, de poudre de pierre ponce et de plâtre [28,29].

Par ailleurs, l'utilisation proprement dite de la PTH revient au milieu du XX^{ième} siècle avec la substitution complète de la tête fémorale par une prothèse fixée mécaniquement à l'os du fémur [28]. Cette procédure a connu une grande efficacité quand Austin Moore a réalisé une prothèse fémorale métallique en alliage de cobalt-chrome [26].

Un développement intéressant est apparu quand Sir John Charnely a introduit une PTH, constituée d'une tige fémorale en acier inoxydable monobloc avec une tête fémorale, qui s'articule dans une cupule en polyéthylène haute densité (**Figure I.3**) [30]. Les deux composants sont fixés à l'os du bassin et du fémur par du ciment acrylique à base de poly méthacrylate de méthyle (PMMA). Depuis que ce concept de substitution totale de l'articulation est appliqué, les PTH modernes ont connu un grand succès. En effet, l'évolution des PTH, dûe à J.Charnely, s'articule sur trois contributions importantes: l'utilisation du ciment acrylique pour la fixation, le choix du polyéthylène haute densité et l'utilisation d'un couple (tête/cupule) à faible frottement. Cette prothèse, connue par MoP (Metal-on-Polymer) a été très efficace, mais une nouvelle création de prothèses MoM (Metal-on-Metal) à base d'alliages de cobalt-chrome par McKee et Watson-Farrar a rencontré également une large application [26,28]. Bien que ces prothèses fussent résistantes et durables, le taux de

descellement élevé et la libération de débris métalliques, rencontrés après leur fixation, ont considérablement freiné leur développement.



Figure I.3. Prothèse totale de hanche de type Charnley, métal/polyéthylène à haute densité [30].

Après la persistance du problème de libération de débris en polyéthylène dans les couples MoP, l'intérêt s'est retourné de nouveau au couple MoM vers la fin des années 1980.

Des améliorations relatives à la fixation et à l'état de surface des composants de l'implant ont donné naissance à la seconde génération des prothèses MoM dans les années 1990 [31]. Simultanément, les travaux sur les prothèses de type Charnley ont introduit le polyéthylène à très haut poids moléculaire (UHMWPE), potentiellement hautement réticulé, ce qui a considérablement optimisé ces prothèses [32, 33].

Cette fabrication n'est pas réservée exclusivement aux métaux et aux polymères, les céramiques ont été également utilisés dans les années 1970 pour fabriquer des prothèses CoC (Ceramic-on-Ceramic), vu leur meilleures propriétés de biocompatibilité et de résistance à l'usure [34,35]; l'alumine était la première céramique utilisée, puis la zircone une dizaine d'années plus tard, et récemment des composites alumine-zircone [36,37].

Quant au choix du matériau le plus convenable, ceci dépend de plusieurs facteurs, notamment sa biocompatibilité, sa résistance à la corrosion, ses propriétés mécaniques (résistance au choc, module d'élasticité et résistance à l'usure), son prix et aussi un facteur concernant l'âge et la situation physique du patient.

On peut classifier les biomatériaux couramment utilisés en orthopédie selon leur nature:

a. Les métaux et alliages métalliques

Les alliages de cobalt-chrome (CoCr), de chrome-cobalt-molybdène (CrCoMo), de cobalt-nickel-chrome-molybdène (CoNiCrMo), de titane (Ti_6Al_4V , $TiAlNb$) et les aciers inoxydables austénitiques (316L et 316LN) [38] sont les alliages métalliques les plus utilisés. La tige fémorale et le métal-back, étant directement rattaché aux os en assurant la transmission des forces dans l'articulation, sont généralement fabriqués à base de ces alliages. Les métaux représentent une haute résistance à la tension et à la fatigue, mais ils ont l'inconvénient de produire des débris d'usure mécanique et chimique, susceptibles de provoquer des réactions au niveau des tissus [38,39].

Parmi les métaux, cités ci-dessus, l'acier austénitique inoxydable AISI 316L est le plus souvent utilisé pour la production de prothèses totale de hanche. Il représente une bonne biocompatibilité et un coût modéré par rapport aux alliages de titane et aux alliages de cobalt-chrome. Néanmoins, son mauvais comportement au frottement contre les cupules en polyéthylène pousse les experts à le remplacer par d'autres matériaux, surtout les alliages de titane [38,40]. En outre, comparé à celui de l'os, le module de Young du 316L est presque 11 fois plus élevé (18 GPa et 200 GPa), contrairement au titane 6 fois plus élevé (18 GPa et 110 GPa). Ainsi, de fortes contraintes de cisaillement peuvent être engendrées avec l'utilisation de l'acier 316L [41]. C'est à cause ces défaillances que nous avons entrepris d'améliorer les propriétés de l'acier AISI 316L afin qu'il soit plus concurrentiel; sachant aussi que cet alliage est moins cher, l'implant amélioré devrait offrir également des gains économiques.

b. Les polymères

Le polyéthylène de haut poids moléculaire UHMWPE et le polyméthylméthacrylate (PMMA) sont les deux polymères généralement sélectionnés. La cupule cotyloïdienne, permettant d'absorber les chocs, est constituée de polyéthylène (UHMWPE), qui est éventuellement réticulé (XPE) [42]. Or, le taux d'usure élevé de ce polymère (de l'ordre de 0,10-0,20 mm/an) reste un obstacle majeur [38].

c. Les céramiques

Grâce à leur faible coefficient de frottement et à leur excellente biocompatibilité, les céramiques ont été fortement proposées pour remplacer les polymères. Cependant, elles sont fragiles naturellement et ont un module d'Young relativement élevé, ce qui limite leur intérêt en tant que surfaces articulaires de l'implant orthopédique [38]. L'alumine était la première

céramique utilisé, puis la zircone une dizaine d'années plus tard, et récemment les composites alumine-zircone.

I.4.3. Types de remplacement de la hanche

Le succès d'une prothèse totale de hanche dépend primordialement du type de fixation de l'implant choisi. Dans les années 1970, il était possible de fixer la prothèse avec ou sans cimentation. Plus tard, des progressions ont fait apparaître d'autres matériaux, en tant que substituts des PMMA [42,43]. En effet, le remplacement de la prothèse peut se faire de trois façons différentes :

- **La prothèse cimentée:** elle sera insérée à l'intérieur du noyau du fémur et fixée à l'aide du ciment appelé méthacrylate de méthyle [25]. Toutefois, si le ciment est trop contraint mécaniquement, sa dégradation par des débris d'usure peut provoquer le descellement ou la rupture de l'implant, ce qui fait que ce type de fixation est recommandé pour des patients âgés ayant une qualité affaiblie de l'os, et des activités physiques limitées [44] ;
- **La prothèse non cimentée:** cette prothèse est directement rattachée à l'os. L'utilisation des traitements de surface pour améliorer les propriétés de l'implant (rugosité, revêtement mince poreux) permet l'ostéointégration de l'os qui peut croître sur ou dans l'implant [26]. Ce type de remplacement offre, surtout aux patients actifs, une meilleure transmission des forces à travers la zone os-implant, ce qui réduit la dégradation mécanique de la PTH et des os avoisinants [45] ;

La prothèse hybride: dans la partie du bassin, elle n'est pas cimentée à l'os tandis que de l'autre côté, elle l'est au fémur. Ce type de prothèse est utilisé dans des opérations de jeunes patients pour qu'ils obtiennent une croissance très tôt [25].

I.4.4. Couples de frottement

Lors du mouvement de la prothèse de hanche, la tête fémorale vient frotter sur le cotyle; les matériaux prothétiques constituant ces deux parties sont en contact, et forment "un couple de frottement" [46,47].

Le choix de couple de frottement est un facteur primordial influant la longévité prothétique. En effet, les descellements, qui sont la cause majeure des échecs des prothèses, peuvent avoir une origine mécanique liée aux contraintes existantes dans les matériaux et sur l'os, ou bien, d'une façon plus importante, une origine biologique: des réactions ostéolytiques peuvent être induites par des débris d'usure. Lorsque l'ostéolyse est importante, un

descellement survient. Parfois, il existe des descellements mixtes quand les facteurs biologiques et mécaniques sont associés [48].

Pour éviter toute cause de descellement ou de dégradation des prothèses de hanche, les composants du couple prothétique sont choisis selon certains critères [49,50]:

- Assurer une bonne résistance à la rupture, une limite de fatigue acceptable et une résistance adéquate à la déformation;
- Limiter l'usure pour réduire la production des particules d'usure pouvant provoquer des réactions ostéolytiques;
- Avoir un faible coefficient de friction, afin de minimiser les moments au niveau des liaisons coniques ainsi qu'au niveau de la fixation des implants.

Quant à leurs types, on distingue essentiellement deux combinaisons de couples de frottements selon les surfaces des matériaux composants (**Figure I.4**); le frottement de la surface d'une tête dure sur un insert cotyloïdien de surface tendre se réfère à une combinaison mou/dur (couple MoP et CoP), tandis que la combinaison dur/dur implique un frottement entre deux surfaces dures (couples MoM et CoC).

Le couple métal/polymère (MoP), composé d'une tête fémorale en métal (acier inoxydable ou en cobalt-chrome) et un insert cotyloïdien en polyéthylène, a été proposé en premier, et depuis, le plus utilisé [51]. Le couple céramique/polymère (CoP), constitué d'une tête fémorale en céramique sur un insert cotyloïdien en polyéthylène, est devenu une alternative au MoP. Pour ces deux couples, la différence de dureté entre la tête et l'insert favorise le relargage de débris de polyéthylène, et même du métal, ou de la céramique en quantité moindre. Par conséquent, Les descellements aseptiques par ostéolyse sont induits. Par la suite, des améliorations ont rendu le polyéthylène plus dur et résistant (on parle de polyéthylène haute densité), ce qui a réduit l'usure et le relargage de particules autour de l'implant [52].

Au lieu d'utiliser le polyéthylène haute densité, des progrès dans cet axe ont proposé de le remplacer par un matériau dur, le couple céramique-céramique (CoC), composé d'une tête fémorale en céramique sur un insert cotyloïdien en céramique, ce qui a considérablement minimisé le taux de relargage des débris. Toutefois, d'autres complications sont apparues (dislocations, fracture de la tête céramique). Le couple métal-métal (MoM), avec une tête fémorale en métal sur un insert cotyloïdien en métal, a également résolu le problème d'usure, mais il doit être utilisé avec précautions à cause d'une production importante d'ions

métalliques (chrome et cobalt surtout) en cas d'usure, accompagné de la formation de kystes réactionnels et pseudotumeurs inflammatoires [25,53-55].



Figure I.4. Différents couples de frottements [56]

Expérimentalement déterminés, les coefficients d'usure de ces couples varient de 10^{-4} $\text{mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ pour le couple métal / polyéthylène (CoCrMo / PE) à 10^{-9} $\text{mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ pour le couple céramique / céramique (Al_2O_3 / Al_2O_3) [57]. Les autres couples ont des valeurs intermédiaires. Ces valeurs peuvent avoir des conséquences irréversibles, et une réintervention chirurgicale devient obligatoire pour changer les implants usés.

I.5. Échec des prothèses totales de hanche

Ayant une durée de vie limitée, une prothèse implantée atteint son échec au bout d'une certaine période, plus ou moins longue, et pousse le patient forcément à une révision chirurgicale coûteuse. Les causes de cet échec reviennent généralement au descellement aseptique, à la luxation et à l'usure.

I.5.1. Luxation

Ce phénomène survient quand il y a une perte de contact entre les surfaces, ce qui engendre un déboîtement de l'articulation prothétique [27]. La luxation est fréquemment engendrée par le problème des débris d'usure, et peut avoir lieu soit précocement, soit tardivement. Un mauvais positionnement des implants peut provoquer aussi l'échec de la PTH par luxation [58,59].

I.5.2. Descellement

Également causé par les débris d'usure, le descellement est une raréfaction de l'os autour de la prothèse [60]. Les particules, induites par l'usure, ont une taille comparable à celle des bactéries présentes dans le corps humain; considérées comme des corps étrangers,

des réactions biochimiques s'amorcent et modifient l'équilibre dynamique entre les ostéoblastes et les ostéoclastes, provoquant ainsi une résorption osseuse dans les régions riches en ions métalliques induits [4]. Ici, le descellement aseptique des implants peut survenir à long terme.

I.5.3. Usure

Suite au contact mécanique continu entre la tête et la cupule d'un couple prothétique, des débris d'usure sont générés, ayant des conséquences nocives sur l'organisme humain. Généralement, quatre mécanismes principaux d'usure caractérisent les couples de frottement : adhésion, abrasion, fatigue et tribocorrosion [61].

a. Usure par adhésion

L'usure adhésive est un phénomène physico-chimique, provoqué par le soudage en phase solide selon un mécanisme de transfert de matière entre deux surfaces en mouvement relatif (**Figure I.5**). En effet, si les métaux en contact sont solubles l'un dans l'autre, il y aurait l'apparition de liaisons interatomiques ou intermoléculaires, formant des alliages par interdiffusion à partir de l'interface.

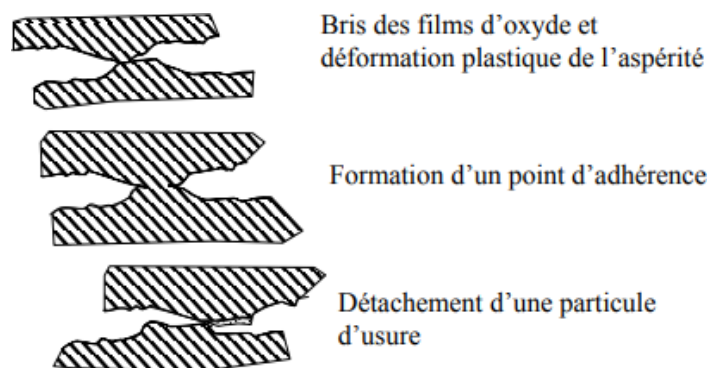


Figure I.5. Schéma de l'usure adhésive [62].

En effet, l'usure adhésive dépend essentiellement du mécanisme engendré au niveau de l'interface. Si l'interface est moins solide que les pièces, les jonctions se cisailent par rupture adhésive, l'usure est donc modérée, douce ou quasi nulle. Par contre, si l'interface est plus solide qu'une des pièces en contact, il y a rupture cohésive, donc une usure sévère et un grippage. L'interface se fixe sur la pièce la plus résistante ou se détache sous forme de particules écrouies et oxydées qui peuvent contribuer à l'adhésion [62,63].

b. Usure par abrasion

L'usure abrasive est un phénomène mécanique d'enlèvement de matière, causé par le glissement ou le roulement des particules dures sur une surface, sous l'effet d'une pression externe [62]. Il existe deux processus différents de ce phénomène : l'usure abrasive à deux corps et l'usure abrasive à trois corps, montrés sur la **Figure I.6**. En effet, au cours de leur mouvement, si les particules fortement ancrées à la surface d'un matériau pénètrent la surface d'un autre matériau, on parle de l'usure abrasive à deux corps ; par contre, si ces particules sont libres de glisser entre les deux surfaces, on parle alors de l'usure abrasive à trois corps.

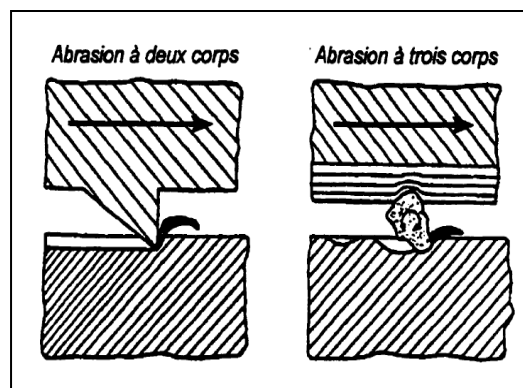


Figure I.6. Schéma représentatif de l'abrasion à deux corps et à trois corps [62].

c. Usure par fatigue

L'endommagement des surfaces par fatigue résulte de l'application de contraintes mécaniques répétées; sous l'effet de contraintes cycliques, les dislocations glissent dans le réseau cristallin. Ceci forme des intrusions et des extrusions en surface et crée des microfissures. Les dislocations viennent s'accumuler à la frontière des inclusions ou des joints de grains. Il se forme alors des microfissures sous la surface qui vont se propager et éventuellement détacher des fragments de la surface, créant ainsi des débris d'usure qui laissent des cratères à la surface, appelés pitting [63].

d. Usure par frottement-corrosion:

L'usure par tribocorrosion est produite par les effets conjugués d'une sollicitation mécanique de contact (frottement, impact) et de la corrosion par un milieu environnant. L'ingénierie médicale est un secteur très concerné par ce type d'usure, vu que les implants se trouvent toujours en contact d'un milieu biologique. [27].

I.6. Aspects de surface géométriques et physiques

Étant donné que le frottement met en jeu des surfaces en contact ou plus précisément des interfaces, l'usure est liée directement à l'interaction où se produisent des transformations multiples et irréversibles.

I.6.1. La surface

Le terme surface peut référer à plusieurs définitions. La normalisation précise que **la surface géométrique** est la surface parfaite et idéale, spécifiée en dessin technique, tandis que **la surface réelle** est celle obtenue au cours de la fabrication [64].

Puisque le frottement est un phénomène qui concerne une certaine épaisseur sous la surface du matériau, alors une certaine profondeur de la surface réelle doit être explorée pour bien comprendre les phénomènes qui y aient lieu. Pour la plupart des pièces usinées, on doit pénétrer plusieurs sous-couches successives, avant d'arriver au métal intact. Comme indiqué sur la **Figure I.7.**, on trouve à l'extérieur une couche adsorbée et à l'intérieur le cœur du matériau; dedans, une couche d'oxydes, une autre écrouie et une zone orientée [65].

Au cours du frottement, chacune de ces couches influe différemment le processus. A titre d'exemple, après dégazage sous vide, donc élimination de la couche adsorbée, le coefficient de frottement peut être multiplié par 2 à 4 [64]. La couche d'oxydes est souhaitable si elle joue le rôle d'un lubrifiant mais elle est toujours indésirable si elle devient abrasive. L'acier inoxydable 316L, comme tous les aciers fortement alliés au chrome, possède une couche bien enrichie en oxyde de chrome.

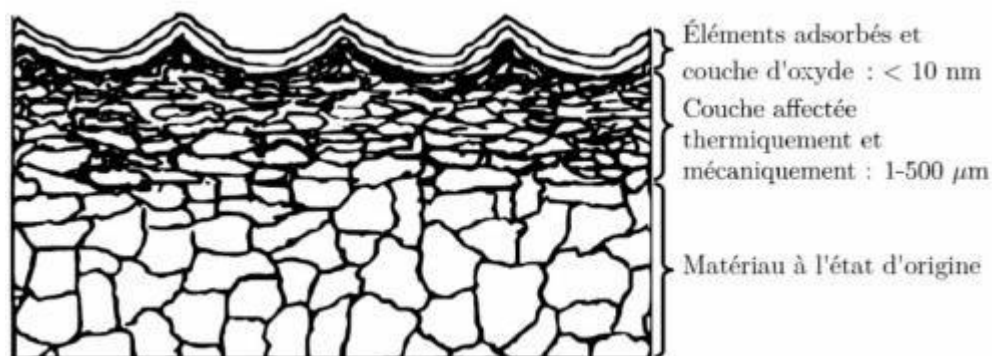


Figure I.7. Différentes couches observables sur la surface d'un métal [65].

I.6.2. Intégrité de surface

L'intégrité de surface se définit par les caractéristiques intrinsèques ou améliorées d'une surface, obtenue par usinage ou un autre procédé de mise en forme [66]. Il existe plusieurs paramètres caractéristiques d'une surface réelle [67]:

- Caractéristiques topographiques (rugosité, géométrie, ...);
- Caractéristiques mécaniques (concentration de contraintes, contraintes résiduelles, microdureté, ...);
- Caractéristiques métallurgiques (changement de phases, taille de grains,...);
- Caractéristiques chimiques (Changement de composition chimique en surface, ...);

I.6.2.1. Caractéristiques topographiques

Réellement, les surfaces ne sont jamais parfaites, elles présentent au contraire des défauts qui sont identifiables sur un profil de surface. Ce dernier, indiqué sur la **Figure I.8**, est obtenu par l'intersection d'une surface géométrique et d'un plan de coupe.

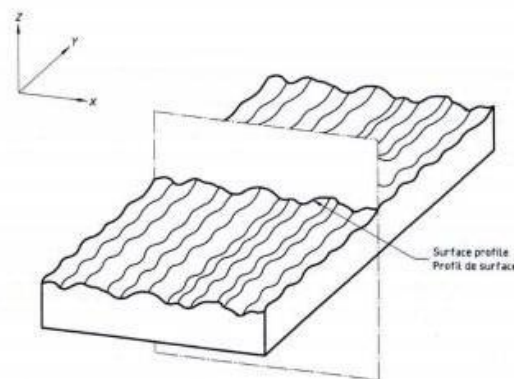


Figure I.8. Schéma indiquant le profil d'une surface réelle [68].

Sur le profil, la surface porte des défauts de trois types, indiqués sur la **Figure I.9** [69] :

- Défauts de forme (défauts macroscopiques): les défauts de planéité, cylindricité, parallélisme, perpendicularité;
- Défauts d'ondulation (défauts mésoscopiques): l'ondulation est une oscillation de basse fréquence provenant essentiellement des imperfections des machines-outils;
- Défauts de rugosité (défauts microscopiques) : ces micro-ondulations, dues à des vibrations de haute fréquence, accompagnent le passage des outils coupants et l'enlèvement de la matière.

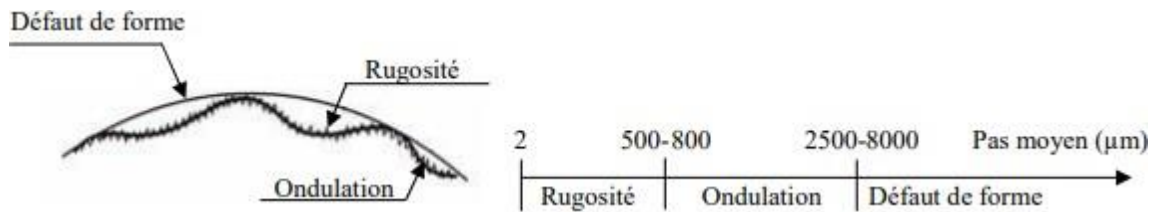


Figure I.9. Différents défauts de surface [69].

a. La rugosité

La rugosité de surface est une mesure de sa texture. Elle est quantifiée par les écarts verticaux d'une surface réelle par rapport à sa forme idéale [70]. Si ces écarts sont importants, la surface est rugueuse, s'ils sont petits, la surface est lisse. Cette caractéristique est fortement influencée par les techniques de fabrication et de la structure du matériau lui-même.

Le profil résultant de la surface réelle est constitué de crêtes et de creux, indiqués sur la **Figure I.10**. Une aspérité est constituée du matériau solide contenu entre deux creux successifs.

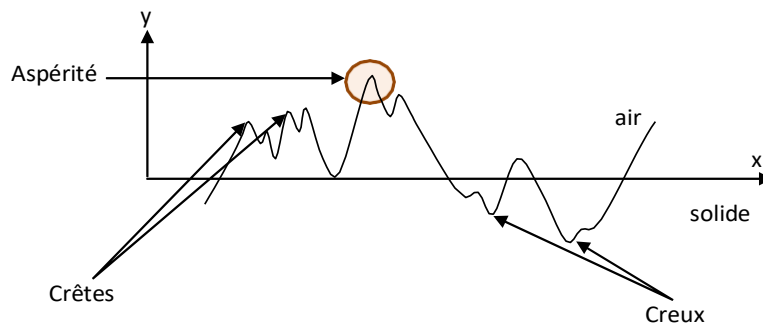


Figure I.10. Schéma représentatif du profil de surface [68]

b. Paramètres de rugosité

Sur une échelle de l'ordre du micromètre, la rugosité peut être déterminée par la mesure d'un certain nombre de paramètres correspondant soit à des profils "2D" ou à une topographie de surface "3D". Selon leur fonctionnalité, ces paramètres sont classés en 3 groupes: paramètres d'amplitude, spatiaux et hybrides. Dans cette étude, nous avons choisi certains paramètres qui, selon la littérature [67-71], permettent de bien décrire la rugosité.

Avant d'aborder ces paramètres, il est nécessaire de présenter des termes normalisés qui sont souvent utilisés dans leur calcul (**Figure I.11**):

- Ligne de référence : ligne par rapport à laquelle les paramètres statistiques, qui caractérisent le profil d'une surface, sont déterminés;
- Les paramètres qui caractérisent le profil sont la hauteur des irrégularités;
- Les irrégularités sont les crêtes et les creux du profil;
- Les irrégularités sont mesurées dans une direction normale à la ligne de référence;
- Longueur de base, l : longueur sur la ligne de référence, utilisée pour séparer les irrégularités constituant la rugosité de surface. Plus la longueur de base est courte, plus les irrégularités de rugosité observables seront fines.

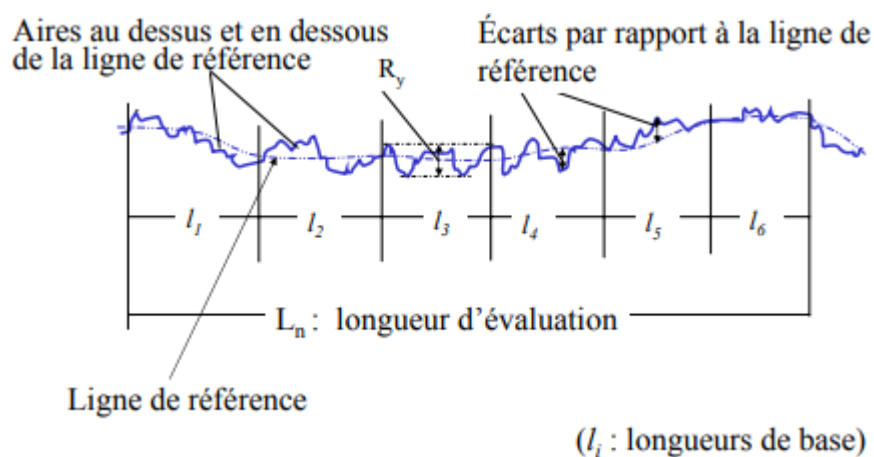


Figure I.11. Termes normalisés utilisés dans le calcul des paramètres de rugosité [68]

a. Les paramètres d'amplitude

- Écart moyen arithmétique du profil évalué " R_a

C'est la moyenne arithmétique des valeurs absolues des écarts du profil par rapport à la ligne de référence arithmétique à l'intérieur de la longueur de base. Ce paramètre est le plus couramment utilisé dans l'industrie pour contrôler le changement de l'état de surface par usure de la pièce, pouvant se produire, par l'outil de coupe [66]. La généralisation de ce facteur revient à la facilité de son calcul à l'aide de simples appareils analogues. Toutefois, il n'est pas le plus adapté. En effet, bien que deux surfaces peuvent avoir la même valeur de R_a , leurs profils peuvent être très différents. R_a , indiquée sur la **Figure I.12**, est déterminé par la formule suivante:

$$R = \frac{1}{L} \int_0^L |y(x)| dx$$

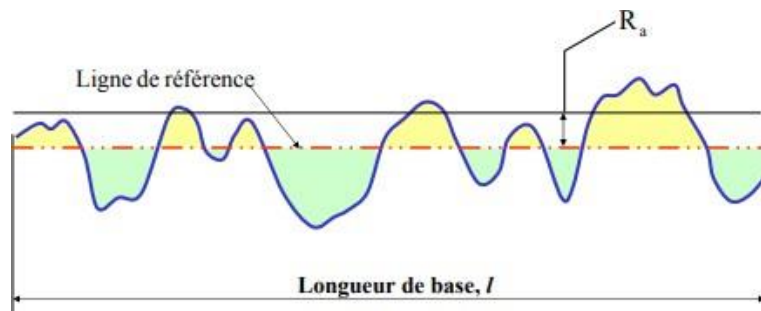


Figure I.12. L'écart arithmétique moyen R_a [70].

- *Écart quadratique moyen du profil, R_q ou RMS*

C'est la valeur moyenne quadratique des écarts du profil par rapport à la ligne de référence des moindres carrés à l'intérieur de la longueur de base :

$$R_q = \left[\sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L |Z^2(x)| dx} \right]$$

b. Les paramètres fonctionnels

Les paramètres fonctionnels, calculés à partir de la distribution des hauteurs, ont pour application de caractériser l'aspect fonctionnel de la surface (usure, lubrification, contact).

- *Taux de longueur portante R_{mr}*

La courbe de portance représente la variation du taux de longueur portante en fonction de l'augmentation de la profondeur du profil de rugosité. Cet indicateur est utilisé pour évaluer l'usure des surfaces soumises au frottement [72]. Le taux de longueur portante est estimé sur la courbe d'Abbot Fierstone (**Figure I.13**). À partir de cette courbe, on peut calculer la profondeur de rugosité centrale (R_k), la profondeur normalisée des creux (R_{vk}) et la hauteur normalisée des sommets (R_{pk}) en divisant le profil en trois sections : les sommets, les vallées et le plateau du milieu (**Figure 1.13**)

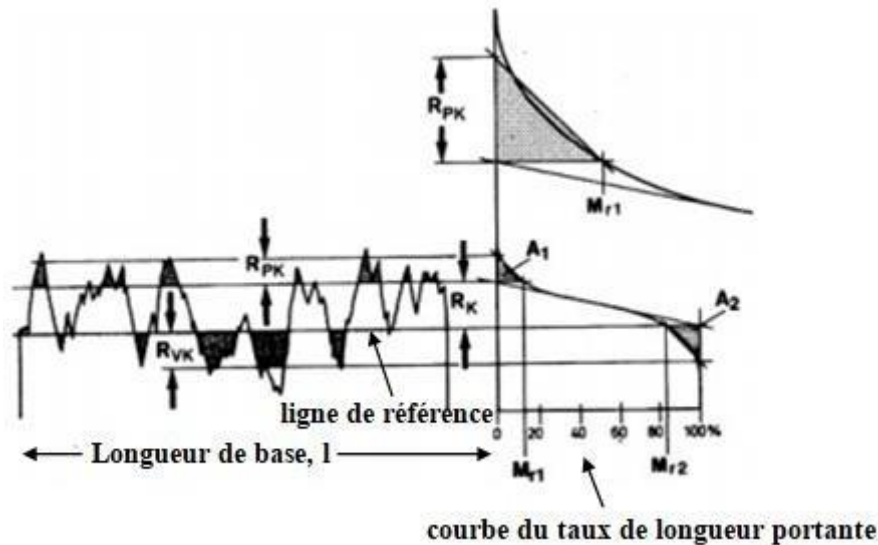


Figure I. 13. Taux de longueur portante évalué sur la courbe d'Abbott-Firestone [73].

Les paramètres, cités précédemment, sont utilisés pour caractériser une surface bidimensionnelle (2D). Toutefois, la rugosité de surface nécessite d'être inspectée en volume. Par conséquent, des paramètres de rugosité se référant à une surface tridimensionnelle (3D) ont été introduits par l'extension des paramètres 2D. En effet, la lettre R reflétant les paramètres 2D est remplacée par la lettre majuscule S faisant apparaître plusieurs indicateurs:

c. Paramètres d'amplitude

- Hauteur moyenne arithmétique "Sa" et moyenne quadratique hauteur "Sq"

Ces deux paramètres sont l'extension des paramètres Ra et Rq, respectivement mais calculés en référence à une surface à trois dimensions. Sa, donne la moyenne arithmétique, en valeur absolue, de la différence de hauteur de chaque point par rapport au plan moyen de la surface, tandis que Sq représente la valeur de la moyenne quadratique des valeurs d'ordonnées dans la zone de définition. Les deux indicateurs sont généralement utilisés pour évaluer la rugosité de surface.

Obliquité "Ssk":

Le coefficient Ssk, ou "skewness" en anglais, rend compte de l'asymétrie des hauteurs du profil par rapport à la ligne de référence, donc de la l'asymétrie de la distribution d'amplitude. Le critère pour qu'une surface portante soit satisfaisante est la valeur négative de Ssk, tandis qu'une valeur positive indique que la surface est majoritairement formée de relief [71]. La courbe de la surface portante étant liée directement à la distribution d'amplitude, Ssk

caractérise de façon simple l'allure de la courbe de surface portante comme le montre la **Figure I.14**.

$$Ssk = \left[\frac{1}{Rq^3} \cdot \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N Zi^3 \right]$$

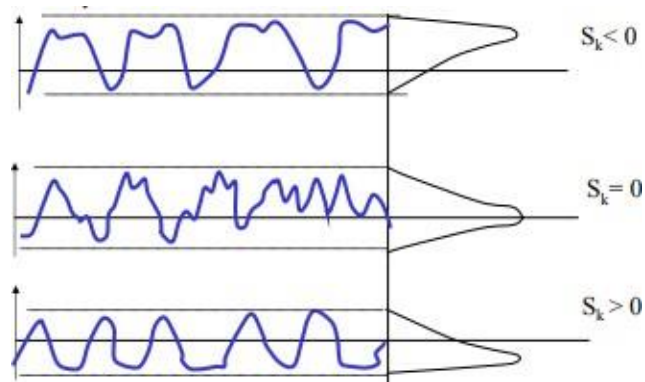


Figure I. 14. Coefficient de symétrie "Sk" [71].

Facteur d'aplatissement "Sku":

La valeur Sku (kurtosis en anglais) est une mesure de l'aspect pointu du profil de rugosité, comme indiqué sur la **Figure I.15**.

- Sku<3: La distribution de la hauteur est asymétrique au-dessus du plan moyen.
- Sku=3: La distribution de la hauteur est normale. (les parties pointues et les parties indentées coexistent)
- Sku>3: La distribution de la hauteur est en pointes.

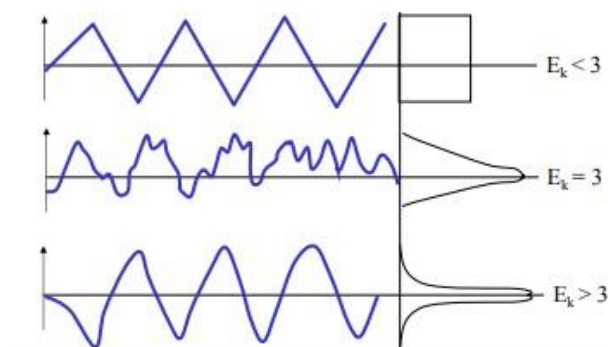


Figure I.15. Coefficient d'aplatissement "Sk" [71].

d. Les paramètres fonctionnels de volume:

Ils représentent le volume du vide des vallées pour la valeur p% du rapport de matière de surface. Les paramètres *Vmp*, *Vmc*, *Vvc*, et *Vvv*, montrés sur la **Figure I.16**, représentent

respectivement les volumes de matière des pics éliminés, de matière de la surface écrêtée, du vide de la surface écrêtée et du vide des vallées. Ces paramètres sont exprimés en unité de volume par unité de surface (ml/m^2 ou $\mu\text{m}^3/\text{mm}^2$). Afin d'utiliser les paramètres de volume, il est nécessaire de spécifier les taux de longueur portante surfacique, séparant les pics et vallées éliminés de la surface écrêtée. Par défaut, les taux de 10 % et de 80 % sont utilisés [68].

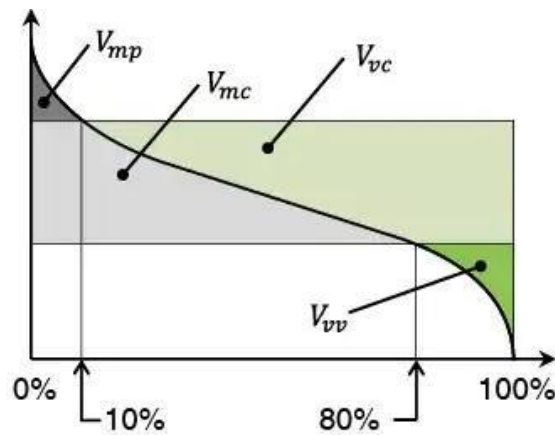


Figure I.16. Paramètres fonctionnels de volume d'une surface [68].

e. Paramètres hybrides

- Rapport de surface interfaciale développée "Sdr"

Ce paramètre, exprimé en pourcentage, décrit de combien une surface a augmenté par rapport à une surface de référence plane. Le Sdr d'une surface complètement plane est égal à 0 tandis que la présence d'une pente sur la surface entraîne l'augmentation de sa valeur. A titre d'exemple, une surface plane avec des pentes à 45 degrés aura un Sdr égal à 0,414; cela signifie que la surface s'est élevée d'un peu plus de 40%.

I.6.2.2. Caractéristiques mécaniques

a. La dureté superficielle

La dureté d'un matériau est généralement considérée comme sa résistance à l'indentation permanente. En général, un pénétrateur est pressé dans la surface du métal à tester sous une charge spécifique pendant un intervalle de temps défini, et une mesure de la taille ou de la profondeur de l'indentation est faite.

La dureté Vickers H_v s'exprime à partir de la diagonale d de l'empreinte laissée:

$$HV (MPa) \cong \left[0,189 \cdot \frac{F (N)}{d(mm)^2} \right]$$

En tribologie, on définit généralement la dureté H comme la pression moyenne de contact p_m conduisant à l'écoulement plastique du matériau [74]. Dans le cas de la dureté Vickers, elle s'exprime en divisant la force d'indentation par la surface réelle de contact $(\frac{d}{\sqrt{2}})^2$:

$$H = [2 \cdot \frac{F}{d^2} \cong \frac{2HV}{0,189} \cong 10HV]$$

Le but principal de l'essai de dureté est de déterminer si un matériau est convenable pour une application donnée, ou pour un traitement particulier auquel le matériel sera soumis. La facilité avec laquelle le test de dureté peut être fait en a fait la méthode d'inspection la plus courante pour les métaux et alliages, destinés aux applications mécaniques; et son importance revient à sa relation avec les autres propriétés du matériau.

En pratique, les essais de dureté sont divisés en deux catégories [75]: la macro-dureté et la micro-dureté. La macro-dureté fait référence aux tests avec des charges appliquées sur le pénétrateur de plus de 1 kg, alors que dans l'essai de microdureté, les charges appliquées sont de 1 kg et moins, et le matériau testé est très mince. Les applications de la microdureté incluent des pièces extrêmement petites, minces, trempées superficiellement, des surfaces plaquées et constituants individuels des matériaux. Dans les années 80 [71], est apparu le domaine de la « nanodureté », qui correspond à des charges appliquées inférieures à 1 gf, cette technique revêt un intérêt considérable dans le domaine des films minces et des micro-objets.

b. Les contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles peuvent être définies comme des contraintes qui persistent dans une pièce, après sa fabrication et son traitement, en l'absence de forces extérieures ou gradients thermiques [76].

Les contraintes résiduelles peuvent être classées en trois catégories [77] :

- Type I: macrocontraintes qui se développent dans le corps d'un composant à une échelle plus grande que la granulométrie du matériau;
- Type II: microcontraintes qui sont constantes au niveau du grain individuel;
- Type III: microcontraintes existants dans un grain, essentiellement dues à la présence des luxations et autres défauts cristallins.

- *Origine des contraintes résiduelles:*

Les contraintes résiduelles se développent pendant l'usinage, ou en raison de l'application des procédés impliquant la déformation du matériau, ou pendant son exposition à des traitement thermiques. Les contraintes résiduelles peuvent également se produire par un chargement en service. Ainsi, les contraintes résiduelles se classifient en:

- Écoulement plastique différentiel;
- taux de refroidissement différentiels;
- transformations de phase avec changements de volume, etc.

Tableau I 2. Différentes origines des contraintes résiduelles pour les opérations de mise en œuvre couramment utilisées dans l'industrie [77].

PROCÉDÉS	MÉCANIQUE	THERMIQUE	STRUCTURAL
Fonderie moulage	Non	Gradient de température pendant le refroidissement	Changement de phase
Grenailage, martelage, galetage, choc laser, pliage, roulage, filage repoussage, forgeage, redressage	Déformation plastique hétérogène entre le cœur et la surface de la pièce	Non	Oui dans certain cas, une opération peut réduire la taille de grain ou générer une transformation de phase (par exemple, une transformation martensitique pour des aciers inoxydables)
Rectification, tournage, fraisage, perçage, alésage	Déformation plastique due à l'enlèvement de copeaux	Gradient de température du à l'échauffement pendant l'usinage	Transformation de phase pendant l'usinage si la température est suffisamment élevée
Trempe sans transformation de phase	Non	Gradient de température	Non
Trempe superficielle avec transformation de phase (induction, faisceau d'électrons, laser, plasma, méthodes classiques)	Non	Gradient de température	Changement de volume dû à la transformation de phase
Cémentation, nitruration	Non	Incompatibilité thermique	Nouveau composant chimique avec changement de volume
Soudage	Bridage	Gradient thermique	Modification microstructurale (ZAT)
Brasage	Incompatibilité mécanique	Incompatibilité thermique	Nouvelle phase à l'interface
Dépôt électrolytique	Incompatibilité mécanique	Incompatibilité thermique	Composition de dépôt selon les bains
Projection à chaud (plasma, laser, jet Kote)	Incompatibilité mécanique, microfissuration	Incompatibilité thermique, gradient de température	Changement de phase de dépôt
PVD, CVD	Incompatibilité mécanique	Incompatibilité thermique	Changement de phase
Composites	Incompatibilité mécanique	Incompatibilité thermique	Non

I.6.2.3. Intérêt de l'intégrité de surface pour les prothèses totales de hanche

Depuis 1980, l'état de surface est introduit parmi les cinq critères décidant de l'insertion de l'implant dans l'os [31]. Pendant l'articulation, la surface de la cupule acétabulaire et la surface de la tête fémorale se touchent par les sommets de leurs aspérités, ce qui provoque des débris d'usure entraînant une perte osseuse et une ostéolyse. En conséquence, un grand intérêt est donné à l'amélioration des propriétés de ces surfaces afin qu'elles résistent mieux au frottement. Parmi les nombreuses caractéristiques de surface, la rugosité et la dureté superficielle ont été toujours la première préoccupation des chercheurs, vu qu'elles conditionnent directement le comportement des matériaux à l'usure, à la corrosion et à la fatigue, des phénomènes considérés comme les principales causes de l'échec de la PTH.

D'après Marinho [78], la surface totale intégrée de l'implant et le potentiel de fixation biomécanique de l'os sont conditionnés par une meilleure rugosité. Ceci permettrait de remonter l'interface os/implant et d'améliorer sa stabilisation. Kasemo et al. [79] ont trouvé que le comportement mécanique des implants bénéficie de la présence des micro-rugosités. Ceci s'explique par la bonne répartition des forces tout le long de l'implant, encourageant une mise en charge plus avancée.

Quant à l'usure, on a trouvé que l'augmentation de la rugosité de surface des composants de la tête fémorale augmente le taux d'usure [80]. La dépendance du taux d'usure du paramètre de rugosité Ra a été révélée dans une étude de simulateur de hanche par Wang & Essner [81], qui ont montré que le taux d'usure des cupules en UHMWPE est proportionnel à la racine carrée de la rugosité Ra. Une autre étude de Goswami et Alhassan [82] affirme que les paramètres primaires, influençant le taux d'usure de la cupule, étaient le diamètre de la tête, le poids matériel et la rugosité de la surface (Ra) de la tête. La **figure I.17** montre la variation du coefficient de frottement (**Figure I.17.a**) et du taux d'usure (**Figure I.17.b**) en fonction de la rugosité pour différents matériaux, utilisés dans la fabrication des PTH. Les deux facteurs ont presque la même allure en fonction de Ra. En effet, le coefficient de frottement et le taux d'usure augmentent avec l'augmentation de la rugosité Ra, quelque soit le matériau utilisé (métal ou céramique). En dépassant la valeur de Ra=0,10 μm , l'augmentation du coefficient de frottement et du taux d'usure devient relativement considérable, c'est ainsi que cette valeur est considérée critique [83].

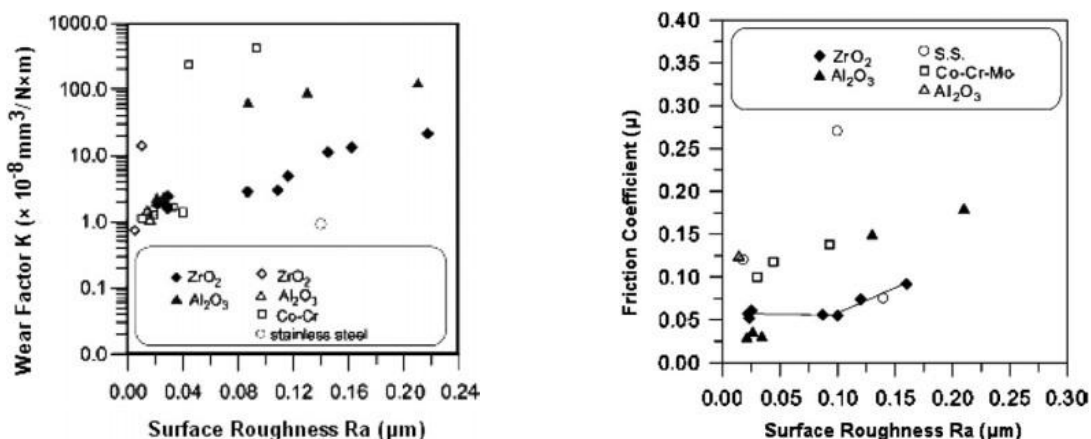


Figure I.17. Effet de la rugosité Ra sur : a) le taux d'usure; b) le coefficient de frottement des céramiques (Al₂O₃, ZrO₂) et alliages métalliques (acier inoxydable, Co-Cr, Co-Cr-Mo) [83].

En ce qui concerne la dureté superficielle, depuis les années 50, la dureté est considérée comme étant la propriété mécanique principale qui gère la résistance à l'usure. Archard [84] a montré que le matériau le plus dur résiste mieux à l'usure abrasive. Les scientifiques ont toujours cherché à déterminer une corrélation précise entre la dureté et l'usure. Une approche quantitative est basée sur la loi d'Archard [84]:

$$V = \left[\frac{kLS}{H} \right]$$

où V est le volume d'usure, L est la charge normale, S est la distance de glissement, H est la dureté de l'un des matériaux en interaction et k est le coefficient d'usure. La dureté est la seule propriété des matériaux apparaissant explicitement dans l'équation d'usure linéaire. Les effets de toutes les autres propriétés des matériaux sont incluses dans le coefficient k. Cette loi montre bien que le matériau le plus dur résiste le mieux à l'usure étant donné que la profondeur de pénétration sera réduite et donc le volume usé limité. Toutefois, ceci n'est pas toujours vrai. Parfois, le fait d'augmenter la dureté peut favoriser la transition du micro-labourage à la micro-coupe, puis à la micro-fracturation et par suite donner naissance à une augmentation du taux d'usure [85]. Ceci indique que les résultats du phénomène de frottement devraient s'appuyer en premier lieu sur des tests expérimentaux pour évaluer l'influence de la dureté sur l'usure, et en deuxième lieu sur l'étude de l'interférence de différentes caractéristiques influant le processus telles que la rugosité, les contraintes résiduelles, la lubrification..etc.

I.7. Traitements mécaniques de surface

Pour améliorer les performances d'une surface, sans affecter les propriétés du cœur du matériau, deux techniques sont généralement utilisées: les traitements de surface et l'application des revêtements. Le choix du traitement de surface à appliquer n'est pas un sujet assez évident. En effet, la pertinence d'un traitement de surface doit prendre en compte divers aspects, à savoir les propriétés spécifiques du matériau et l'application industrielle visée. Pour les applications biologiques, la modification de surface des biomatériaux a montré un grand potentiel en modifiant la composition et/ou la topographie de la surface fonctionnelle et la rendant ainsi mieux appropriée. Dans ce cas, une bonne tenue mécanique de la surface est nécessaire vu que, pendant le frottement, cette surface est soumise à des sollicitations mécaniques. Les traitements mécaniques de surface (TMS) font partie de nombreux procédés appliqués dans ce sens.

Les traitements mécaniques de surface sont des procédés basés sur la déformation plastique hétérogène de la surface traitée. Pendant le traitement, une pression est appliquée à la surface d'un matériau pour provoquer une déformation plastique par un outil de forme ou par une onde de choc [74]. Puisque cette déformation plastique est incompatible le long de la profondeur de la zone affectée, des contraintes résiduelles de compression sont générées. À cause de cette déformation plastique, il se peut qu'il y aurait également [86] :

- un écrouissage superficiel permettant de durcir une certaine profondeur de la surface;
- une réduction de la taille des grains déformés;
- une transformation de phase dans la zone écrouie.

Ces changements structuraux justifient l'avantage de ces traitements vu qu'ils renforcent le comportement du matériau vis-à-vis des sollicitations mécaniques comme la fatigue, l'usure et le frottement. Toutefois, ces seuls effets ne suffisent pas pour garantir la bonne mise en service des composants. En effet, certains traitements mécaniques de surface, particulièrement de finition comme le brunissage, possèdent deux particularités satisfaisantes par rapport aux autres procédés:

- L'amélioration de l'état de surface des pièces traitées, ou au moins la conservation de son état initial;
- L'introduction de contraintes résiduelles de compression.

I.7.1. Le principe de brunissage

Le brunissage est un traitement dérivé du galetage. En effet, si le galetage utilise un galet roulant sur la surface, le brunissage introduit dans l'outil une bille dure et libre de se déplacer pour impacter continuellement la surface. La **Figure I.18** représente le principe de brunissage. Sur cette figure, la bille roule de la droite vers la gauche sur une surface plane. Dans la zone A, les irrégularités de surface sont déformées élastiquement par une contrainte, générée suite à l'effort de compression; une fois leur limite élastique est dépassée, elles se déforment plastiquement de façon irréversible (zone B), et se compressent ainsi dans les creux. Cette action produit une surface plus lisse et plus dure. La hauteur D donne le taux de la déformation totale (élastique et plastique). Dans la zone C, la pression de contact diminue, ce qui a pour conséquence la décharge du matériau jusqu'à l'annulation de la déformation élastique. La hauteur E quantifie le retour élastique. Les valeurs de D et E étant différentes, une modification d'ordre dimensionnel est produite sur une faible épaisseur. Du fait de la

localisation de la déformation sur la couche superficielle, des contraintes résiduelles de compression sont générées.

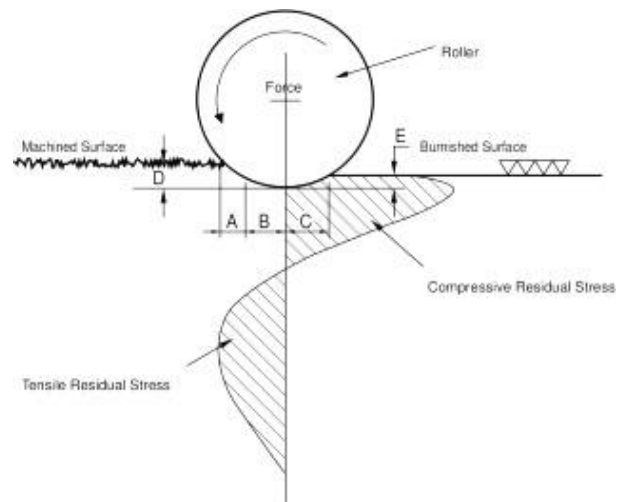


Figure I.18. Schéma du principe du procédé de brunissage [86].

Grâce à son efficacité sur l'amélioration de l'état de surface, le brunissage se positionne comme une alternative aux opérations de finition classiques telles que la rectification et les traitements de durcissement de surface, comme la trempe et le grenailage. La **Figure I.19** montre les différents caractéristiques de surface modifiées par brunissage.

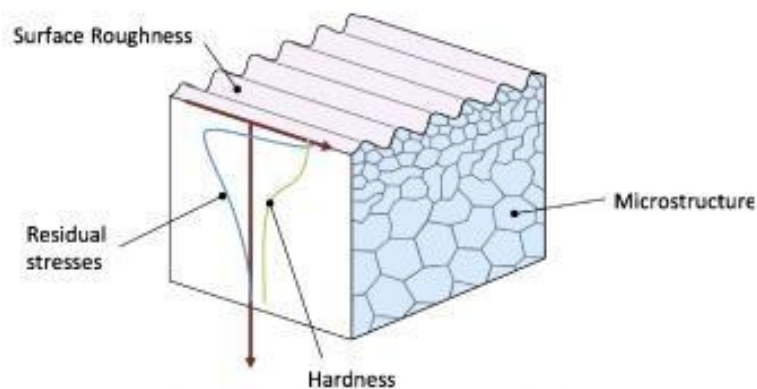


Fig. 1. Illustration of surface integrity parameters.

Figure I.19. Schéma des effets du galetage sur les différents paramètres d'état de la couche superficielle de la surface traitée [87].

Cependant, l'obtention des résultats avantageux par le traitement est conditionnée par deux facteurs principaux :

- La capacité du matériau à subir une déformation plastique: il est généralement préconisé que l'allongement du matériau doit être au minimum de 5 % [86]. D'autres

recommandations indiquent que la résistance à la rupture ainsi que la dureté du matériau doivent être inférieure respectivement à 1400 MPa et 45 HRC, pour que le matériau soit déformable par brunissage [86];

- L'ajustement des paramètres de brunissage: les paramètres du traitement tels que la charge appliquée, l'avance, la vitesse de rotation, la profondeur de pénétration, le nombre de passes..etc. peuvent être fixés à des valeurs différentes selon les caractéristiques du matériau à traiter et les essais préliminaires. C'est en fonction de ces paramètres que va dépendre l'état de surface final de la pièce. Ainsi, un bon compromis entre ces valeurs est exigé pour réussir le traitement, et un mauvais ajustement de l'un des paramètres peut donner des résultats inattendus.

I.7.2.Paramètres du traitement

En général, le brunissage dépend des paramètres opérationnels, à savoir [69]:

- La charge appliquée;
- La rugosité initiale de la surface;
- L'avance par rapport à la pièce;
 - Le nombre de passes;
 - La nature du matériau à traiter;
 - Les caractéristiques de la bille (matériau de base, dureté, dimensions).

Cette liste n'est pas exhaustive, d'autres paramètres tels que la vitesse de brunissage, la profondeur de pénétration, la géométrie et les dimensions de la pièce contribuent à l'aspect final de la surface obtenue. Dans la littérature, de nombreux études ont concentré sur l'effet de ces paramètres sur les propriétés de surface du matériau traité.

a. Effet des paramètres de brunissage sur la rugosité

La rugosité est le premier facteur fortement affecté par le brunissage. Différents travaux ont prouvé, d'ailleurs, cet effet.

Une étude de Hassan [88] a montré que le brunissage de l'aluminium permet de diminuer la rugosité R_a en augmentant la force de brunissage et le nombre de passes de l'outil. Il a été également traité le laiton dans une étude ultérieure [89], et a observé le même résultat.

Dans l'étude de El-tayeb et al. [90], la vitesse, la force et la dimension de l'outil de brunissage ont été variées afin d'analyser leur effet sur le paramètre de rugosité Ra de l'aluminium 6061; les résultats indiquent qu'une faible force de brunissage, inférieure à 225 N, peut réduire la rugosité de 58%. Au-delà de cette limite, la rugosité commence de se détériorer. Aussi, le brunissage avec un diamètre de bille inférieur à 14 mm est permis de réduire la rugosité de surface jusqu'à 75%. Quant à la vitesse, un intervalle de [200-380 tr/min] s'est avéré optimal pour améliorer la qualité de surface de l'alliage étudié.

Laouar et al. [91] ont expérimenté le brunissage sur l'acier XC48 pour améliorer son état de surface; par conséquent, une amélioration de la rugosité Ra variant de 50% à 83% est obtenue. Les auteurs ont insisté, d'ailleurs, sur la nécessité du choix des paramètres à varier ainsi que les valeurs associées. En effet, La méthode de plan d'expérience se basant sur le modèle de Box-Behenken a permis de préciser que des valeurs moyennes de la force appliquée, ainsi qu'une bille à grand rayon, sont conseillées pour réduire la rugosité Ra.

Gharbi et al. [92] ont utilisé la méthode de Taguchi pour étudier l'effet de la vitesse, de la force et la vitesse d'avance du brunissage sur la rugosité Ra d'une surface plane d'un acier AISI 1010. Les résultats indiquent qu'une force de brunissage supérieure à 400 N provoque un écaillage de la surface. Les paramètres de brunissage optimaux pour les plaques d'acier étaient une combinaison d'une vitesse de 235 tr / min, d'une force de 400 N et d'une avance de 0,18 mm / tr. En utilisant ces paramètres, la rugosité moyenne de surface Ra a été améliorée de 49 %, c'est à dire de $Ra = 2,48$ à $Ra = 1,75 \mu\text{m}$.

Le travail de Li et al. [93] présente le brunissage des alliages AISI 5140 et AA 7075 en fonction de plusieurs paramètres. Ils ont souligné que la force de brunissage joue le rôle crucial dans la réduction de la rugosité de surface. Cette dernière, étudiée à travers l'indicateur Rz (hauteur maximale du profil), a diminuée de 25%. En outre, une expression décrivant la relation entre la rugosité Rz et la force appliquée a été présentée.

Revankar . [94] ont varié la vitesse, l'avance, la force de brunissage et le nombre de passes pour optimiser, par la méthode de Taguchi, le processus de brunissage de l'alliage Ti-6Al-4V. Leur résultat montre que l'avance et la vitesse sont les principaux paramètres permettant de minimiser la rugosité de la surface. Après traitement, ils ont réduit la rugosité de la surface d'un pourcentage de 77%.

Dans le travail de Yuan et al. [95], divers paramètres, à savoir la vitesse de rotation, la profondeur de pénétration, et l'avance de brunissage ont été variés pour optimiser la rugosité

de surface finale de l'alliage TA2. Dans ce but, la méthodologie de surface de réponse utilisant le modèle de Box-Behnken est suivie; il découle une relation empirique liant la rugosité aux paramètres du processus, a été relevée. Par conséquent, le modèle affirme que la vitesse de rotation et la profondeur de pénétration sont les paramètres les plus importants pour réduire la rugosité de la surface de 63% par rapport à l'état initial.

Amdouni et al. [96] ont appliqué six nouvelles stratégies de brunissage optimisé sur l'alliage d'aluminium 2017A-T451. Deux tests sont effectués en 2 passes successives et perpendiculaires à la direction de tournage alors que quatre tests avaient une direction croisés; les résultats ont montré qu'une amélioration de 81% des paramètres de rugosité (Ra, Rq, Rz et Rt) peut être obtenue, en utilisant une stratégie de deux passes croisées.

b. Effet des paramètres de brunissage sur la microdureté

Hassan [88] a trouvé que la dureté de surface de l'aluminium diminue, si on fixe des valeurs élevées de l'avance et de la vitesse de brunissage, alors qu'elle augmente quand on applique une force élevée et un nombre important de passes.

Loh et al. [97] ont estimé l'effet des paramètres de brunissage : la profondeur de pénétration, l'avance, le matériau de la bille et le lubrifiant, sur la dureté superficielle de l'acier AISI 1045. Ils ont conclu que l'avance influence crucialement sur la dureté de la surface. Dans les couches sous-jacentes, la microdureté n'était pas homogène mais variée. En effet, la couche dont la dureté est maximale, améliorée à 68%, se trouve immédiatement sous la couche brunie plutôt qu'en surface.

El-Axir et El-khabeery [98] ont étudié la variation de la vitesse de brunissage, la profondeur de pénétration, le temps de brunissage et la dureté initiale de cinq matériaux différents (alliage d'aluminium 2014, laiton, et trois différents aciers) sur la dureté de la surface. Il a été constaté que tous les paramètres d'entrée ont un effet sur la réponse de sortie, avec un pourcentage différent. Les résultats ont montré que la profondeur de pénétration et le temps de brunissage sont les paramètres majeurs contrôlant la dureté superficielle. En effet, les meilleurs résultats de la microdureté obtenue reviennent à l'application à la fois d'une faible profondeur de pénétration et d'un temps de brunissage élevé ou une profondeur de pénétration élevée avec une faible dureté initiale du matériau.

El tayeb et al. [99] ont présenté les paramètres optimums pour augmenter la dureté de l'alliage d'aluminium 6061, en observant que le brunissage avec une vitesse de 110 tr / min

offre la plus grande amélioration de la dureté de 39%, tandis qu'une bille de faible diamètre durcit la surface quelque soit la force et la vitesse appliquées.

Laouar et al. [91] précisent que la dureté superficielle peut être augmentée de 17% par la fixation d'une avance faible, une charge élevée, et un petit rayon d'outil.

Dans la même étude, citée précédemment [94], Revankar et al. ont trouvé que l'optimisation du brunissage du Ti-6Al-4V par la méthode de Taguchi a permis de maximiser la microdureté à 17%. En plus, la force de brunissage et le nombre de passes avaient un effet primordial sur la microdureté.

L'objectif d'une étude de Hamadache et al. [100] était d'optimiser le processus de brunissage afin de maximiser la dureté de l'alliage 36CrNiMo6; ils ont aperçu qu'elle a augmenté de 66,35 HRA à 71,3 HRA le long d'une profondeur de 100 μm . L'analyse de leur résultat a montré que la force de brunissage, le rayon de la bille et le nombre de passes de l'outil de brunissage ont les effets les plus significatifs sur la dureté.

Gharbi et al. [101] ont précisé que la dureté superficielle des plaques d'acier AISI 1010 est influencée lors du brunissage surtout par la force, suivie par la vitesse, et dans un degré moindre par l'avance. Un modèle de prédiction de second ordre a été développé afin de déterminer le régime optimal de maximisation de la dureté. D'après l'étude, la dureté de l'acier augmente de 59 à 65,5 HRB à condition que la force ne dépasse pas 400 N, au-delà l'écaillage du métal se produira. Cependant, il convient de noter que l'augmentation de la force de brunissage augmente la profondeur de la couche durcie.

Après optimisation des paramètres (l'avance, la vitesse et la profondeur de pénétration), Amdouni et al. [96] ont changé la direction des passes de brunissage sur une surface plane de l'alliage d'aluminium 2017A-T451; avec deux passes successives et perpendiculaires à la direction du tournage, ils améliorent la nano-dureté de 17% de sur une profondeur de 500 μm .

c. Effet des paramètres de brunissage sur les contraintes résiduelles

Dans le travail de Rodríguez et al.[102], la surface de l'acier AISI 1045 est déformée et est caractérisée par les mesures aux rayons X afin de quantifier les contraintes résiduelles résultante. Ils ont remarqué qu'après tournage, des contraintes résiduelles de traction sont présentes dans la surface. Cependant, le brunissage les a transformées en contraintes résiduelles de compression, générées sur une profondeur de 1 mm.

Abrão et al. [103] ont remarqué que l'acier AISI 1060 répond positivement après brunissage. En effet, des contraintes résiduelles de compression sont produites dans l'extrême de la surface. Ces contraintes augmentent avec l'augmentation de pression appliquée et elles atteignent -1730 MPa, en utilisant une pression de 300 bars et trois passes de brunissage.

Gharbi et al. [101] ont tenté de comparer les résultats en fonction des directions de brunissage, dans le sens de l'avance et dans le sens transversal, d'un acier AISI 1010. Il ont remarqué que, dans le sens de l'avance, la force de brunissage possède une influence significative sur les contraintes résiduelles, mais pas dans le sens transversal. Une réduction de 420 MPa est obtenue dans le sens de l'avance par rapport à 155 MPa dans le sens transversal.

Chomienne et al. [87] ont étudié l'effet des paramètres de brunissage sur les profils de contraintes résiduelles dans les directions axiale et circonférentielle d'un acier inoxydable martensitique 15-5PH; les résultats soulignent que le brunissage induit une couche compressive intense et de profondeur 0,3 mm. Parmi les paramètres variés, la force normale est la plus agissante sur l'épaisseur de la couche affectée, alors que la vitesse, l'avance et le nombre de passes ont une influence limitée sur les profils des contraintes résiduelles.

García-Granada et al. [104] ont testé l'acier AISI 1038 et l'alliage d'aluminium AA2017-T4II pour évaluer l'effet du brunissage sur les contraintes résiduelles. Ils ont confirmé, par deux méthodes de mesure différentes, que le brunissage introduit des contraintes résiduelles intenses jusqu'à une profondeur de 0,6 mm.

Amdouni et al. [96] affirment que l'acier AISI 1010 laminé présente, avant traitement, des contraintes résiduelles de compression en surface dues au laminage à chaud de la tôle lors de sa préparation. Suite au brunissage, les contraintes résiduelles augmentent jusqu'à -450 MPa pour une force de 400 N, valeur qui a le plus d'influence sur le niveau des contraintes. En effet, des valeurs supérieures à 400 N font diminuer les contraintes résiduelles à cause de la décohésion du métal.

Salahshoor et al. [105] ont affirmé que le brunissage d'un alliage Magnésium-Calcium (Mg-Ca_{0,3}), utilisé dans l'industrie biomédicale, lui offre une meilleure intégrité de surface caractérisée par des contraintes résiduelles de compression élevées, un écrouissage prolongé et un changement de granulométrie sur une profondeur importante de la surface.

d. Effet des paramètres de brunissage sur l'usure

La résistance à l'usure des aciers doux a été améliorée après brunissage d'après Rajaselkariah & Vaidyanathan [106]. Après avoir réduit la rugosité et augmenté la dureté superficielle, la résistance à l'usure a été renforcée de 40%. En effet, la charge appliquée avait l'effet dominant sur la résistance à l'usure et, de grandes valeurs sont conseillées pour atteindre l'objectif de réduction du taux d'usure de l'acier étudié.

Les résultats expérimentaux de Neema & Pandey [107] sur l'acier doux ont indiqué que le brunissage permet de durcir la surface de 50%. Par conséquent, le volume de matière usée est significativement réduit. Par ailleurs, la force de brunissage et le nombre de passes sont les paramètres les plus importants qui gouvernent la capacité abrasive de la surface finale.

Hamadache et al. [108] ont conçu un nouveau outil pour le galetage et le brunissage et l'ont testé sur l'acier Rb40. Ils ont trouvé que le taux d'usure a été diminué de 3,32 à 0,053% grâce au brunissage, c'est-à-dire une amélioration de 98%. Ils expliquent d'ailleurs que cet effet positif est dû à l'amélioration de l'état de surface en termes de rugosité ainsi que de dureté.

L'étude réalisée par Rao et al. [109] a montré que les paramètres de brunissage optimums, permettant d'offrir à l'acier HSLA biphasé une résistance à l'usure la plus élevée, sont: une bille de 16,5 mm de diamètre, une graisse comme lubrifiant, une avance de 0,085 mm / tr, une vitesse de 22,62 m / min, et une force de brunissage de 25 kgf. Cet effet avantageux est expliqué par un durcissement de la surface de 45% par rapport à l'état initial.

Les aciers XC18 et XC48 ont été traités par brunissage et testés à l'usure, dans une étude de Laouar [69]. Après optimisation du processus, la rugosité et la dureté sont améliorées et les tests d'usure menés ont permis de révéler l'effet bénéfique du brunissage sur la tenue au frottement des pièces. En effet, un gain de 20% est obtenu en utilisant une bille en diamant.

El tayeb et al. [90] ont testé l'alliage d'aluminium 6061 à l'usure sec. Les résultats ont montré que le coefficient de frottement dépend de la rugosité Ra. En effet, des faibles coefficients de frottement sont obtenus par la réduction de Ra. Aussi, de faibles valeurs de la force sont testées positives pour réduire moins de volume usé de matière.

Low et al. [110] ont testé la réponse des polymères POM (polyoxyméthylène) et PUR (polyuréthane) au brunissage. Ils ont découvert que le traitement a un effet très positif sur

l'état de surface, et la résistance à l'usure des polymères étudiés, à condition de fixer une combinaison de valeurs modérées de la force et de la vitesse, un faible taux d'avance et une petite taille de la bille. L'amélioration du coefficient de frottement, dûe à la rugosité réduite, est estimée à 32,9% pour un POM et 28,8% pour un PUR. Quant au taux d'usure, il a diminué de 38,6% et 37,9% respectivement pour POM et PUR.

Revankar et al. [111] étaient intéressés par l'amélioration de la résistance à l'usure des alliages de titane par brunissage. Ils ont optimisé le processus par la méthode de Taguchi, et révélé que la force de brunissage et le nombre de passes sont les paramètres significatifs pour diminuer le taux d'usure spécifique, tandis que l'avance et la vitesse de brunissage jouent un rôle important dans la minimisation du coefficient de friction; après traitement, le taux d'usure a diminué de 52%, tandis que le coefficient de frottement est réduit de 64% par rapport à la surface tournée.

Pohrelyuk et al. [112] ont établi que la meilleure résistance à l'usure de l'alliage de titane VT22, est conditionnée par l'application d'une faible force de brunissage et d'un grand nombre de passes. Cette amélioration est due à une réduction de la rugosité ainsi qu'à une augmentation de la microdureté.

Bourebria et al. [113] ont estimé les propriétés d'usure d'un acier, à travers l'analyse des paramètres tribologiques (R_k , R_{pk} , R_{vk}) de rugosité. Ils ont observé que, quelque soit le nombre de passes subi par la pièce, le brunissage offre les meilleurs résultats des paramètres tribologiques par rapport au tournage. Par ailleurs, appliquer trois passes permet de diminuer particulièrement les paramètres R_k , R_{pk} et R_{vk} , offrant à la surface une topographie de type plateau, ce qui renforce ses propriétés de glissement, de roulement et de lubrification. Les mêmes paramètres tribologiques ont été étudiés, après brunissage, par Abrão et al. [103]; ils ont observé une réduction des trois indicateurs.

Les travaux, cités précédemment, sont tous concentré sur l'effet du brunissage sur les propriétés de surface des alliages métalliques, autres que le 316L. Quant à ce dernier, il y a un manque aigu de travaux, ayant étudié l'effet du brunissage sur ses propriétés de surface. Loh et al. [114] ont utilisé la technique de Taguchi pour établir les paramètres optimaux, permettant l'obtention d'une bonne finition de surface sur des échantillons plats. Il ont constaté qu'une rugosité minimale ($0,6 \mu\text{m}$) pourrait être obtenue, en utilisant le ZrO_2 comme matériau de base de la bille, le kérosène comme lubrifiant, une profondeur de pénétration de $20 \mu\text{m}$, une avance de 110 mm/tr et une vitesse de brunissage de 300 mm / min . Yilmaz & Sadeler [115] ont trouvé que l'application du brunissage sur le 316L permet de réduire sa rugosité de

50% et augmenter sa microdureté de 36% sur une profondeur de 180 μm . Dans une étude ultérieure [116], ils ont conclu que le brunissage offre au 316L une meilleure résistance à l'usure, exprimée par une réduction de 62% du volume perdu; ils expliquent d'ailleurs que ce gain est dû à une amélioration de la microdureté. Dans une étude de Tanaka et al. [117], la surface de l'AISI 316 est traitée par brunissage et testée en utilisant la nanoindentation pour évaluer le durcissement superficiel et les mesures aux rayons X pour quantifier les contraintes résiduelles. Après traitement, des contraintes résiduelles de compression intenses de 700 MPa sont générées au niveau de la couche brunie, de plus une amélioration de la dureté de 100 HV est obtenue également. Un travail de Maximov et al. [118] indique que le brunissage de l'acier inoxydable AISI 316Ti permet d'avoir: une rugosité $R_a = 0,055 \mu\text{m}$, une micro-dureté augmentée de plus de 32%, une résistance à l'usure significative, des contraintes résiduelles de compression maximales, une augmentation de la résistance à la fatigue de 38,9%, et une durée de vie à la fatigue de plus de 385 fois.

I.8. Conclusion:

D'après l'étude théorique présentée, on peut conclure que les propriétés des biomatériaux, utilisés en orthopédie, sont fortement liées aux propriétés et à l'intégrité de leur surface. En effet, il est bien évident que la surface joue un rôle important dans le contrôle de la résistance à l'usure de l'implant, et donc dans le contrôle de sa durabilité et fiabilité. En outre, le traitement de brunissage est approuvé efficace pour l'amélioration des propriétés locales de la surface, et ainsi il peut améliorer le fonctionnement des implants à long terme. D'après les recherches bibliographiques présentées, le brunissage ne peut assurer ce but que lorsqu'il est bien organisé et aussi optimisé. Le prochain chapitre développe en détail cette problématique.

Chapitre II: Matériels & Techniques

Expérimentales

II.1.Introduction

La réussite du traitement de brunissage, en termes des propriétés améliorées, est conditionnée par le choix convenable des paramètres ainsi que leurs valeurs associées. Pour cela, l'optimisation du processus est une méthode efficace et rapide produisant des résultats pertinents.

Dans ce chapitre, nous décrivons la méthodologie du travail ainsi que l'ensemble des techniques expérimentales utilisées. La présente étude est basée sur trois parties principales:

- La première partie concerne l'étude de l'effet du traitement de brunissage sur les propriétés de l'acier inoxydable 316L, à savoir la rugosité et la microdureté de surface. En effet, nous expliquerons, dans cette étape, la modélisation des réponses étudiées (rugosité R_a , micro dureté Vickers H_v) par l'approche des plans d'expériences: chacune de ces réponses est exprimée par une équation mathématique liant les paramètres de brunissage avec sa valeur prédite. Les paramètres de brunissage variés dans cette partie sont :
 - La force appliquée P_x ;
 - L'avance de brunissage f ;
 - Le diamètre de la bille D_b .

Ainsi, deux régimes optimaux correspondants à l'obtention d'un minimum de rugosité et à un maximum de microdureté sont obtenus par ces modèles.

- Dérivée automatiquement de la première partie, la deuxième étape du travail consiste à valider les modèles mathématiques générés. En effet, pour chaque réponse, nous mesurons la valeur réelle obtenue après l'application du régime optimale, et la comparer ensuite avec celle prédite par le modèle.
- Dans une troisième étape, nous présenterons l'effet d'un autre paramètre de brunissage: le nombre de passe "i" sur les deux réponses optimisées précédemment, et aussi sur la résistance à l'usure de l'acier 316L. Cette dernière fait l'objet principal de cette partie.

II. 2.Matériau d'étude

II.2.1. Composition chimique

Le matériau étudié dans ce travail est un acier inoxydable austénitique AISI 316L fourni par Roldan S.A (Espagne). La composition chimique de cet acier relevée par adsorption atomique est montrée dans le **tableau II.1**.

Tableau II. 1.Composition chimique de l'acier inoxydable 316L étudié.

Elément	C	Cr	Ni	Mo	P	S	Si	Mn	Co	Ti	N	Cu	Fe
Pourcentage	0,02	16,6	10,3	2,0	0,0	0,0	0,4	1,5	0,1	0,00	0,0	0,2	Rest
e (%)	4	4	5	3	2	2	0	1	8	6	4	9	e

Chaque élément d'addition présent dans l'acier 316L a un effet sur ses différentes propriétés. Le carbone (C) a le rôle de former un acier. Le chrome (Cr), étant l'élément d'addition principale, il permet d'augmenter la résistance à la corrosion de cet acier. Toutefois, la présence du C avec une quantité élevée de Cr risque de produire la corrosion intergranulaire par la formation des carbures de types " $Cr_{23}C_6$ ". Pour cela, la teneur en carbone est maintenue inférieure à 0,03% pour éviter ce phénomène et l'acier est nommé ainsi (low carbon), d'où le signe "L" du désignation. Le nickel (Ni) stabilise la phase austénitique et sert également à améliorer la résistance à la corrosion. Le molybdène (Mo) est ajouté aussi pour renforcer la résistance à la corrosion uniforme, ainsi que la résistance à la corrosion par piqûre.

II.2.2. Caractéristiques mécaniques et structurales

Les caractéristiques mécaniques d'une barre cylindrique de 316L utilisée sont montrées dans le **tableau II.2**.

Tableau II. 2.Propriétés mécaniques de l'acier 316L étudié.

Propriété	Limite d'élasticité	Résistance à la traction	Allongement	Dureté	Résilience
Valeur	0,024	16,64	10,35	2,03	0,02

Pour ses propriétés structurales, l'acier 316L, pareillement à tous les aciers inoxydables austénitiques, est composé d'une matrice austénitique dont les grains sont polygonaux. Pour en confirmer, une analyse microstructurale de l'acier a été effectuée. Au préalable, la surface a été préparée suivant les étapes de:

- Échantillonnage: un échantillon de dimension $\varnothing = 3 \text{ cm} \times 1 \text{ cm}$ est découpé sous refroidissement à l'aide d'une microtronceuse métallographique.
- Polissage de dégrossissage: cette opération consiste à frotter, avec refroidissement, la surface à examiner sur papier abrasif, fixé sur polisseuse à plateau rotatif. En utilisant

le papier abrasif de d'indice granulométrique croissant jusqu'à 2400, la surface de l'acier devient de plus en plus polie et acquiert à la fin un aspect miroir.

- Polissage de finition: il consiste à frotter la surface polie sur papier feutre en ajoutant une suspension d'alumine. Cette opération sert à éliminer toutes les rayures rémanentes des opérations précédentes
- Attaque chimique électrolytique: une solution à 10% d'acide oxalique a été utilisée pour faire apparaître les joints de grains. La surface a été attaquée pendant 30sec puis nettoyée avec de l'eau distillé et séchée à l'air.
- Observation métallographique: un microscope optique de marque Nikon eclipse LV 100 NO (**Figure II.1**), branché à un micro-ordinateur, permet l'observation et l'enregistrement des micrographies par le logiciel NIS-ELEMENTS.

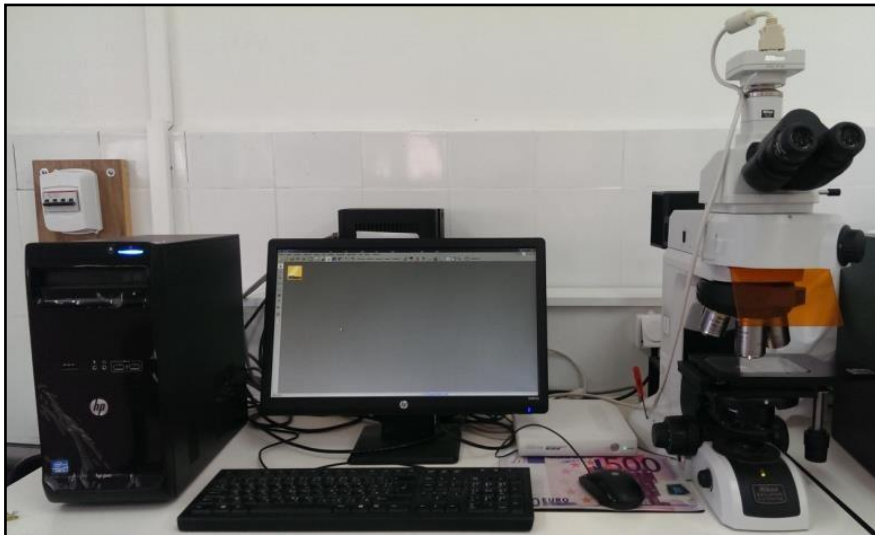


Figure II.1. Microscope optique utilisé pour l'observation métallographique.

L'observation métallographique nous a permis d'examiner la microstructure de l'acier 316L, montrée dans la **Figure II.2**; elle révèle une microstructure austénitique dont les grains sont polygonaux, les joints de grains sont bien identifiés ainsi qu'une grande densité de macles.

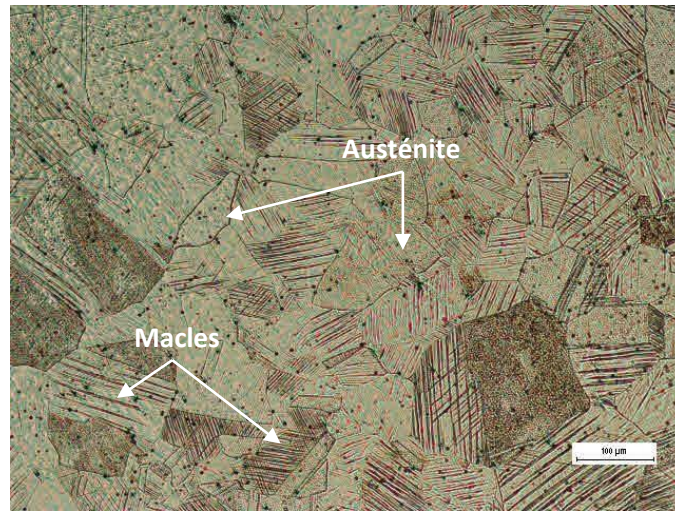


Figure II. 2.Microstructure de l'acier inoxydable 316L.

II.3. Méthodologie expérimentale

Dans cette section, nous exposons la méthodologie suivie dans le présent travail. La démarche expérimentale est basée sur deux traitements de brunissage consécutives dont chacun a des variables différentes. Le premier traitement vise à optimiser la rugosité et la microdureté afin que le deuxième traitement puisse encore améliorer ces deux propriétés. Subséquemment, Il est fort possible que ceci entrainera également l'amélioration de la résistance à l'usure.

II.3.1. Première partie : traitement par brunissage et optimisation de la rugosité et de la microdureté

Afin d'avoir des résultats optimaux, tout en limitant le nombre des essais, nous avons poursuivi une approche basée sur les plans d'expérience. Ces plans, comme le montre la **Figure II.3**, permettent de définir le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt, y , et des variables, x_i en déterminant une fonction du type : $y = f(x_i)$. L'intérêt de l'utilisation des plans d'expériences revient à leurs avantages nombreux. En effet, ils servent à :

- Avoir le maximum d'informations en appliquant le minimum d'expériences;
- Déterminer l'influence des grandeurs variées sur la réponse étudiée en utilisant des représentations graphiques;
- Optimisation des résultats en attribuant aux facteurs les valeurs permettant d'avoir le meilleur résultat;
- Limiter le temps de l'étude et économiser la matière première.

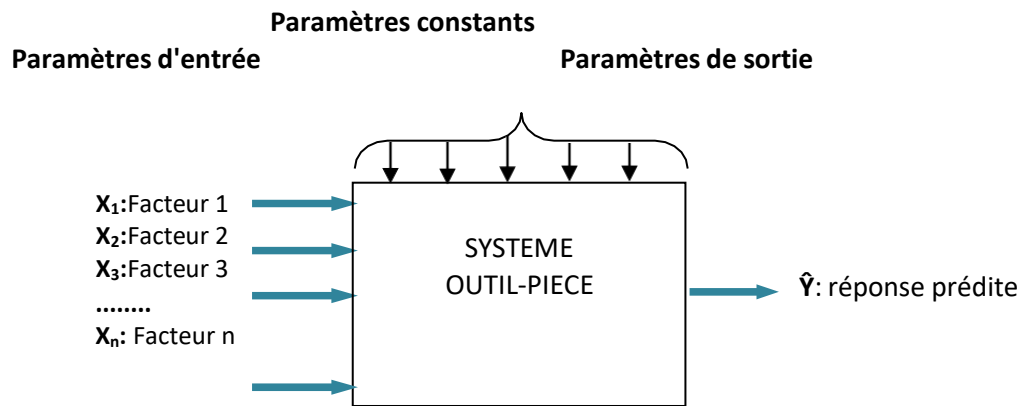


Figure II.3. Schéma exprimant le principe de l'expérimentation.

Les essais expérimentaux ont été effectués selon les plans d'expériences pour surface de réponse basés sur le modèle de Box-Behnken. Ce plan permet d'établir un modèle mathématique du second degré:

$$\hat{y} = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + e \quad (\text{II. 2})$$

où:

- \hat{y} : est la réponse prédite.
- x_1, x_2, x_3 : représentent les valeurs de niveaux attribués au facteur.
- $a_0, a_1, a_2, a_3, a_{12}, a_{13}, a_{23}, a_{11}, a_{22}, a_{33}$: sont les coefficients du modèle mathématique calculés à partir des résultats des expériences.
- e : est l'erreur de prédiction.

Le plan de Box-Behnken à trois facteurs à trois niveaux nécessite 15 expériences. La matrice d'expérience est illustrée sur le **tableau II. 3**.

Tableau II. 3. Plan de Box-Behnken pour trois facteurs.

N d'essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
1	0	-1	-1
2	+1	0	-1
3	0	+1	-1
4	-1	0	-1
5	-1	-1	0
6	+1	-1	0
7	+1	+1	0
8	-1	+1	0
9	0	-1	+1
10	+1	0	+1
11	0	+1	+1
12	-1	0	+1
13	0	0	0

Les essais de brunissage ont été menées selon le plan Box-Behnken vu qu'il est reconnu par ses caractéristiques particulières:

- Il permet d'obtenir un modèle de seconde degré avec les interactions d'ordre deux.
- Il possède la propriété de séquentialité. En effet, si l'on ajoute un autre facteur, l'enchaînement de la matrice montrée ci-avant ne se modifie pas, et il suffit de la compléter par de nouvelles expériences.
- Il est facile à mettre en œuvre, avec réduction du nombre d'expériences.
- L'erreur sur la position des points expérimentaux n'a pas une grande influence sur les coefficients du modèle mathématique. De ce fait, les erreurs de prédiction sur les réponses prédites sont faibles, d'où une bonne précision.

Pour le traitement des données, nous avons utilisé un programme sous Matlab 6.5 [91] pour déterminer la fonction de prédiction des réponses en fonction des paramètres d'entrée, calculer les coefficients F et R^2 et optimiser les paramètres d'entrée permettant d'obtenir la meilleure réponse. Le programme en question se déroule suivant l'organigramme présenté sur la **figure II.4.**

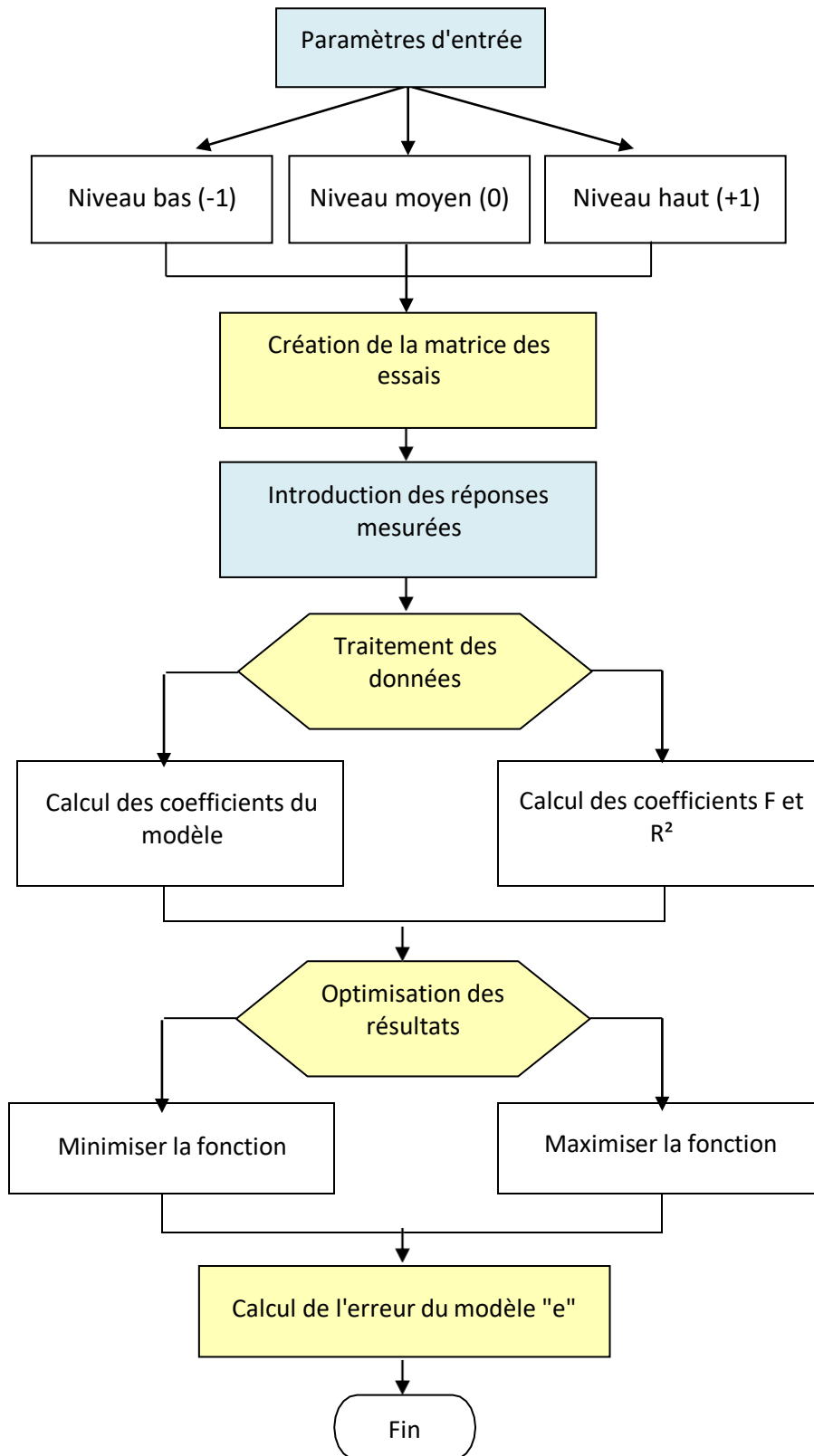


Figure II. 4. Organigramme de calcul.

Pour le présent travail, les fonctions de minimisation et de maximisation réfèrent aux grandeurs Ra et Hv, respectivement. Le coefficient de Fisher **F** et le coefficient de détermination **R²** sont calculés afin d'évaluer la qualité du modèle, c'est à dire de vérifier s'il est bien ajusté à un modèle statistique. En principe, si la valeur calculée de fisher est inférieure à celle théorique, le modèle est bon [119], de plus si la valeur de R² est proche de 0,98, le modèle peut être considéré comme bien ajusté [120,121].

Sur la base des mesures obtenues de rugosité et de microdureté, les modèles mathématiques sont créés et adoptés. Ensuite, une étape de validation de chaque modèle est faite pour évaluer son efficacité. En effet, pour chaque régime, de minimisation de rugosité et de maximisation de la microdureté, un échantillon est traité en fixant les paramètres optimaux, puis caractérisé pour acquérir ses valeurs de Ra et Hv, dites ainsi "les valeurs réelles". Cette tâche finalise la première partie du travail et donne accès au deuxième traitement de brunissage que nous détaillons dans la partie suivante.

II.3.2. Deuxième partie :traitement par brunissage et optimisation de la résistance à l'usure

Étant donné que le nombre de passes de brunissage est un facteur très influant sur les propriétés physiques et géométriques de la couche superficielle de la surface du matériau [122,123], nous avons procédé à un deuxième traitement de brunissage, en variant le nombre de passes "i" de i=1, 2 jusqu'à i=5, sous les régimes optimaux. Le but de cette partie est d'améliorer la résistance à l'usure du 316L à travers la minimisation de Ra ou la maximisation de la microdureté Hv. Ensuite, nous comparons les deux régimes pour voir lequel peut offrir au 316L un comportement tribologique le plus satisfaisant possible.

Pour éviter que la précision des résultats soit affectée, le deuxième traitement a été effectué sur la même pièce, en utilisant les mêmes conditions de traitement. Dix échantillons ont été retenus dont cinq correspondent au régime de minimisation de Ra et cinq à celui de maximisation de Hv.

II.4. Préparation des échantillons

II.4.1. Machine outil

La préparation des échantillons et leur traitement par brunissage, ont été effectuées sur un tour à charioter et à fileter, modèle 1A616 de puissance sur la broche égale à 4,6 kW(**Figure II.5**).



Figure II.5.Tour parallèle 1A616.

II.4.2. Outil de brunissage

L'outil de brunissage, montrée sur la **Figure II.6**, est composé d'un dispositif contenant un ressort qui permet de transmettre l'application d'une charge transversale P_x à une bille en acier 100C6 d'un diamètre D_b . Trois billes ont été utilisées dont les diamètres : 7mm, 10 mm et 13 mm. La bille étant chargée et en mouvement libre, elle déforme continument la surface de l'acier 316L.

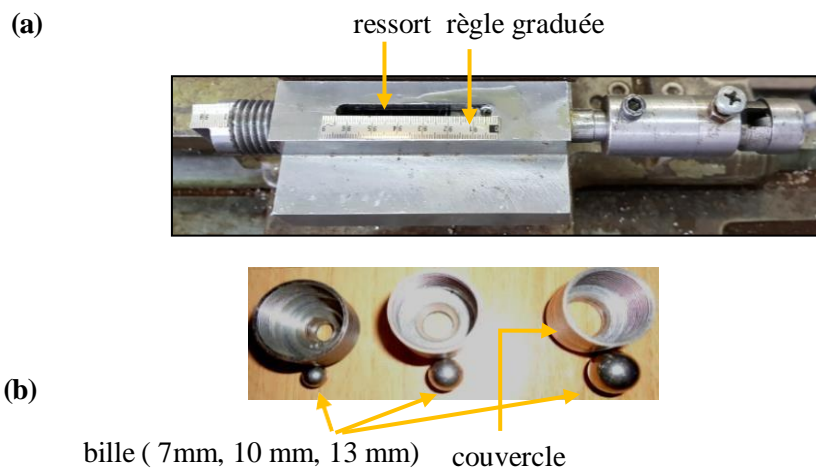


Figure II. 6. Outil de brunissage : a) dispositif; b) différentes billes utilisées

La force à appliquer lors du brunissage est étalonnée au moyen d'un dispositif de mesure d'effort à affichage digitale, montrée dans la **Figure II.7**. Le dispositif est constitué d'une cellule (capteur de force) et d'un système électronique d'acquisition du signal analogique mesuré (force sous forme d'une grandeur électrique, traitée et convertie en grandeur numérique lue sur afficheur). Les valeurs ainsi recueillies sont repérées sur la règle graduée de l'outil.

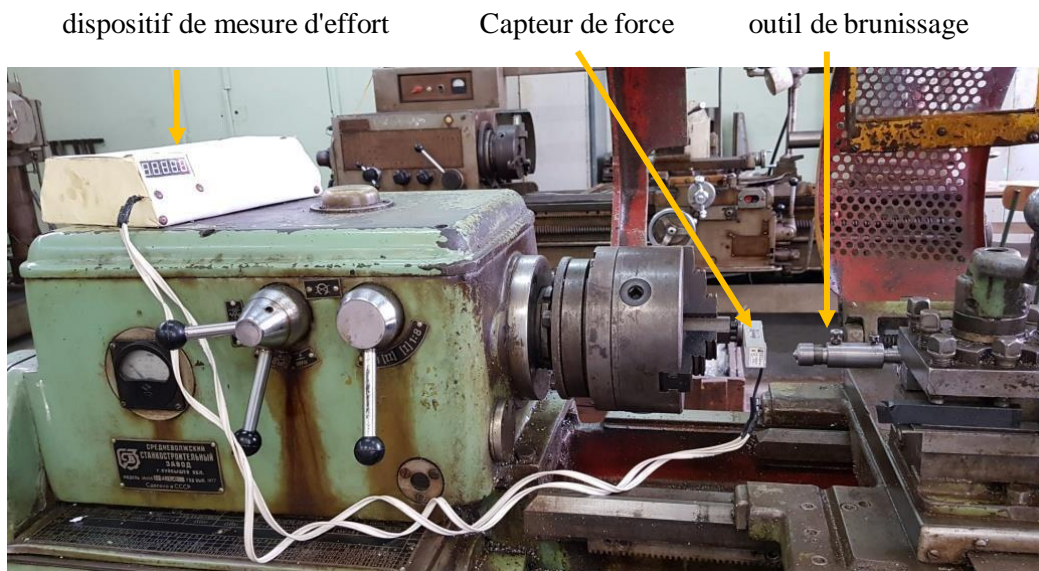


Figure II. 7.Étalonnage de la force à appliquer.

II.4.3. Opérations de traitement: préparation de la barre d'essai

La barre cylindrique d'acier inoxydable 316L est préparée sur le tour au diamètre $\varnothing=30$ mm sur une longueur L. Cette longueur a été fixée de façon à assurer la rigidité durant l'opération de tournage en utilisant l'équation :

$$\frac{L^{0,75}}{D} \leq 2 \quad (\text{II.1})$$

avec L: la longueur total de la pièce, et D: le diamètre de la pièce.

Dans ce cas, $L = 220$ mm, $D = 30$ mm.

Selon l'équation (II.1) : $\frac{220^{0,75}}{30} = 1,90 \leq 2$ La rigidité est donc bien assurée.

Une longueur de 75 mm a été libérée pour la l'élaboration des échantillons d'essai.

II.4.3.1. Processus de tournage

Préalablement au brunissage, la préparation de la surface est effectuée par tournage (**Figure II.8**), en fixant le régime montré dans le **tableau II.4**. Ces paramètres ont été choisis

selon le matériau étudié, celui de l'outil en carbure (P20) et en effectuant plusieurs essais préliminaires.

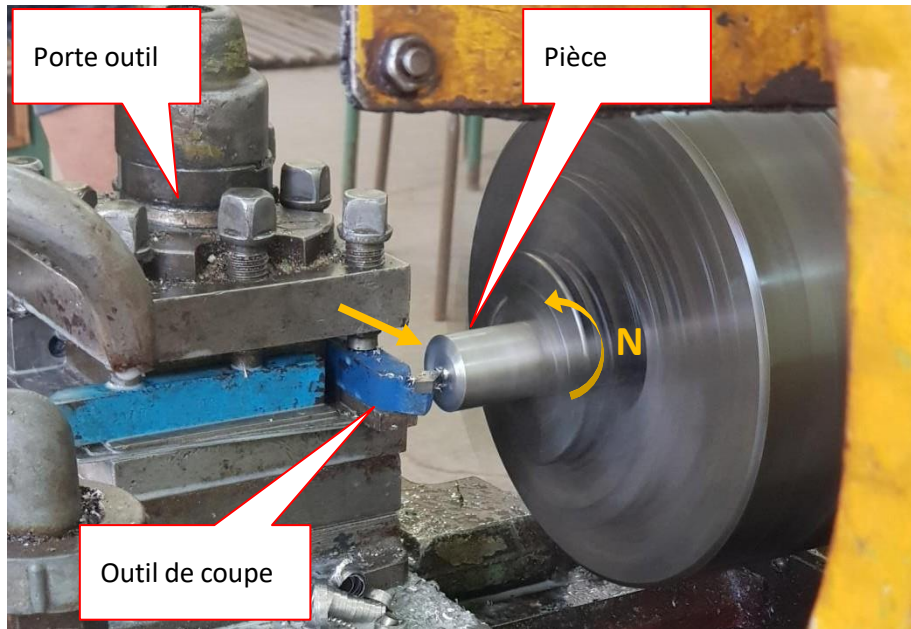


Figure II. 8. Opération de tournage.

Tableau II. 4. Paramètres du régime de tournage

Avance de tournage " f_i " [mm/tr]	Vitesse de rotation " N " [tr/min]	Profondeur de passe " p "[mm]
0,037	560	1

II.4.3.2. Processus de brunissage

Le traitement de brunissage est exécuté sur la surface préparée initialement par l'opération de dressage de la barre cylindrique de diamètre $\varnothing=30$ mm. Le processus de brunissage est réalisé suivant le plan de Box-Behnken à trois facteurs. Le plan a été utilisé pour optimiser la rugosité et la microdureté (**Figure II.9**).

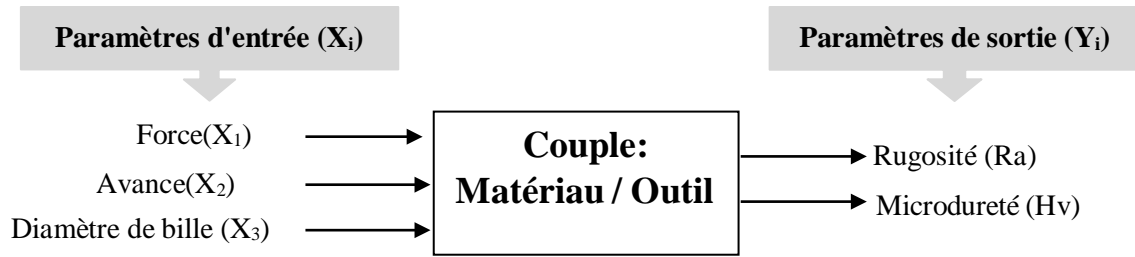


Figure II. 9. Principe de l'expérimentation.

Les paramètres d'entrée : la force appliquée " P_x ", l'avance " f " et le diamètre de la bille " D_b ", ont été variés selon trois niveaux (**tableau II.5**). Pareillement au régime de tournage, ces paramètres ont été fixés selon la littérature [124], les propriétés du matériau (élongation %, dureté, dimensions) et selon les essais préliminaires.

Tableau II. 5. Niveaux des facteurs de brunissage

Paramètres d'entrée	Niveau		
	-1	0	+1
X1: Force P_x (N)	80	160	240
X2: Avance de brunissage f (mm/tr)	0,065	0,124	0,18
X3: Diamètre de bille D_b (mm)	7	10	13

Selon ces niveaux, le plan de Box-Behnken génère une matrice de 15 expériences à réaliser (**tableau II.6**). Toutes les opérations de brunissage ont été accomplies avec une passe, une vitesse de rotation de 560 tr/min et sous lubrification abondante (huile SAE20). Sur la **figure II.10** est montré le traitement par brunissage effectué. Une fois la surface traitée, l'échantillon est découpé du barreau sur une longueur de 15 mm (voir **figure II.11**).

Tableau II. 6. Matrice d'expériences

N° d'expérience	$P_x(N)$	$f (mm/tr)$	D (mm)
01	80	0,065	10
02	240	0,065	10
03	80	0,18	10
04	240	0,18	10
05	80	0,124	7
06	80	0,124	13
07	240	0,124	7
08	240	0,124	13
09	160	0,065	13
10	160	0,18	7
11	160	0,065	7
12	160	0,18	13
13	160	0,124	10
14	160	0,124	10
15	160	0,124	10

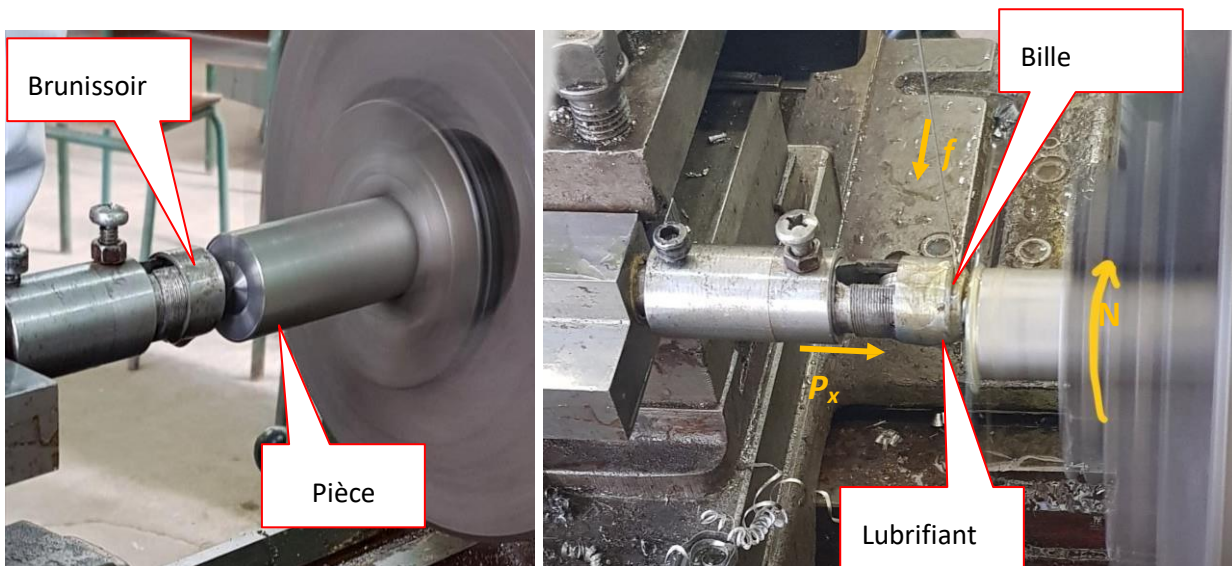


Figure II. 10. Opération de brunissage

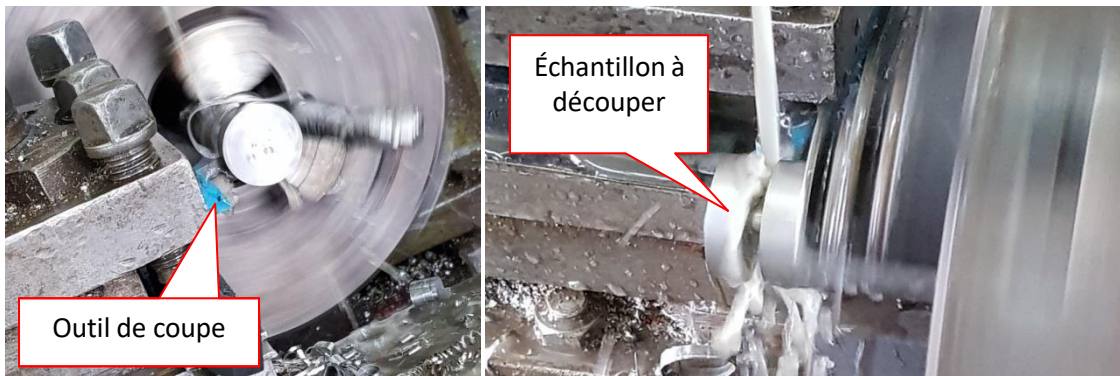


Figure II. 11. Découpage des échantillons

II.5. Mesures et caractérisation

II.5.1. Mesure de rugosité

Étant donné que la rugosité de surface est la principale propriété modifiée par brunissage, nous procédons en premier lieu aux mesures de rugosité 2D et à l'analyse des topographies 3D des surfaces traitées. Pour cela, des observations à l'aide d'une plateforme métrologique ont été faites.

a. Principe

Cet appareil de mesure est muni d'un capteur optique basé sur le principe de microscopie confocale à champ étendu (**Figure II.12**). En effet, un point de lumière blanche halogène (diamètre $1\mu\text{m}$) balaye, en aller - retour, à travers une lentille avec un chromatisme axial, la surface de l'échantillon. Au lieu de focaliser en un seul point, cette lentille agit comme un prisme et sépare les longueurs d'ondes dont chacune correspond à un point du champs de mesure. La parfaite focalisation d'une longueur d'onde (celle présentant le plus d'intensité lumineuse après le filtrage spatial) donne le pic maximum, et converti par un spectromètre CDD, détermine l'altitude du point, désigné par le point M sur la **figure II.12**.

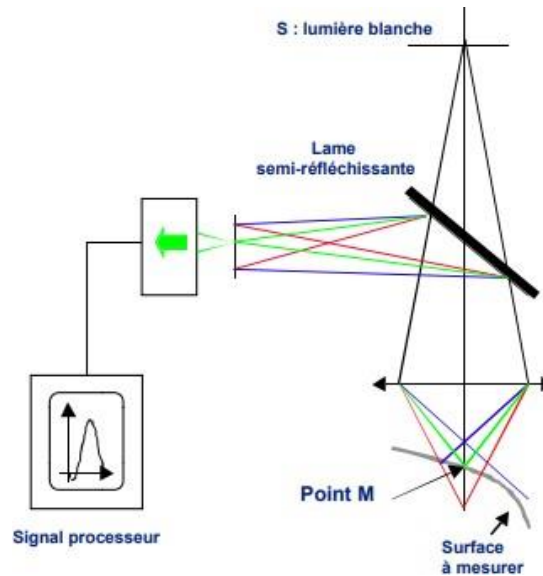


Figure II. 12. Principe de fonctionnement de la plateforme métrologique.

b. Appareillage

Les mesures de rugosité ont été réalisées à l'aide d'une plateforme optique de métrologie Altisurf 500 (**Figure II.13**) permettant l'analyse fine des topographies de surface. Cette station permet le déplacement automatique de haute précision selon les axes X, Y et Z sur une longueur de 100 mm suivant les trois directions. Elle est connectée au PC industriel dotée du logiciel Phénix qui permet la configuration et l'exécution des mesures. Une fois la mesure est terminée, le logiciel Altimap est utilisé pour analyser les topographies obtenues. Toutes les mesures ont été réalisées sur une surface de dimensions 3 mm x 2 mm.

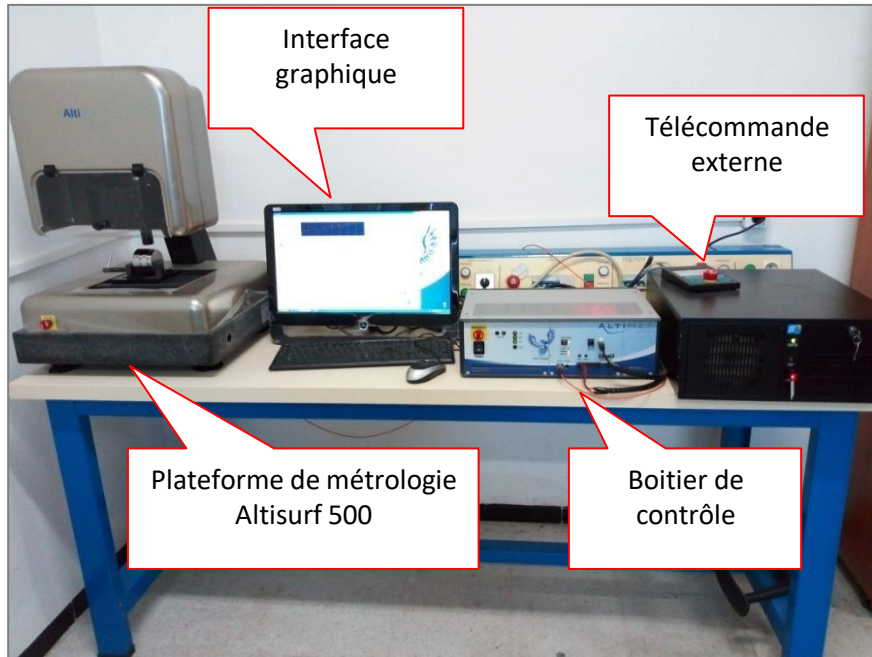


Figure II. 13. Plateforme métrologique Altisurf 500.

A l'aide de cette plateforme, plusieurs paramètres de rugosité 2D et 3D ont été obtenus et utilisés pour étudier l'état des surfaces du 316L, mais seule l'indicateur Ra a été utilisé comme étant la réponse prédite du modèle mathématique. Ce choix est justifié par la grande importance et signification de Ra pour caractériser l'état des surfaces [125].

II.5.2. Mesure de la microdureté

Les essais de microdureté Vickers ont été effectués pour estimer la dureté superficielle des surfaces traitées et non traitées, et aussi pour tracer leur profil de microdureté. Ce dernier permet de suivre l'évolution du durcissement engendré dans les couches superficielles.

a. Principe

L'essai de dureté Vickers consiste à pénétrer le matériau avec un indenteur en diamant dont la forme est pyramidale à base carrée, et de maintenir la force constante pendant un temps précis. La mesure des deux diamètres de l'empreinte provoquée permet le calcul de la valeur de la dureté par la relation :

$$H_v = 1,8544 \times \frac{m}{d^2} \quad (\text{II.3})$$

Où m est la charge appliquée (en Kgf), et d est la moyenne des diamètres de l'empreinte en μm).

b. Appareillage

La micro-dureté de tous les échantillons a été mesurée à l'aide d'un microduromètre INNOVATEST (**Figure II.14**) en appliquant une charge de 25 gf pendant 10 secondes. Pour assurer la précision des valeurs enregistrées, une moyenne de cinq mesures a été retenue pour chaque échantillon.



Figure II. 14.Microduromètre Innovatest.

II.5.3. Test tribologique

Étant donné que nous tentons, à travers la présente étude, d'améliorer la résistance à l'usure du 316L, nous nous intéressons ainsi à la mesure de son coefficient de frottement et à l'estimation de son volume usé. Nous effectuons les mesures avec une configuration bille sur disque en rotation (ball on disc).

a. Principe

Le principe de la mesure est schématisé sur la **Figure II.15** : on applique une charge sur une bille fixée sur un bras. L'échantillon, quant à lui, est fixé sur un support rotatif. La bille est excentrée du centre de rotation d'un rayon R et tourne à une vitesse V tandis que la force tangentielle F est mesurée au niveau du bras. En connaissant la charge P , un logiciel en déduit par un calcul le coefficient de friction en fonction du temps.

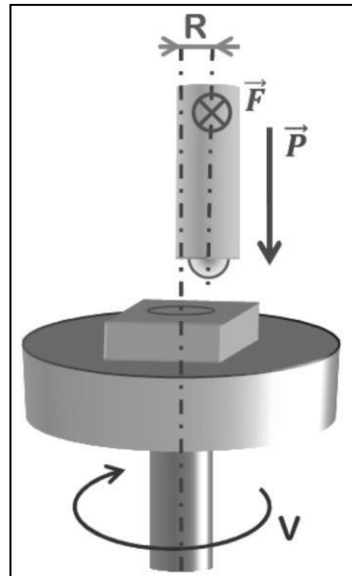


Figure II. 15. Principe d'une mesure par un tribomètre bille sur disque [126].

b. Appareillage

Les surfaces de 316L ont été testés à l'usure en utilisant un tribomètre de CSM instruments, version 4.5.Q(**Figure II.16**). Pour toutes les mesures, les paramètres suivants ont été fixés:

La charge appliquée : 10 N.

Le matériau de la bille:alumine (Al_2O_3) : $\varnothing= 6mm, 2000 Hv$.

La vitesse de rotation : vitesse constante de 5 cm/sec.

L'environnement : les tests sont effectués sans lubrification et à l'air ambiant.

Les valeurs de coefficient de frottement sont obtenues directement d'après le logiciel de mesure. Par contre, l'estimation de la matière usée nécessite un passage au profilomètre pour analyser la trace d'usure. Pour cela, la plateforme métrologique Altisurf500 a été réutilisée après les test tribologiques pour quantifier l'aire de surface usée. Une fois cette dernière est introduite dans le logiciel de tribomètre, le volume usé peut être déduit directement.



Figure II. 16. Tribomètre CSM instruments.

II.5.4. Microscopie électronique à balayage

Puisque le traitement de brunissage produit une déformation plastique des couches superficielles, un changement de l'orientation des grains est généralement observé. Afin d'en visualiser, nous avons procédé à la microscopie électronique à balayage.

a. Principe

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie utilisant les diverses interactions électrons-matière. En bombardant l'échantillon avec un faisceau d'électrons à grande vitesse, de nombreuses interactions sont générées (**Figure II.17**).

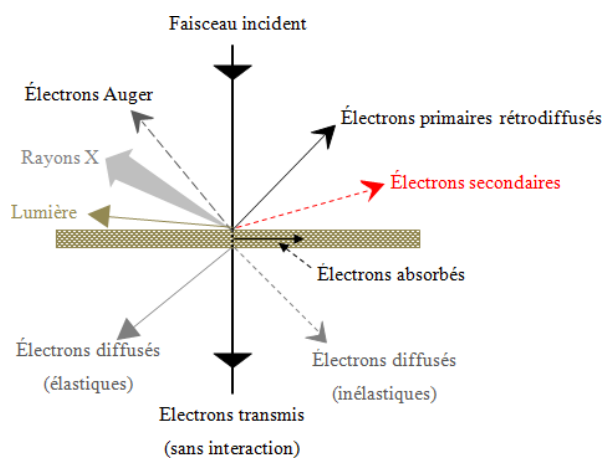


Figure II.17. Interactions électrons-matière du microscopie électronique à balayage.

Chaque type de ces interactions peut servir à déterminer une propriété du matériau à analyser. Dans notre travail, le MEB a été utilisé pour observer la microstructure des échantillons traités au brunissage. Pour cela, le mode imagerie d'électrons secondaires a été procédé. Ce mode est basé sur la détection des électrons secondaires émis par l'échantillon après son bombardement. Puisque ces électrons proviennent des couches superficielles, ils sont très sensibles aux variations de la surface de l'échantillon. Ces électrons permettent donc d'obtenir des renseignements sur la topographie de l'échantillon avec une résolution généralement de l'ordre de quelques nanomètres.

b. Appareillage:

Les observations au MEB ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique ZEISS ULTRA PLUS (Figure II.18). Avant d'exposer l'échantillon au microscope, la même préparation de surface décrite pour la microscopie optique a été procédée.



Figure II. 18. Microscope électronique à balayage utilisé.

II.5.5. Microscopie à force atomique AFM

Nous avons utilisé la microscopie à force atomique (AFM) pour obtenir des images topographiques des surfaces traitées avec une résolution de l'ordre du picomètre.

a. Principe

La technique de l'AFM, comme le montre la **figure II.19**, est basée sur la détection des forces qui s'exercent entre une pointe AFM intégrée dans un levier et la surface d'un

échantillon. Les changements en déflexion du levier sont détectés par un dispositif optique composé d'un diode laser et un photodiode. La force d'interaction entre les atomes de la pointe de l'AFM et ceux de la surface est maintenue constante via une boucle de rétroaction. Le tube piézo-électrique liée à la boucle permet l'enregistrement des mouvements (selon les directions X, Y et Z) et donne alors une information topographique 3D de la surface [127].

L'interaction entre l'échantillon et la pointe est décrite par le potentiel de Lennard-Jones. En effet, à longue portée, les forces attractives de Van Der Waals attirent le levier vers l'échantillon, tandis qu'à courte portée, les forces de répulsion le dévient loin de l'échantillon. Ce phénomène peut être expliqué par le principe d'exclusion de Pauli [128].

L'AFM fonctionne selon deux modes généraux, le mode statique également appelé *contact mode* et le mode dynamique (le mode *non-contact* et le *tapping mode*). Dans chacun des modes, il y a des forces d'interaction dominantes: les forces répulsives sont présentes dans le *contact mode* alors que les forces attractives sont observées dans le mode *non-contact*. Pour le mode *tapping* à haute fréquence, nous pouvons voir à la fois les forces attractives et les forces répulsives [127].

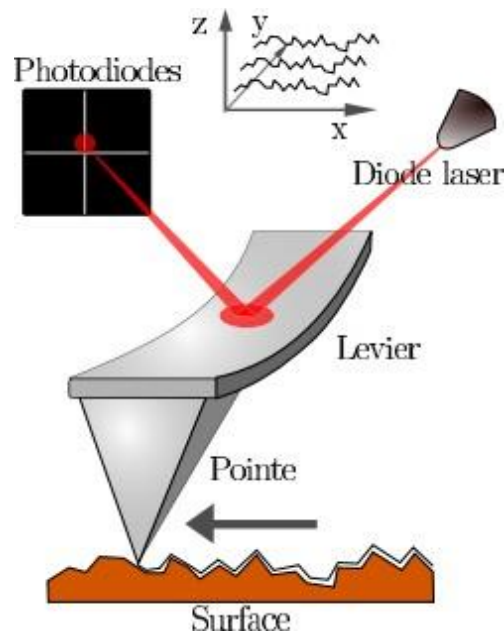


Figure II. 19. Principe du microscope à force atomique [128].

b. Appareillage

L'AFM utilisé dans notre travail est de marque Dimension Icon de Bruker (**Figure II.20**).

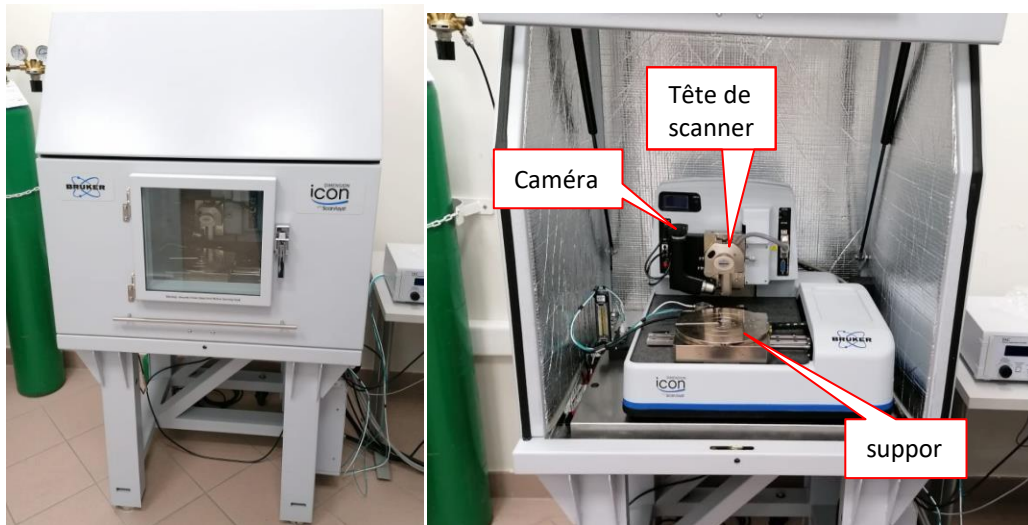


Figure II. 20. Microscope à force atomique.

II.5.6. Mesures par nanoindentation

Le test d'indentation instrumenté est largement utilisé pour la caractérisation mécanique des surface des matériaux. Ce test est très utile pour caractériser les propriétés locales de la surface, et c'est ainsi que nous l'avons utilisé pour explorer les propriétés mécaniques des surfaces du 316L traité à une échelle suffisamment petite.

a. Principe

Dans ce test, un pénétrateur est mis en contact avec la surface de l'échantillon tout en appliquant une force normale. Cette dernière ainsi que le déplacement du pénétrateur sont mesurés en continu pendant les étapes de chargement et de déchargement. Les forces appliquées sont généralement de l'ordre du millinewton (10^{-3} N) et sont mesurés avec une résolution de quelques nanonewtons (10^{-9} N), tandis que les profondeurs de pénétration sont de l'ordre du micromètre avec une résolution inférieure à un nanomètre (10^{-9} m) [129].

Comme le montre la **Figure II.21**, le système de test d'indentation instrumenté consiste en trois parties principales: un pénétrateur en diamant généralement monté sur une colonne de pénétrateur rigide, une bobine électromagnétique pour l'application de charge, et un capteur capacitif pour mesurer les déplacements du pénétrateur. L'échantillon de test est fixé sur un support et une table X-YZ pour déplacer l'échantillon sous le pénétrateur.

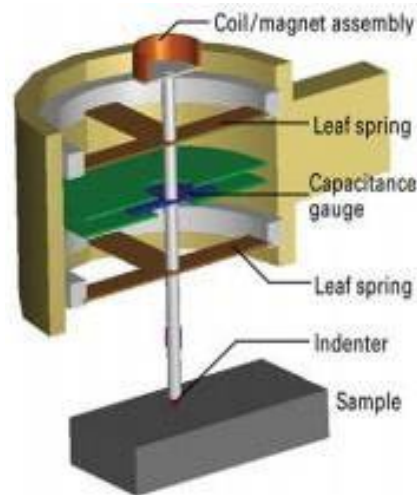


Figure II. 21. Système de nanoindentation instrumenté [130].

L'essai de nanoindentation correspond à un processus de charge au cours duquel le matériau subit une déformation visco-élasto-plastique produisant une empreinte de dureté à une certaine profondeur de contact, puis un processus de décharge qui correspond au retour élastique dû à la relaxation de la charge appliquée au matériau (**Figure II.22**). La profondeur résiduelle de l'empreinte de dureté après le déchargement final est nommée la profondeur finale (h_f).

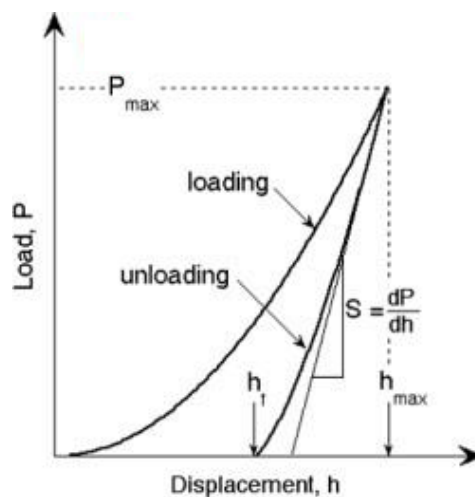


Figure II. 22. Représentation schématique de la courbe typique de nanoindentation "charge-profondeur" [131].

Les deux propriétés mécaniques qui sont le plus souvent extraites de la courbe charge-déplacement, sont la dureté (H) et Module d'Young (E).

- Dureté:

La formule fondamentale de la dureté est définie comme le rapport entre la force appliquée P et l'aire de la surface de contact A. Elle s'exprime par l'équation suivante:

$$H = \frac{P}{A}$$

Il est à noter que la dureté déterminée par le test de nanoindentation est calculée sous charge. Elle est plus précise que la dureté obtenue par la méthode conventionnelle, qui est déterminé par la mesure de la taille de l'empreinte de dureté résiduelle. Surtout lorsque le contact est majoritairement élastique, la surface de contact résiduelle après déchargement est faible. Dans ce cas, la définition conventionnelle de la dureté donnera une valeur supérieure à celle obtenu par la procédure décrite ici [132].

- Module d'élasticité:

Étant donné que les déplacements élastiques se produisent à la fois dans le pénétrateur et dans l'échantillon pendant le test de nanoindentation, le module d'élasticité du matériau testé E pourrait être déterminé indirectement par le calcul du module d'élasticité réduit E_r suivant la fonction de Hertz [133]:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}$$

où ν est le coefficient de Poisson du matériau testé, et E_i et ν_i sont respectivement le module élastique et le coefficient de Poisson du pénétrateur.

Le module élastique réduit E_r est calculé comme:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2 \sqrt{A}}$$

où A est l'aire de contact et S est la rigidité de contact entre le pénétrateur et le matériau. .

b. Appareillage

Les tests de nano indentation ont été réalisés au moyen d'un nano-indenteur Agilent G200 de keysight(**Figure II.23**) dont la tête d'indentation est de type Berkovich. Préalablement au test, les échantillons ont été fixé sur le support par une colle à chaud afin d'assurer un bon maintien durant le test. Le paramétrage de l'essai de nonindentation est illustré dans le **tableau II.7**.

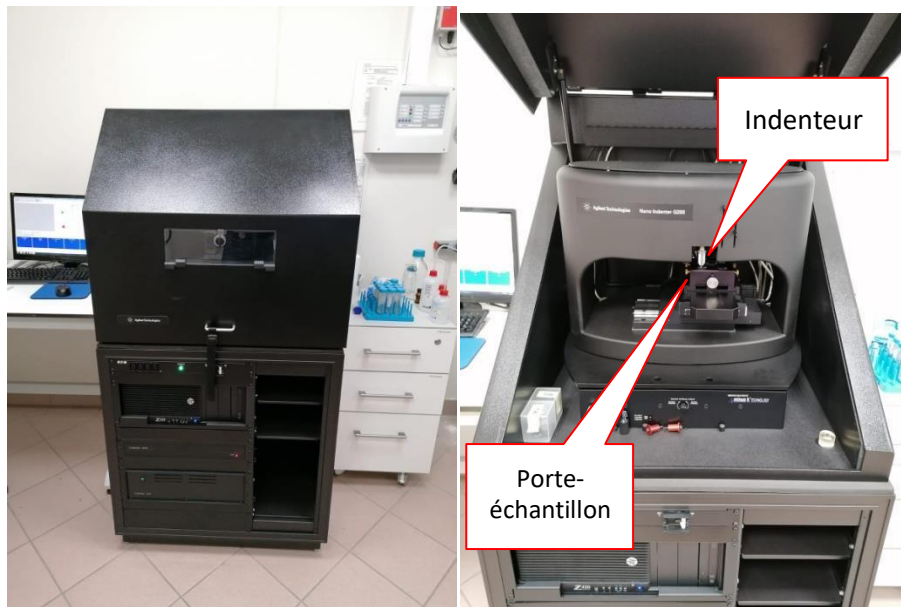


Figure II. 23.Nano-indenteur.

Tableau II. 7.Conditions d'essai de nanoindentation.

Mode d'indentation	Continuous stiffness measurement(CSM)
Charge maximale	450mN
Profondeur d'indentation maximale	> 500 μm
Temps de maintien de la pointe	5 s
Temps de chargement/déchargement	10 s
Distance entre indents	50 μm

II.5.7. Diffraction à rayons X

Afin d'étudier les changements de phase et des orientations cristallographiques après le brunissage, le 316L traité et non traité a été analysé par diffraction aux rayons X.

a. Principe

La diffraction aux rayons X est une technique non destructive souvent utilisée pour identifier les phases en présence et également pour définir l'orientation des grains des couches superficielles. En effet, cette méthode n'est applicable qu'à des matériaux composés d'un nombre relativement important de cristaux.

La diffraction aux rayons X est basée sur la détermination de la distance interréticulaire "d" définie par l'équidistance séparant les plans réticulaires {h,k,l} d'un motif atomique. En effet, puisque cette distance dépend de la disposition et du diamètre des atomes dans le réseau cristallin, elle peut servir à déterminer la structure du cristal.

Une analyse aux rayons X est effectuée par l'incidence d'un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle sur le cristal (**Figure II.24**). Ce faisceau est diffracté dans une direction donnée par chacune des familles des plans réticulaires à chaque fois que la loi de Bragg est vérifiée:

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

où n est l'ordre de diffraction, λ est la longueur d'onde du faisceau de rayon X, d est la distance interréticulaire, et θ est l'angle d'incidence des rayons X. Ainsi, si l'on connaît la longueur d'onde λ du faisceau de rayons X, on peut mesurer à partir de l'angle θ la distance interréticulaire d et ainsi identifier la nature du cristal.

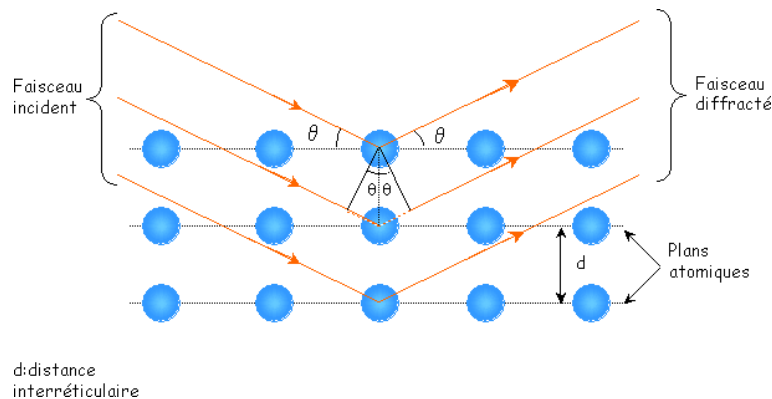


Figure II. 24. Illustration de la condition de Bragg [134].

b. Appareillage:

Les essais de diffraction aux rayons X ont été réalisés en utilisant un diffractomètre à rayons X Bruker Advance D8 (**Figure II.24**).

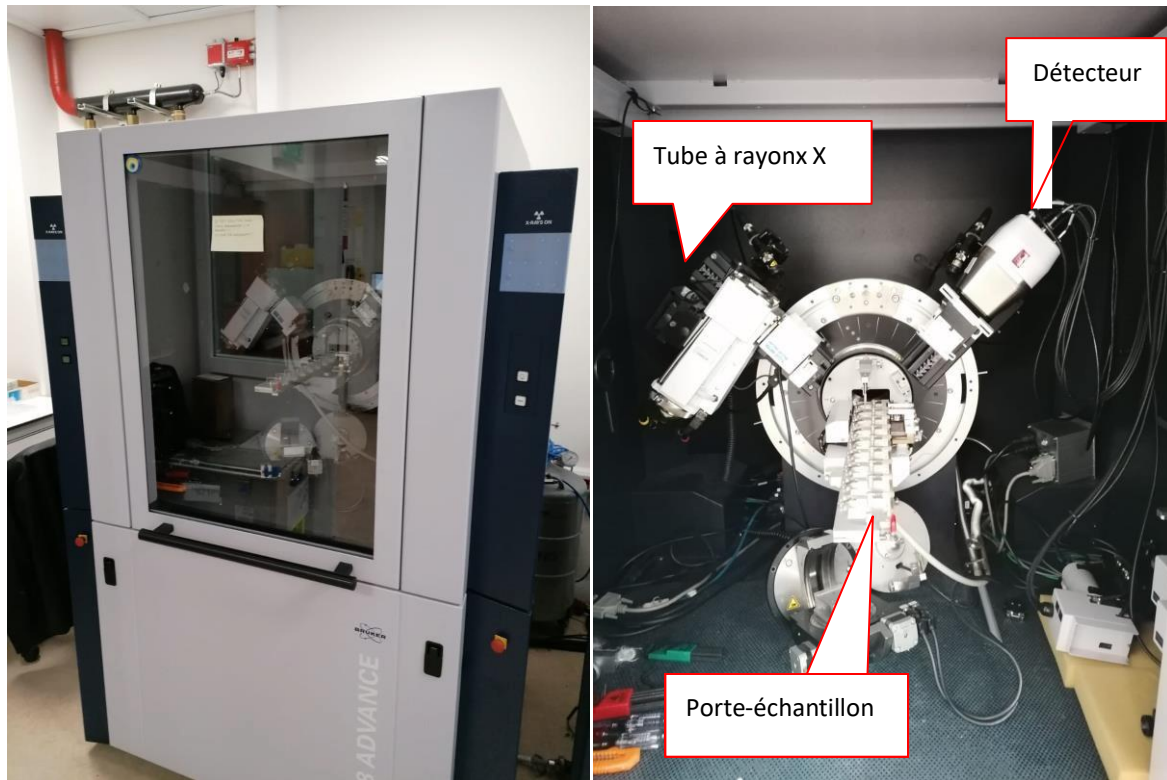


Figure II. 25. Diffractionmètre bruker D8 advance.

II.6. Conclusion

Dans le présent chapitre, nous avons exposé l'ensemble des matériels utilisés ainsi que la méthodologie expérimentale suivie. Comme étant un passage à un deuxième traitement de brunissage, une première déformation par brunissage est appliquée sur le 316L suivant le plan d'expérience de Box-Behnken à trois facteurs. Ce dernier est utilisé pour prédire la rugosité R_a et la microdureté H_v du 316L et également pour les optimiser, afin que le deuxième traitement améliore la résistance à la corrosion. Pour bien comprendre l'enchaînement de l'expérimentation, un résumé de toutes les étapes est illustré dans la **Figure II.26**. Le chapitre qui suit présentera les résultats associés à cette procédure expérimentale.

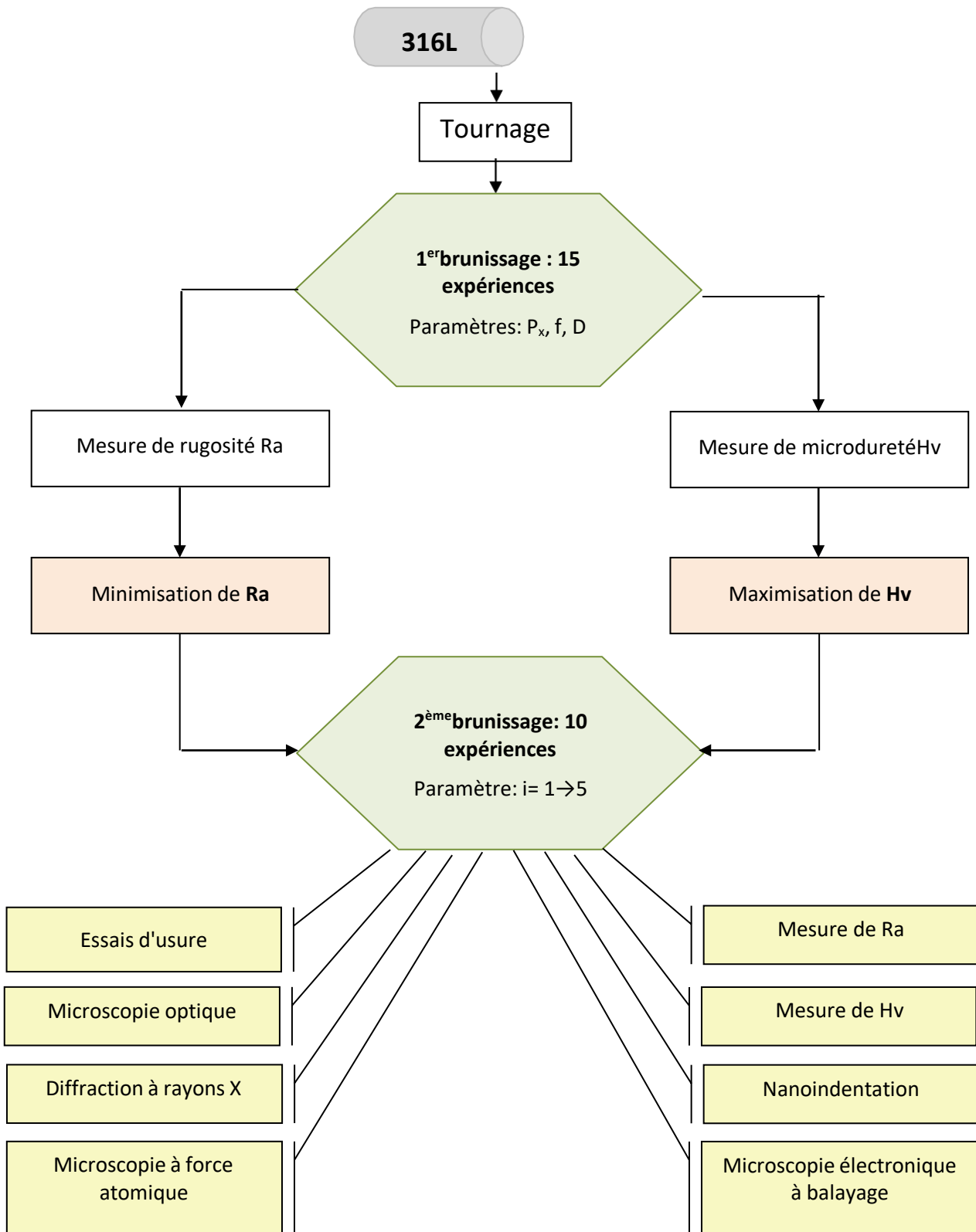


Figure II. 26. Résumé des étapes de l'expérimentation.

Chapitre III: Résultats & Discussions

III.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation de l'ensemble des résultats obtenus au cours de ce travail. Ce dernier est basé sur deux traitements de brunissage successifs, et c'est ainsi que le présent chapitre est composé de deux parties principales. Nous présenterons, en premier lieu, les résultats du premier traitement de brunissage sur le 316L en terme de modélisation de la rugosité de surface "Ra" et de la microdureté Hv, considérées comme étant les réponses de sortie du plan d'expérience de Box-Behnken utilisé. Au moyen d'un programme sous Matlab 6.5 [91], les modèles mathématiques obtenus sont validés et évalués par le coefficients de Fisher et le coefficient de détermination R^2 . En deuxième lieu, nous étudierons l'effet du deuxième traitement de brunissage sur les propriétés de surface du 316L, notamment la rugosité, la microdureté et la résistance à l'usure. La rugosité et la microdureté déjà optimisées dans la première partie, sont considérées comme étant les valeurs initiales avant le deuxième traitement. En outre, nous investiguons dans ce chapitre les caractéristiques des surfaces avant et après traitement à l'aide de techniques de caractérisation complémentaires, permettant la compréhension approfondie des phénomènes qui avaient lieu.

III.2. Premier traitement de brunissage " Brunissage I "

Le but de ce premier traitement est de préparer des surfaces optimales qui vont servir au deuxième traitement. La **figure III.1** montre l'ensemble des surfaces préparées.



Figure III. 1. Les surfaces préparées par brunissage I en comparaison à la surface tournée.

Les quinze surfaces étant analysées par métrologie optique et microdureté vickers, leurs valeurs de rugosité Ra et microdureté Hv ont été introduites dans le logiciel travaillant

sous matlab 6.5 [91] pour traiter les données. Ce logiciel permet donc de générer le modèle mathématique, l'évaluer, et définir les paramètres permettant d'obtenir une réponse optimisée.

III.2.1. Effet du traitement sur la rugosité Ra et la microdureté Hv

Les résultats de mesures de la rugosité Ra et de la microdureté Hv sont regroupés dans le **tableau III.1**. L'expérience codée 00 réfère à l'échantillon tourné i.e. non traité.

Tableau III. 1. Résultats de rugosité Ra et microdureté Hv après brunissage I.

Expérience	$P_x(N)$	$f(mm/tr)$	D (mm)	Ra (μm)	Microdureté Hv
00	/	/	/	1,130	323,4
01	80	0,065	10	0,283	455,2
02	240	0,065	10	0,140	350,6
03	80	0,18	10	0,446	542,2
04	240	0,18	10	0,359	368,1
05	80	0,124	7	0,321	398,8
06	80	0,124	13	0,300	432,2
07	240	0,124	7	0,287	442,2
08	240	0,124	13	0,271	528,2
09	160	0,065	13	0,329	468,7
10	160	0,18	7	0,304	451,1
11	160	0,065	7	0,202	462,3
12	160	0,18	13	0,352	449,3
13	160	0,124	10	0,211	409,5
14	160	0,124	10	0,218	483,0
15	160	0,124	10	0,246	445,5

Les **figures III.2** et **III.3** permettent de bien percevoir l'effet du brunissage sur la rugosité Ra et la microdureté Hv, respectivement. La **figure III.4** montre le pourcentage d'amélioration résultant après les quinze essais de traitement.

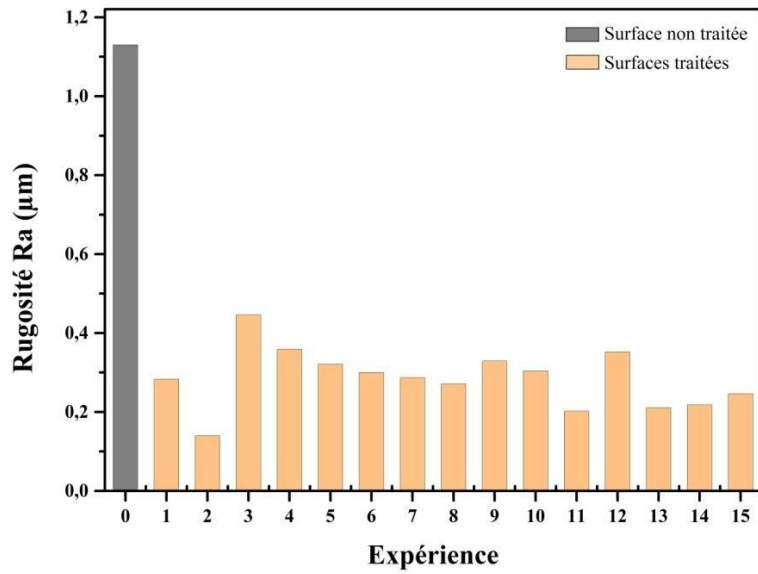


Figure III. 2. Effet de brunissage I sur la rugosité Ra du 316L

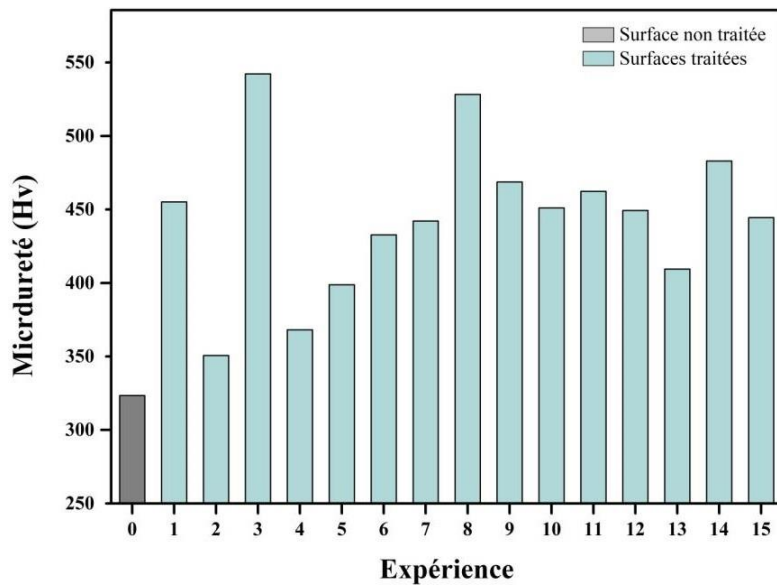


Figure III. 3. Effet de brunissage I sur la microdureté Hv du 316L

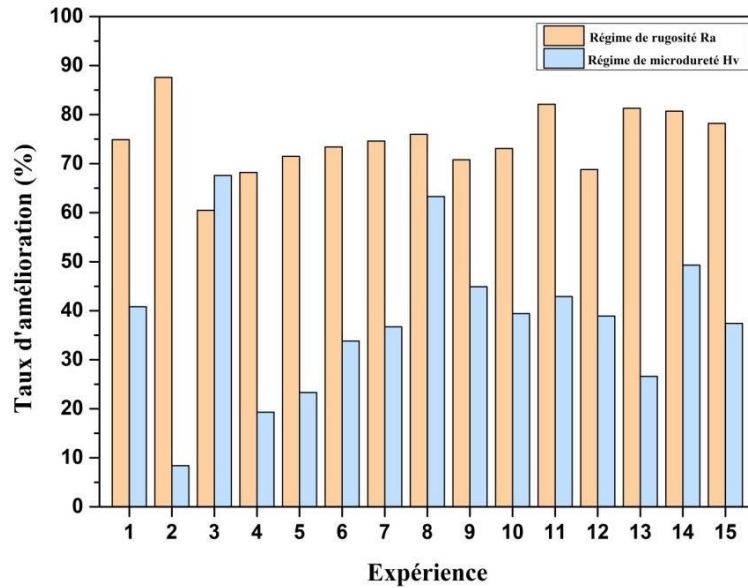


Figure III. 4. Taux d'amélioration de Ra et de Hv après brunissage pour chaque expérience.

III.2.3. Discussion

a) Effet de brunissage I sur la rugosité Ra

Les résultats mentionnés ci-dessus montrent que la rugosité de surface Ra a diminué grâce au brunissage I pour les 15 expériences, en comparaison à la surface non traitée. On peut remarquer que Ra produite varie avec la variation des paramètres d'entrée de l'expérience, en prenant des valeurs comprises entre 0,140 μm et 0,446 μm .

La valeur minimale de Ra (0,140 μm), relative à la surface la plus lisse, correspond à un maximum de la charge appliquée (240 N), un minimum d'avance (0,065 mm / tr) et à un diamètre de bille moyen (10 mm). Ainsi, selon ce régime effectué lors de l'expérience 02, la rugosité a été réduite de 87,6%. Si on augmente l'avance à sa valeur maximale tout en gardant la charge et la bille, on obtient une rugosité élevée (0,359 μm), et donc une surface moins lisse.

D'autre part, parmi les quinze essais de brunissage, l'expérience 03 a produit une surface dont la rugosité est améliorée mais avec un degré inférieur à celui des autres essais (Ra = 0,446 μm). Cette surface est générée en utilisant une bille de taille moyenne, et en appliquant une charge et une avance maximales. En gardant l'avance et la bille et en abaissant la charge à son minimum (80 N), la rugosité obtenue est diminuée à Ra= 0,359 μm , référant à l'expérience 04.

D'après ces remarques, on peut constater que des avances faibles et des charges élevées sont favorables pour produire des surfaces lisses. Ceci est confirmé en comparant les expériences **01/02**, **05/07**, **06/08**, **09/12** et **10/11**. Quant au diamètre de la bille, une comparaison entre les expériences **05/06**, **07/08** et **10/12** indique qu'il n'a pas une grande influence sur les résultats.

b) Effet de brunissage I sur la microdureté Hv

Un effet est également produit sur la microdureté Hv; le brunissage a permis de durcir la surface du 316L après toutes les expériences effectuées. La microdureté améliorée prend une valeur maximale de 542,2 Hv suite au test 03, et ainsi, une augmentation de 67,6 % est obtenue. Le moindre durcissement est produit après l'essai 04 en mesurant 350,6 Hv.

Le meilleur durcissement engendré correspond à l'application d'une charge minimale (80 N), une avance maximale (0,18 mm/tr) et une bille moyenne (10 mm). Si on garde la bille, l'action d'accroître la charge à son maximum ou d'abaisser l'avance à son minimum, fait réduire la microdureté, comme l'indiquent respectivement les expériences 01 et 04.

Ces constats permettent de stipuler que les charges faibles et les avances importantes provoquent plus de durcissement superficiel du 316L. Ceci est confirmé par la comparaison entre les expériences **01/02**, **01/03** et **02/04**. Quant à la bille utilisée, sa taille a un effet important lorsque l'avance moyenne est fixée. Ceci a été enregistré par comparaison entre les expériences **05/06**, **07/08**, **09/11** et **10/12**, où nous observons qu'une bille de grand diamètre a plus d'effet durcissant.

D'après la **figure III.4**, nous apercevons que les taux d'amélioration de Ra et de Hv diffèrent d'une expérience à l'autre. De plus, pour le même essai, les pourcentages d'amélioration de chaque grandeur sont distincts. Prenons l'exemple des expériences **02** et **04**. Au moment où la rugosité Ra est réduite au maximum après les deux essais, la microdureté a légèrement augmenté. Ainsi, nous pouvons affirmer qu'un régime produisant le meilleur lissage du surface ne génère pas forcément le meilleur durcissement, et vice-versa. En accord avec nos résultats, certains travaux ont rapporté la même observation [69, 108, 120].

III.2.4. Modèles mathématiques des réponses de sortie

La résolution de l'équation II.1 a permis d'obtenir les modèles mathématiques exprimant les réponses de sorties, la rugosité Ra et la microdureté Hv, en fonction des paramètres d'entrée : la force P_x , l'avance f et le diamètre de la bille D_b .

a) Réponse relative à la rugosité Ra

La rugosité Ra du 316L peut être exprimée en fonction des paramètres de brunissage par l'équation III.1:

$$\hat{R}_a = 0,225 + 0,0366.X_1 + 0,063.X_2 + 0,017.X_3 + 0,014.X_1.X_2 + 0,001.X_1.X_3 + 0,0195.X_2.X_3 + 0,04.X_1^2 + 0,042.X_2^2 + 0,029.X_3^2 + e \quad (\text{III.1})$$

Ce modèle est obtenu avec un coefficient de détermination $R^2=0,98$ et un coefficient de fisher $F=16,9$. Puisque R^2 est très proche de l'unité et $F < F_{\text{théo}}$ ($F_{\text{théo}}=19,2$), ce modèle est considéré bien ajusté et exprime bien le processus.

Il ressort également de l'analyse de ce modèle: la rugosité optimale prédite $R_{a_{\text{opt}}}$ et le régime optimale correspondant (**tableau III.2**).

Tableau III. 2. Résultats de l'optimisation du Ra.

$R_{a_{\text{opt}}}$ [μm]	$P_{x_{\text{opt}}}$ [N]	f_{opt} [mm/tr]	D_{opt} [mm]
$0,17 \pm 0,05$	211.4	0.065	8,09

Conformément à nos remarques précédentes, le modèle indique que le meilleur état de surface, exprimé par Ra minimale de $0,17 \pm 0,05 \mu\text{m}$, peut être assuré en appliquant une charge élevée et une avance la plus faible possible.

b) Réponse relative à la microdureté Hv:

L'influence des paramètres de brunissage sur la microdureté Hv du 316L peut être exprimé par l'équation III.2:

$$\hat{H}_v = 445,6667 + 17,4875.X_1 + 9,2375.X_2 + 15,575.X_3 + 17,375.X_1.X_2 + 13.X_1.X_3 + 2,05.X_2.X_3 + 11,9958.X_1^2 + 4,6458.X_2^2 + 16,8292.X_3^2 + e \quad (\text{III.2})$$

Le coefficient de détermination de ce modèle est $R^2 = 0,99$ (≈ 1) tandis que $F=6,4$ ($< F_{\text{théo}}=19,2$). Ainsi, ces coefficients confirment que le modèle est bien ajusté et décrit bien l'expérience.

L'optimisation de la microdureté par ce modèle a généré les valeurs indiquées dans le **tableau III.3**.

Tableau III. 3. Résultats de l'optimisation du Hv

Hv_{opt} [Hv]	$P_{x_{\text{opt}}}$ [N]	f_{opt} [mm/tr]	D_{opt} [mm]
$490,6 \pm 84,32$	87,1 N	0,18 mm/tr	13 mm

Cette optimisation renforce nos observations rapportant que le durcissement le plus important peut être obtenu par la fixation d'une charge faible avec une avance la plus forte possible.

III.2.5. Effet des interactions des paramètres de brunissage sur la rugosité Ra

Le traitement graphique des modèles mathématiques générés permet d'apercevoir les interactions entre les paramètres d'entrée et leur influence sur la grandeur de sortie. Les courbes 3D-dimensionnelles et les courbes d'isoreponses, présentées dans la **figure III.5**, ont été obtenues en fixant D_b et étudiant l'effet synergique de P_x et f . En examinant les courbes, nous remarquons que l'évolution de la rugosité Ra prend la même allure pour les trois billes utilisées où l'avance agit d'une manière dominante sur la réponse de sortie. En effet, quelque soit le diamètres de la bille (7 mm, 10 mm ou 13 mm), les faibles avances sont favorables pour diminuer Ra, et les avances élevées ne permettent pas de réduire ce paramètre peu importe la charge appliquée. Par ailleurs, Ra peut être minimisée ($< 0,2 \mu\text{m}$) en combinant des avances faibles avec des charges fortes. Par contre, le fait d'augmenter f et/ou diminuer P_x altère l'état de surface en dépassant $0,4 \mu\text{m}$. Ces remarques sont en accord avec l'analyse du **tableau III.1**. Nous pouvons expliquer ce résultat par le fait que, suite à l'application d'une faible avance, les distances entre les traces successives de la bille de brunissage seront petites [136], et la bille aura ainsi plus de chance de produire des empreintes plus profondes et plus étroites qui permettront de lisser toutes les irrégularités. De l'autre coté, l'augmentation de la charge augmentera la pénétration de la bille dans la surface, ce qui la rend capable de repousser plus d'aspérités et d'augmenter l'écoulement du métal. Cette action conduit à plus de remplissage de vides et / ou de vallées qui sont apparus lors de l'opération d'usinage. Il découle que le lissage longitudinal de la surface traitée est assuré [88,136]. En outre, lorsque $D_b = 13 \text{ mm}$ (**Figure III.5.c**), la réduction de P_x à son minimum altère Ra significativement en comparaison avec une bille de 7 mm ou de 10 mm. Ceci est dû au fait que la surface de contact d'une bille de grand diamètre est considérable et cette bille aura besoin d'une charge importante pour pouvoir lisser la surface d'une manière efficace.

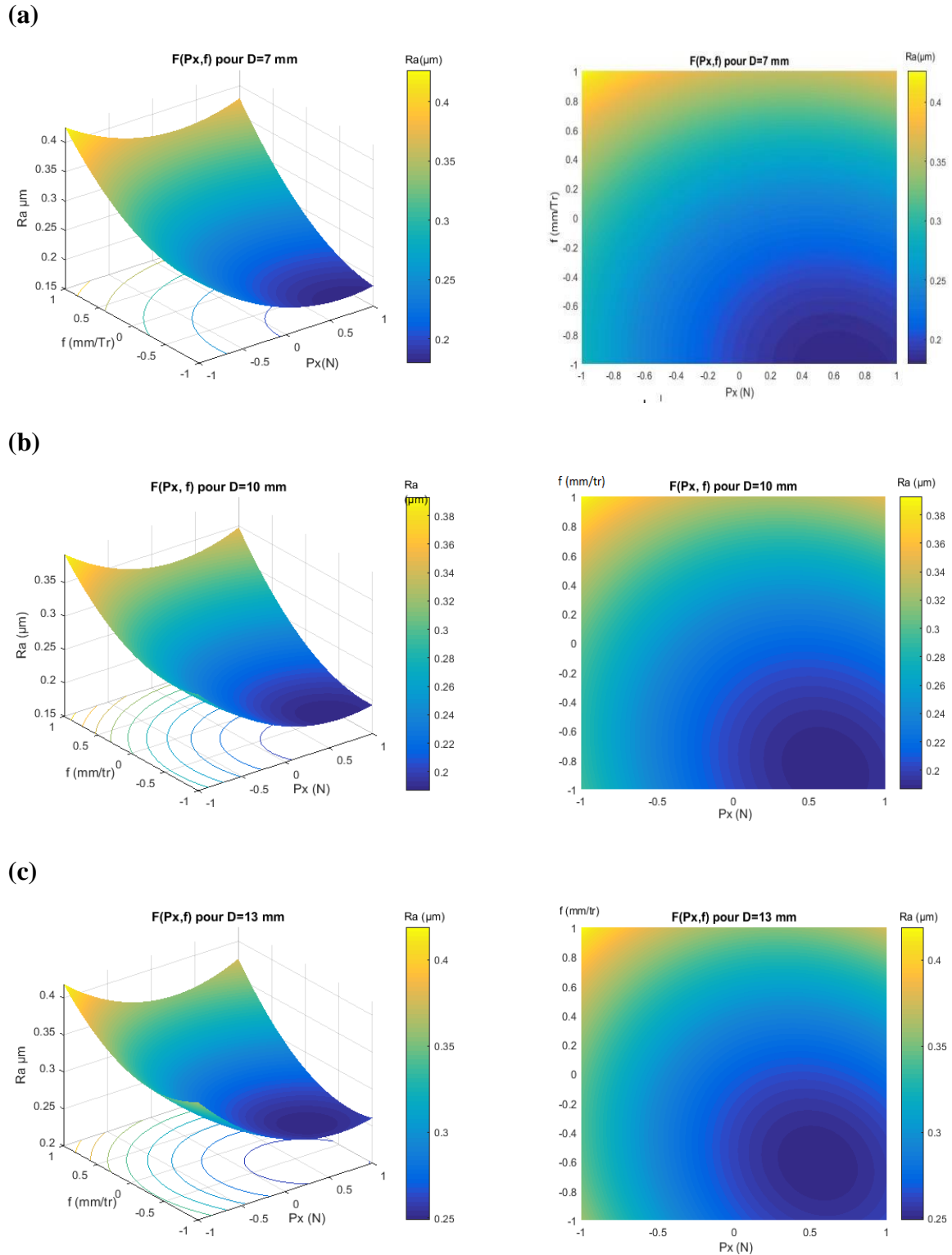
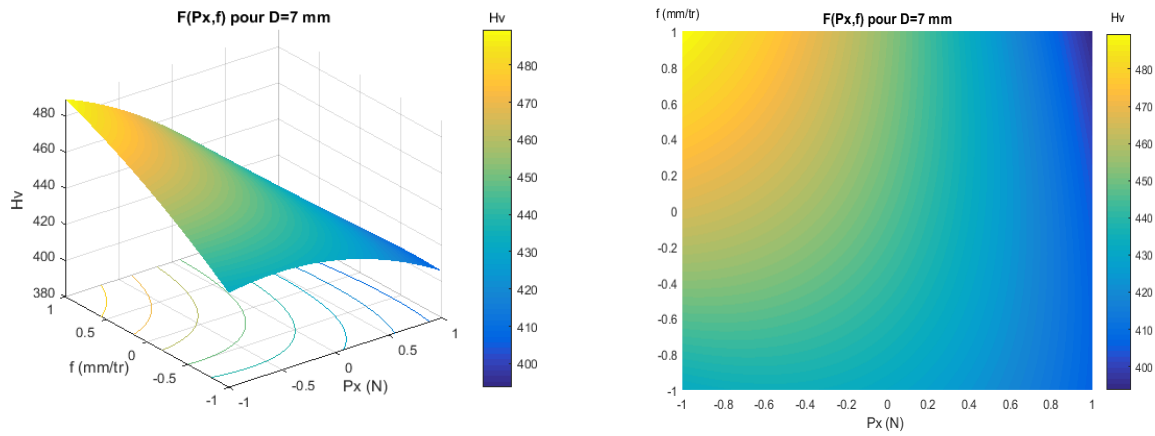


Figure III. 5. Effet du traitement de brunissage sur la rugosité Ra: (a) $D_b = 7$ mm, (b) $D_b = 10$ mm, (c) $D_b = 13$ mm.

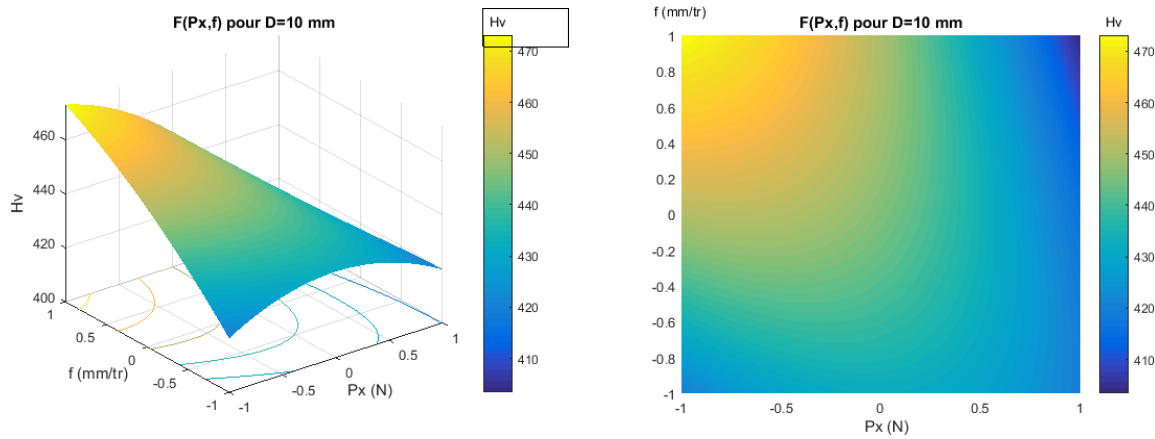
III.2.6. Effet des interactions des paramètres de brunissage sur la microdureté Hv

De la même manière que pour Ra, les courbes 3D-dimensionnelles et les courbes d'isoreponses, correspondantes à la résolution graphique du modèle de microdureté, sont extraites et regroupées dans la **figure III.6**. D'après ce traitement, nous constatons la même tendance d'évolution de la microdureté Hv en fonction de P_x et f pour les trois billes. En effet, l'accroissement de la microdureté Hv, allant jusqu'à $Hv \approx 490$ Hv, peut être assuré par l'association des avances croissantes avec des charges régressives. La valeur maximale de f est toujours préférée pour durcir la surface à l'optimum, alors que l'abaissement de f ou l'accroissement de P_x provoque une diminution de la microdureté pour les trois billes. Il apparait également que l'action d'abaisser f et accroître P_x simultanément fait diminuer la microdureté d'une façon plus significative pour les billes de 7 mm (**Figure III.6.a**) et 10 mm (**Figure III.6.b**) par rapport à la bille de 13 mm (**Figure III.6.c**). Ceci s'explique par le fait que la bille de grand diamètre possède une surface de contact plus élevée, ce qui lui permet de bien pénétrer la surface tant qu'elle est chargée fortement. Autrement dit, même si la bille de petite dimension est chargée fortement et même si elle se déplace lentement, elle va couvrir une surface plus petite que celle couverte par une grande bille. Ceci entraînera moins d'écaillage sur la surface, conduisant à une réduction de la micro-dureté superficielle.

(a)



(b)



(c)

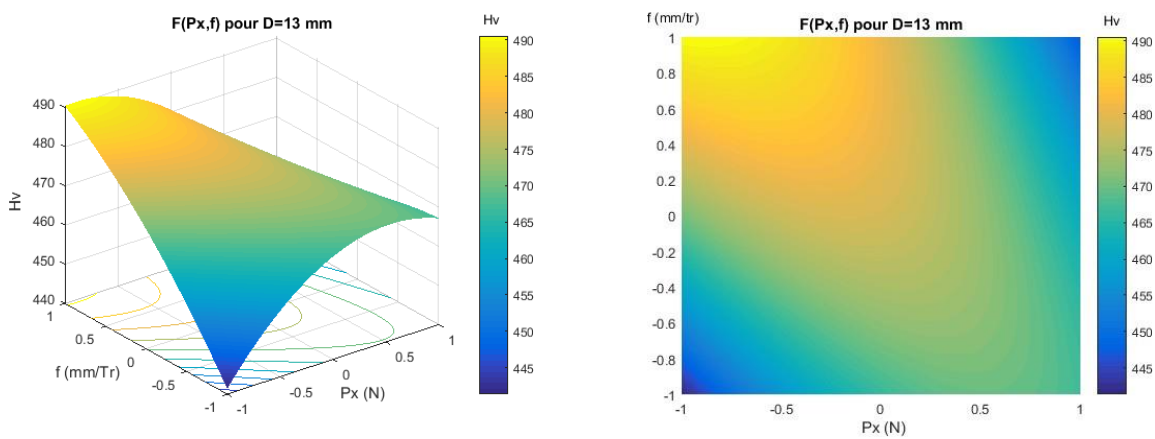


Figure III. 6. Effet de traitement de brunissage sur la microdureté H_v : (a) $D_b = 7$ mm, (b) $D_b = 10$ mm, (c) $D_b = 13$ mm.

III.2.7. Validation des modèles

Les deux régimes optimaux correspondants à « Ra_{opt} » et « Hv_{opt} » sont testés sur deux échantillons pour évaluer le modèle adopté. Les résultats sont regroupés dans le **tableau III.4.**

Tableau III. 4. Valeurs simulées et valeurs mesurées de Ra et de Hv.

Paramètres optimaux			Réponses	
P_{x_opt} [N]	f_{opt} [mm/tr]	D_{b_opt} [mm]	Réponses prédites	Réponses réelles
211.4	0.065	8,09	$Ra_{opt}=0,17 \pm 0,05 \mu m$	$Ra_{réelle}= 0,106 \mu m$
87,1	0,18	13	$Hv_{opt}=490,6 \pm 84,32$ Hv	$Hv_{réelle}= 447,3$ Hv

Selon ces résultats, la rugosité réelle est trouvée plus inférieure que celle prédite, ce qui est d'autant plus avantageux. La valeur de Hv mesurée s'accorde bien avec celle prédite. Ceci confirme que les régimes optimaux, définis par les modèles, offrent un état de surface ainsi qu'un durcissement très favorables.

Pour bien étudier l'effet des régimes optimaux sur les propriétés de surface, une analyse bien détaillée des surfaces obtenues a été accomplie. La section en-dessous fait l'objet de cette analyse.

III.3. Effet du régime optimal sur la rugosité

III.3.1. Effet sur le profil de surface et paramètres de rugosité 2D

Une première analyse de l'état de surface du 316L est faite en examinant les profils de surface 2D. Il apparaît sur la **Figure III.7.a** que le profil 2D de la surface tournée présente des pics élargis dont la hauteur est importante. Après brunissage (**Figure III.7.b**), la hauteur des pics et la profondeur des vallées sont considérablement réduites. Le paramètre Rq ainsi que les paramètres fonctionnels (Rk , Rpk et Rvk) après application du régime optimal de rugosité ont été diminués significativement comme l'illustre la **Figure III.7.c**. En outre, une diminution aigue du paramètre RSM, qui décrit l'espacement entre les pics, est observé alors que l'indicateur Rmr , lié au taux de longueur portante, est augmenté, comme le montre la **Figure III.7.d**.

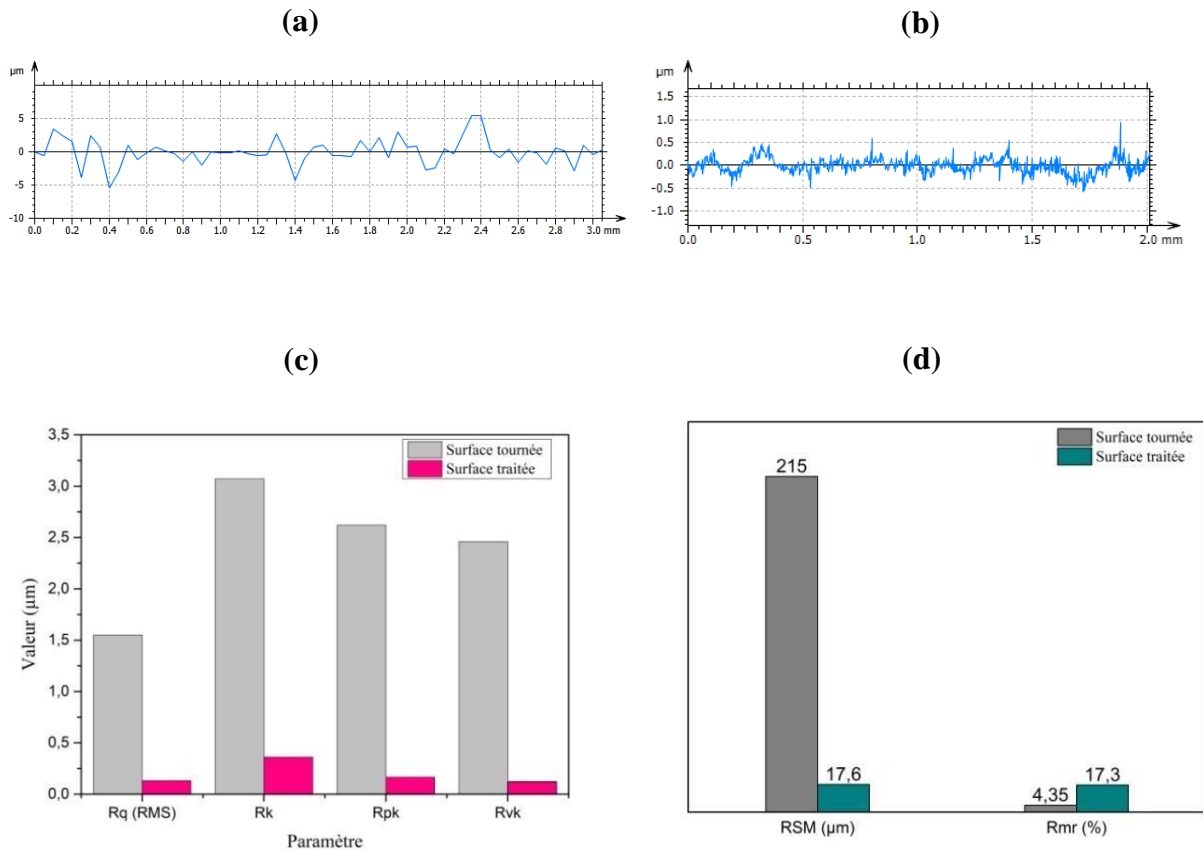


Figure III. 7. Propriétés de rugosité 2D :(a) Profil de la surface tournée; (b) Profil de la surface traitée; (c) Paramètres Rq, Rk, Rpk, Rvk ; (d) Paramètres RSM et Rmr.

III.3.2. Effet sur la topographie de surface et paramètres de rugosité 3D:

Les topographies 3D de la surface tournée et de la surface brunie sont montrées sur la **Figure III.8.a**, et la **Figure III.8.b** respectivement. Nous observons que la surface tournée présente une morphologie avec des sillons et des stries bien marqués. Il est également apparent que les hauteurs des pics atteignent presque 15 μm présentant ainsi une irrégularité très importante. Par ailleurs, après brunissage, les sillons provoqués par le tournage ont presque disparus et les hauteurs des pics sont réduites à moins de 2,4 μm .

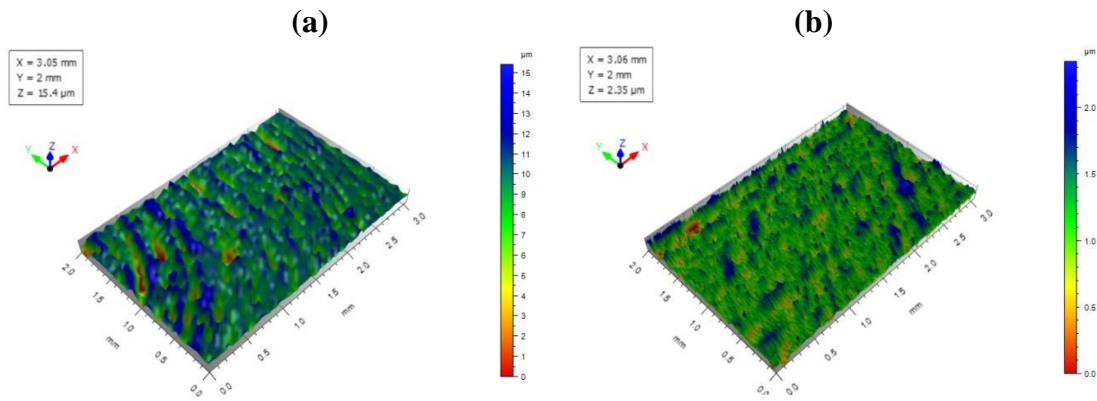


Figure III. 8. Topographie 3D: (a) surface tournée, (b) surface traitée.

Pareillement aux paramètres 2D, les paramètres d'amplitude 3D Sa et Sq ont été diminués significativement après traitement (**Figure III.9.a**). Le skewness Ssk est devenu positive tandis que la kurtosis Sku est réduit mais reste toujours supérieure à 3 (**Figure III.9.b**). En outre, un décroissement important de toutes les valeurs des paramètres de volume est observé sur la **Figure III.9.c**. Enfin, la **Figure III.9.d** montre que le coefficient Sdr est augmenté à presque son triple.

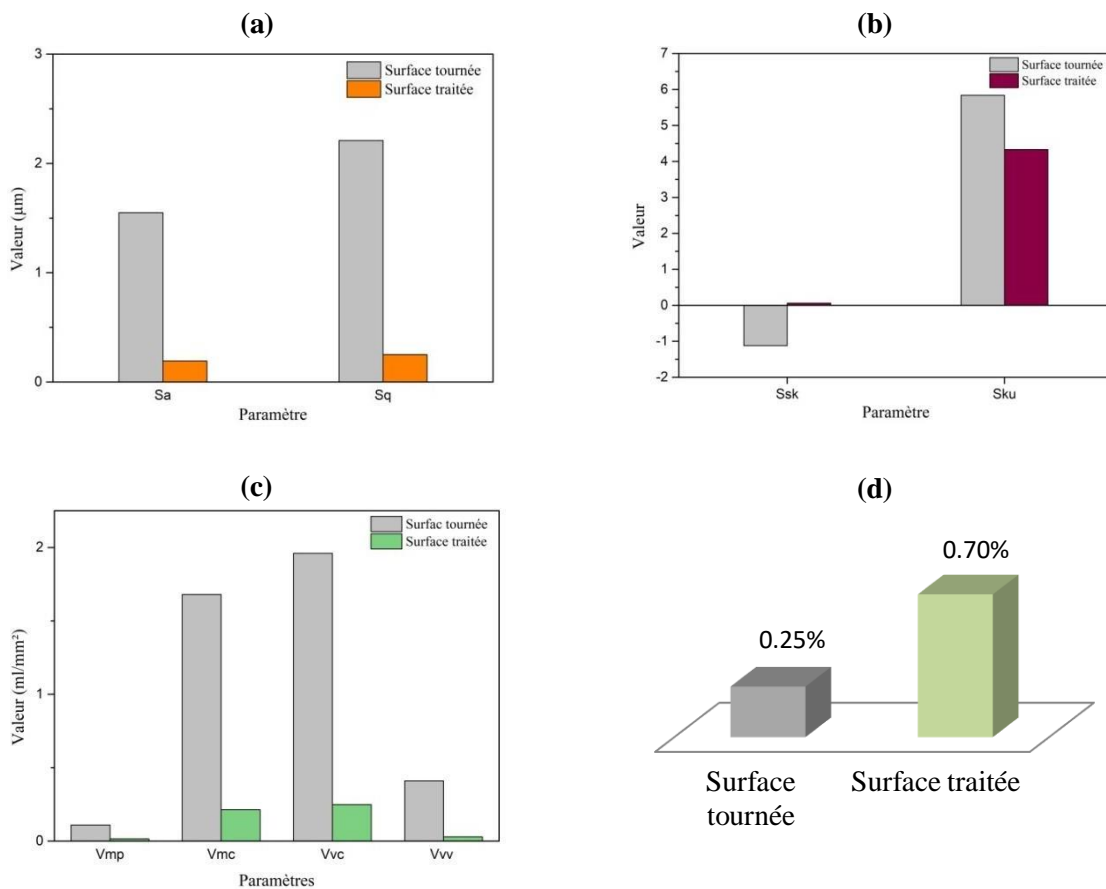


Figure III. 9. Effet du régime optimal de Ra sur les paramètres: (a) Sa, Sq ; (b) Ssk, Sku; (c) paramètres de volume; (d) Sdr.

Discussion

D'après les résultats précédents de mesure de la rugosité, on peut constater l'effet des opérations de tournage et de brunissage sur l'aspect de surface du 316L. En effet, lors du tournage, l'outil de coupe élimine des grains individuels de la surface, ce qui en fait apparaître des vallées d'une profondeur considérable dans le profil 2D de la surface tournée [137]. Par conséquent, des sillons clairs de hauteur considérable et des vallées profondes sont identifiés sur le profil. Le traitement par brunissage supprime ces traces grâce au passage de la bille sur les pics. En effet, parce que la bille 100C6 (≈ 850 Hv) est plus dure que la pièce (323,4 Hv), elle déforme les irrégularités et les enfonce continûment vers les vallées. Conséquemment, la hauteur des sommets et la profondeur des creux sont réduites. L'élimination des pics et des vallées peut être confirmée par le décroissement des paramètres fonctionnels V_{mp} , V_{vc} et V_{vv} . En parallèle, l'espacement entre les pics a été très diminué, ce qui est confirmé par l'évolution du RSM. Dans la littérature, des études ont rapporté les mêmes remarques [110,113,125].

La diminution des indicateurs R_q , R_{pk} , S_a , S_q ainsi que l'augmentation de R_{mr} réfèrent à un changement favorable de la structure de surface. Toutefois, la valeur positive de S_{sk} et la valeur du S_{ku} de la surface traitée indiquent que ce changement n'est pas suffisant et que la surface contient encore des reliefs. La réduction des paramètres R_k et R_{vk} et l'accroissement de S_{dr} confirment ce constat.

D'après la discussion précédente, on peut conclure que le traitement par brunissage, appliquée en fixant le régime optimal de rugosité, a pu produire sur la surface du 316L, des changements micro-géométriques avantageux, à savoir: un lissage de surface, une élimination des pics et des vallées et une réduction des hauteurs des sommets et des profondeurs des creux. Ainsi, la fonctionnalité de la surface a été améliorée. Toutefois, certains changements défavorables ont été remarqués, et sont probablement dus à l'existence des pics et/ou des vallées isolés, engendrés par un flux de matière ou par des inclusions [138].

III.4. Effet du régime optimale correspondant à la microdureté Hv

La surface traitée par le régime optimal maximisant la microdureté a été analysée sous microduromètre pour exploiter l'évolution du durcissement engendré par le brunissage. La **figure III.10** représente le profil de microdureté, tracé en mesurant la microdureté à partir de la surface vers le cœur du matériau avec un pas de 10 μm .

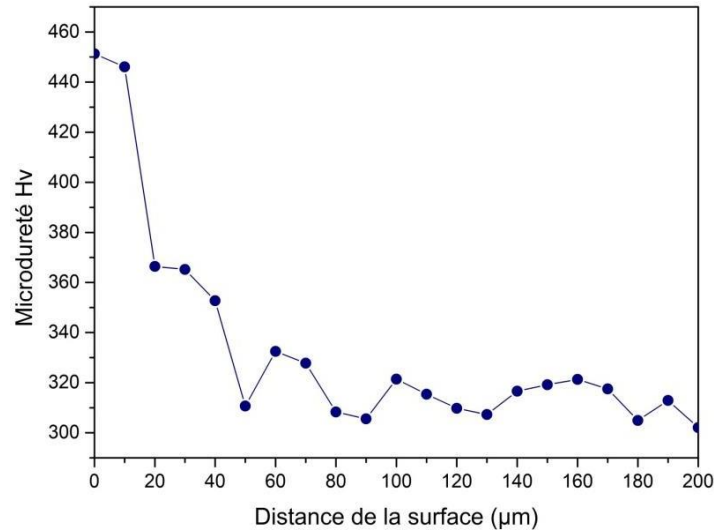


Figure III. 10. Evolution du durcissement engendré par le régime optimal correspondant à la microdureté.

D'après la **figure III.10**, on peut dévoiler l'effet de brunissage sur la microdureté de la surface ainsi que la microdureté des couches sous-adjacentes du 316L. En effet, le traitement a provoqué une augmentation de la microdureté superficielle, exprimé par un gain de 147 µm par rapport à l'état initial. La distribution de la microdureté en profondeur montre que le traitement produit un durcissement important jusqu'à une profondeur d'environ 20 µm. Au delà de cette valeur, la microdureté tend à se stabiliser pour prendre la même valeur que celle du cœur du matériau.

L'augmentation de la microdureté après brunissage peut être expliquée par l'effet du mouvement de la bille 100C6 déformante. En effet, l'application de la charge lors du brunissage repousse la bille pour pénétrer la surface, ce qui provoque, en premier lieu une déformation élastique des irrégularités. Quand la limite d'élasticité de ces dernières est atteinte, leur déformation plastique prend lieu. Ceci conduit à une augmentation des contraintes résiduelles internes de compression, qui provoquent à leur tour une augmentation considérable de la dureté de la surface [88].

III.5. Deuxième traitement de brunissage "Brunissage II"

Étant donné que les résultats des régimes optimaux montrent que certains paramètres n'ont pas été encore améliorés, une série de nouveaux essais a été réalisée sur les mêmes surfaces en variant le nombre de passes de $i=1,2,\dots, i=5$. On mentionne que l'essai dont $i=1$ correspond au régime optimal. En principe, ce traitement permettra d'obtenir des résultats plus

intéressants et d'étudier également l'effet du nombre de passes, lequel est largement investigué dans la littérature vu son importance [89, 96, 100, 113].

III.5.1. Effet du brunissage II sur les caractéristiques topographiques du 316L

III.5.1.1. Effet sur le paramètre de rugosité Ra

La variation du paramètre de rugosité Ra en fonction du nombre de passes est illustrée sur la **figure III.11**. On peut remarquer que Ra diminue avec l'augmentation de nombre de passes jusqu'à $i=3$ où elle atteint une valeur minimale de $0,074 \mu\text{m}$, indiquant que le nombre de passes ($i=3$) est la plus efficace pour minimiser la rugosité de surface. L'effet de l'accroissement du nombre de passe est expliqué par le passage répétitif de la bille sur la même surface. En effet, si un seul passage de la bille n'était pas suffisant pour déformer toutes les aspérités, trois passages auront permis à la bille de couvrir toute la surface de la pièce et ainsi la rendre très lisse. Toutefois, il est indiqué sur la même figure qu'une augmentation supplémentaire de i au delà de $i=3$ fait augmenter Ra de nouveau, et donc détériorer la surface. Ceci est dû à un durcissement excessif de la couche superficielle qui est engendré par le passage répété de la bille sur la même surface. Ainsi, l'écaillage des couches superficielles est produit [138]. Plusieurs travaux ont d'ailleurs remarqué le même résultat, et affirment que chaque matériau possède une limite d'érouissage qui ne doit pas être dépassée, sinon la surface se détériora [88-90, 94,100,110-113].

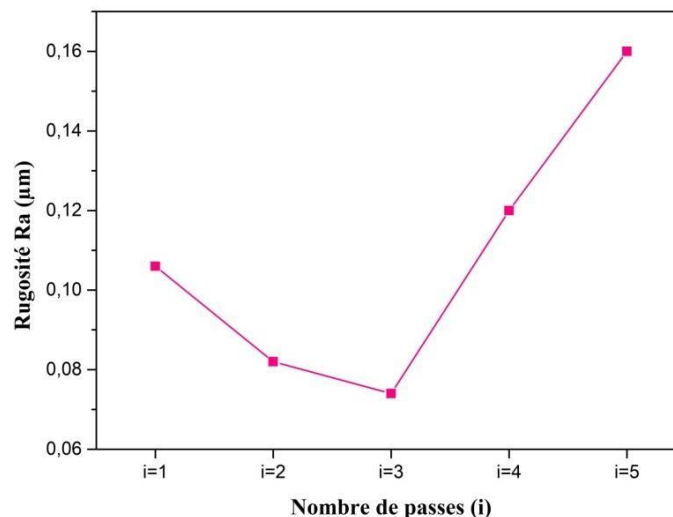


Figure III. 11. Évolution de la rugosité Ra en fonction de nombre de passes (i)

III.5.1.2. Effet sur le profil de surface et les paramètres de rugosité 2D

Les profils de surface, extraits des cinq surfaces traitées sont regroupés dans la **figure III.12** où on peut observer que la variation du nombre de passes produit des surfaces avec des profils distincts. La hauteur des pics résultants après un seul passage de la bille peut atteindre $0,6 \mu\text{m}$ (**Figure III.12.a**), alors que deux ou trois passes produisent des sommets qui ne dépassent pas $0,5 \mu\text{m}$ comme l'illustre la **figure III.12.b** et la **figure III.12.c**. Si le nombre de passes est encore augmenté à $i=4$ ou $i=5$, la hauteur des pics s'accroît de nouveau en arrivant à $0,6 \mu\text{m}$ (**Figure III.12.d**) et même à $0,8 \mu\text{m}$ (**Figure III.12.e**). En outre, il est visible sur le profil correspondant à $i=3$ que la distribution des sommets et des vallées est similaire à celle marquée sur le profil correspondant à $i=1$, mais avec une réduction remarquable de leurs hauteurs et leurs profondeurs respectivement. Cependant, au delà de $i=3$, les profils des surfaces représentent des pics plus hauts et des creux plus profonds reflétant la dégradation de la surface. Ainsi, ceci s'accorde avec le phénomène de hyper-durcissement remarqué dans la section précédente.

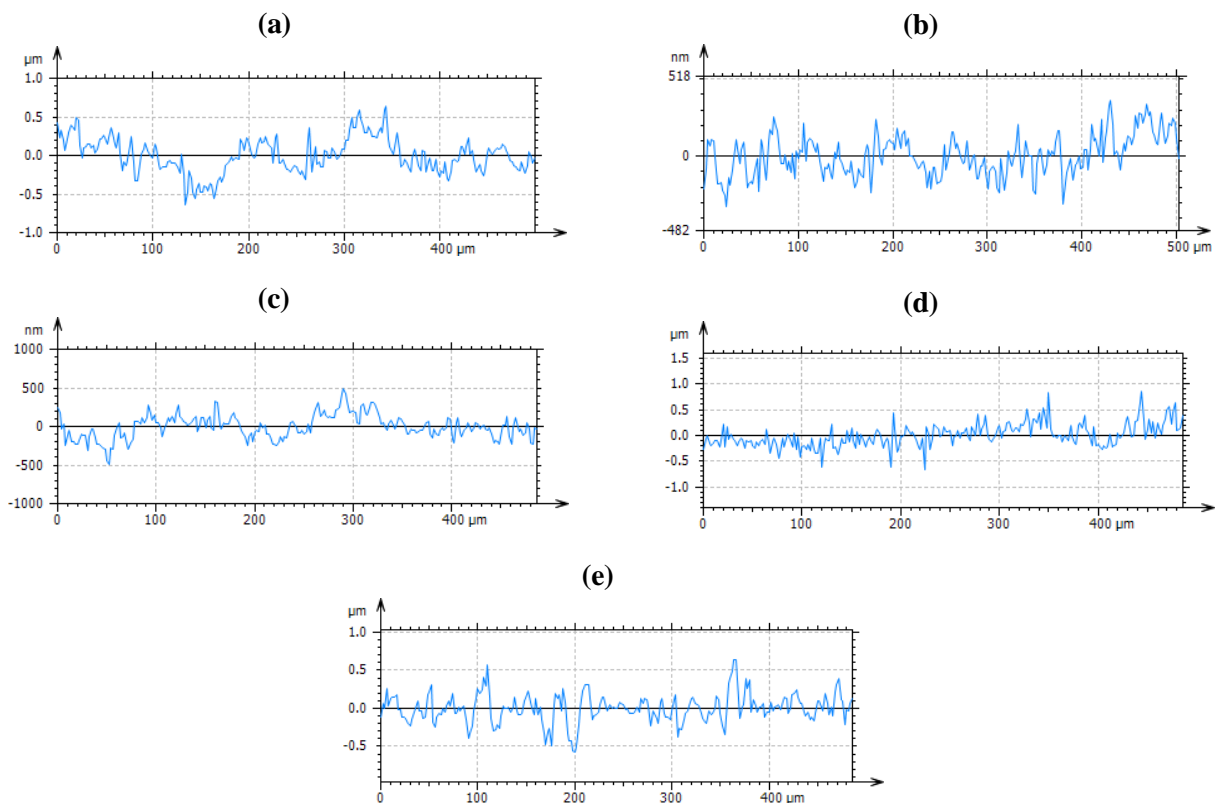


Figure III. 12. Profils de surface après traitement par brunissage: (a) 1 passe, (b) 2 passes, (c) 3 passes, (d) 4 passes et (e) 5 passes.

La tendance des paramètres de rugosité 2D en fonction du nombre de passes est présentée sur la **figure III.13**. L'analyse des courbes obtenues révèle la même évolution des paramètres R_q et R_{pk} en fonction de i , où on observe sur la **figure III.13.a** que ces deux indicateurs diminuent avec l'accroissement de i et convergent vers leurs minimums lorsque $i=3$. La régression de R_q indique que la hauteur des pics a été réduite significativement, tandis que le décroissement de R_{pk} indique que le volume d'usure perdu pendant le fonctionnement de la pièce est limité [139]. Toutefois, l'augmentation supplémentaire du nombre de passes fait accroître R_q et R_{pk} de nouveau, en altérant ainsi la résistance à l'usure du matériau. Sur la même figure, il apparaît que R_k et R_{vk} suivent la même allure en atteignant leur minimum lorsque $i=2$. Après, les deux paramètres s'élèvent avantageusement, vu qu'ils sont bénéfiques pour que le matériau ait un comportement aussi bien uniforme à l'usure, qu'une résistance à l'adhésion et une bonne rétention du lubrifiant [70,138]. Ainsi, nous pouvons confirmer que, lors du brunissage, le passage de la bille répété 3 fois améliore les paramètres tribologiques qui ont été insuffisants après un seul passage (voir **figure III.7.c**).

Sur la **figure III.13.b**, il ressort que les paramètres RSM et R_{mr} varient différemment avec la variation du nombre de passes. En effet, RSM prend des valeurs régressives lorsque i varie de $i=1$ jusqu'à $i=3$, puis il augmente jusqu'à $i=5$. Ainsi, le nombre de passes $i=3$ est le plus bénéfique pour réduire l'espacement entre les pics, ce qui convient avec les observations sur les profils 2D (voir **Figure III.11.c**). Le même nombre de passes ($i=3$) est également le plus efficace pour augmenter le taux de la longueur portante, où on détecte que R_{mr} croît avec l'accroissement de $i=1$ jusqu'à $i=3$ puis il tend à diminuer jusqu'à $i=5$.

D'après ces résultats, nous pouvons conclure que, lorsque la bille passe répétitivement sur la surface du 316L, elle peut déformer encore plus des aspérités et produire une surface plus lisse et plus régulière. Toutefois, cette répétition doit être arrêtée à 3 fois pour avoir la surface la plus améliorée, sinon un écaillage de surface se produit à cause d'une déformation plastique excessive sur les mêmes couches superficielles.

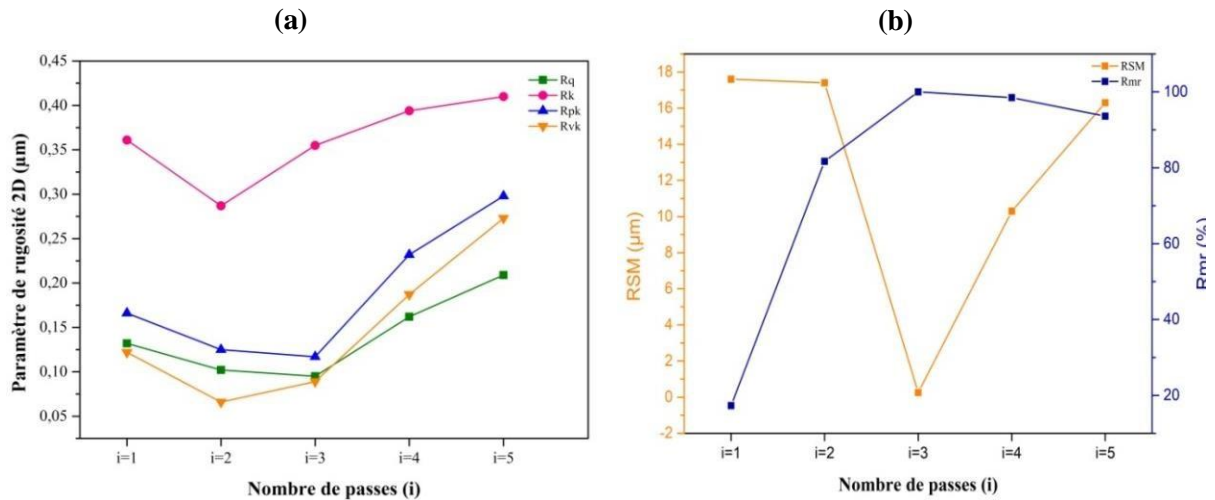


Figure III. 13. Effet de la variation du nombre de passes sur les paramètres de rugosité 2D:

(a) Rq, Rk, Rpk et Rvk; (b) RSM et Rmr.

III.5.1.3. Effet sur la topographie de surface 3D et les paramètres de rugosité 3D

Les topographies de surface correspondantes aux nombres de passes variés sont regroupées sur la **figure III.14**. La comparaison entre les cinq topographies révèle l'effet de l'augmentation du nombre de passes sur l'aspect de surface. En effet, un seul passage de la bille (**Figure III.14.a**) n'a pas effacé complètement les traces engendrées par l'outil de coupe lors du prétraitement (traits en pointu). Après l'augmentation du nombre de passes, les rayures ont totalement disparues. Cependant, une densité des pics plus élevée est détectée. Ceci est dû au passage répétitif de la bille et n'est pas considéré désavantageux, vu que la hauteur des sommets apparus est réduite, de $2,3 \mu\text{m}$ suite à un seul passage, à $1,9 \mu\text{m}$ après deux passages (**Figure III.14.b**) et à $1,6 \mu\text{m}$ pour trois à cinq passages (**Figure III.14.c-III.14.e**). Ainsi, ces figures montrent clairement la contribution du processus de brunissage à écraser les pics et les pousser vers les vallées. En faite, ceci est très bénéfique pour bloquer et minimiser les sites d'amorçage des fissures qui s'amorcent dans les vallées [140].

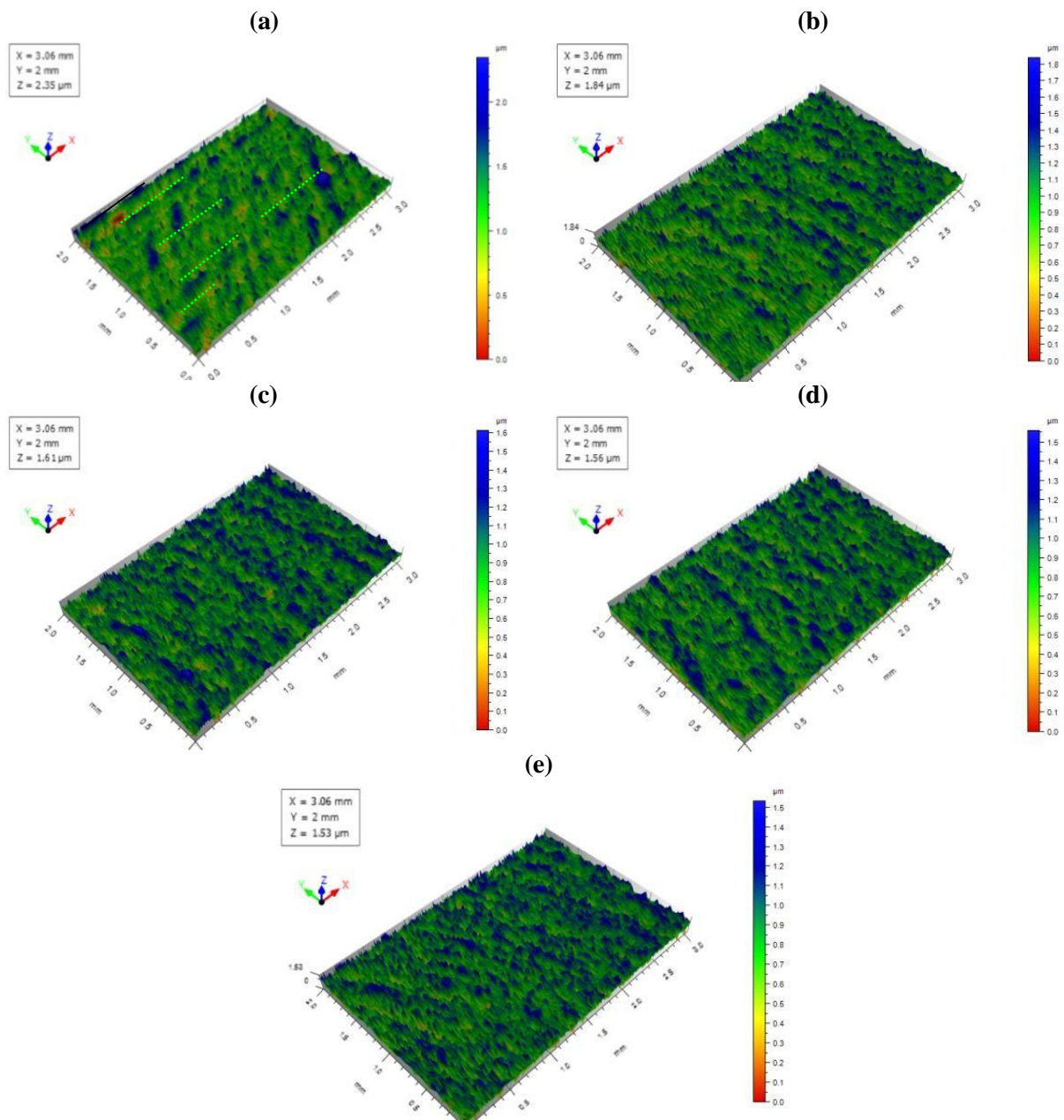


Figure III. 14. La topographie des surfaces traitées: (a) $i=1$, (b) $i=2$, (c) $i=3$, (d) $i=4$ et (e) $i=5$.

Pour les paramètres de rugosité 3D, l'influence du changement du nombre de passes sur leurs évolution est illustré sur la **figure III.15**.

Les paramètres d'amplitude S_a et S_q prennent presque la même progression en fonction de i (**figure III.15.a**). En effet, les deux paramètres augmentent lorsque i est augmenté à $i=2$ mais ensuite diminuent lorsque $i=3$. Après, l'indicateur S_q croît avec l'accroissement de i jusqu'à $i=5$, indiquant une altération de la surface, alors que le paramètre S_a diminue encore quand $i=4$, mais très légèrement (de $0,182 \mu\text{m}$ à $0,180 \mu\text{m}$), puis il

augmente aussi jusqu'à $i=5$. Ainsi, le traitement par brunissage avec un nombre de passe $i=3$ est vérifié effectivement, car un moindre nombre de passes ne sera pas efficace, et de même, un nombre de passes supérieur aura un effet désavantageux.

La **figure III.15.b** montre que le skewness (Ssk) converge vers le minimum lorsque $i=3$ mais il prend toujours des valeurs positives. Pareillement, le kurtosis (Sku) tend vers le minimum lorsque $i=3$ en prenant des valeurs supérieures à trois pour les cinq passes. Donc, Ssk et Sku n'ont été pas améliorés efficacement par ce traitement, mais ceci n'a pas influencé sur l'amélioration de la rugosité. On peut conclure alors que ces deux indicateurs ne sont pas les paramètres dominants conditionnant la rugosité de surface du 316L.

Pour les paramètres tribologiques (**Figure III.15.c**), les deux indicateurs V_{mp} et V_{vv} varient de la même manière avec l'augmentation de i : lorsque $i=2$ ils augmentent puis ils diminuent lorsque $i=3$. Ensuite, ils répètent la même variation lorsque i est augmenté jusqu'à $i=4$ et $i=5$. L'obtention des minimums de ces deux volumes lorsque $i=3$ réfèrent au fait que, lorsque la bille passe trois fois successivement sur la surface du 316L, elle réduit maximalelement le volume des pics ainsi que le volume du vide des vallées (voir **figure III.16**). L'évolution du volume de vide du matériau (V_{vc}) est minimisé également à un nombre de passe $i=3$, mais il reprend ensuite l'augmentation jusqu'à $i=5$. De l'autre coté, la variation du volume de matière du cœur (V_{mc}) est totalement inversée où on observe que cet indicateur diminue puis il arrive à son maximum lorsque $i=3$. Après, il reprend en diminuant puis en augmentant respectivement lorsque $i=4$ et $i=5$. Donc, le fait de limiter le nombre de passe à $i=3$ lors du traitement, permet de comprimer les pics et d'éliminer les vallées. Certes, une augmentation supplémentaire du passage de la bille aura un effet destructeur, dû à une déformation excessive de la surface, ce qui la fera écailler.

La tendance du paramètre hybride Sdr en fonction du nombre de passes, illustrée sur la **figure III.15.d**, montre qu'au-delà de $i=1$, ce paramètre diminue jusqu'à $i=3$ puis augmente lorsque $i=4$. Avec $i=5$, Sdr décroît considérablement. Il est rapporté que des valeurs de Sdr inférieures à 1% sont généralement associées à des surfaces superfinies [141]. D'ailleurs, toutes les valeurs de Sdr enregistrées sont nettement inférieures à 1%, mais les nombres de passes $i=3$ et $i=5$ produisent des valeurs très proches (0,0565 % et 0,0507 % respectivement). Conformément aux observations précédentes, trois passages de la bille lors du brunissage permettront de produire une surface bien finie.

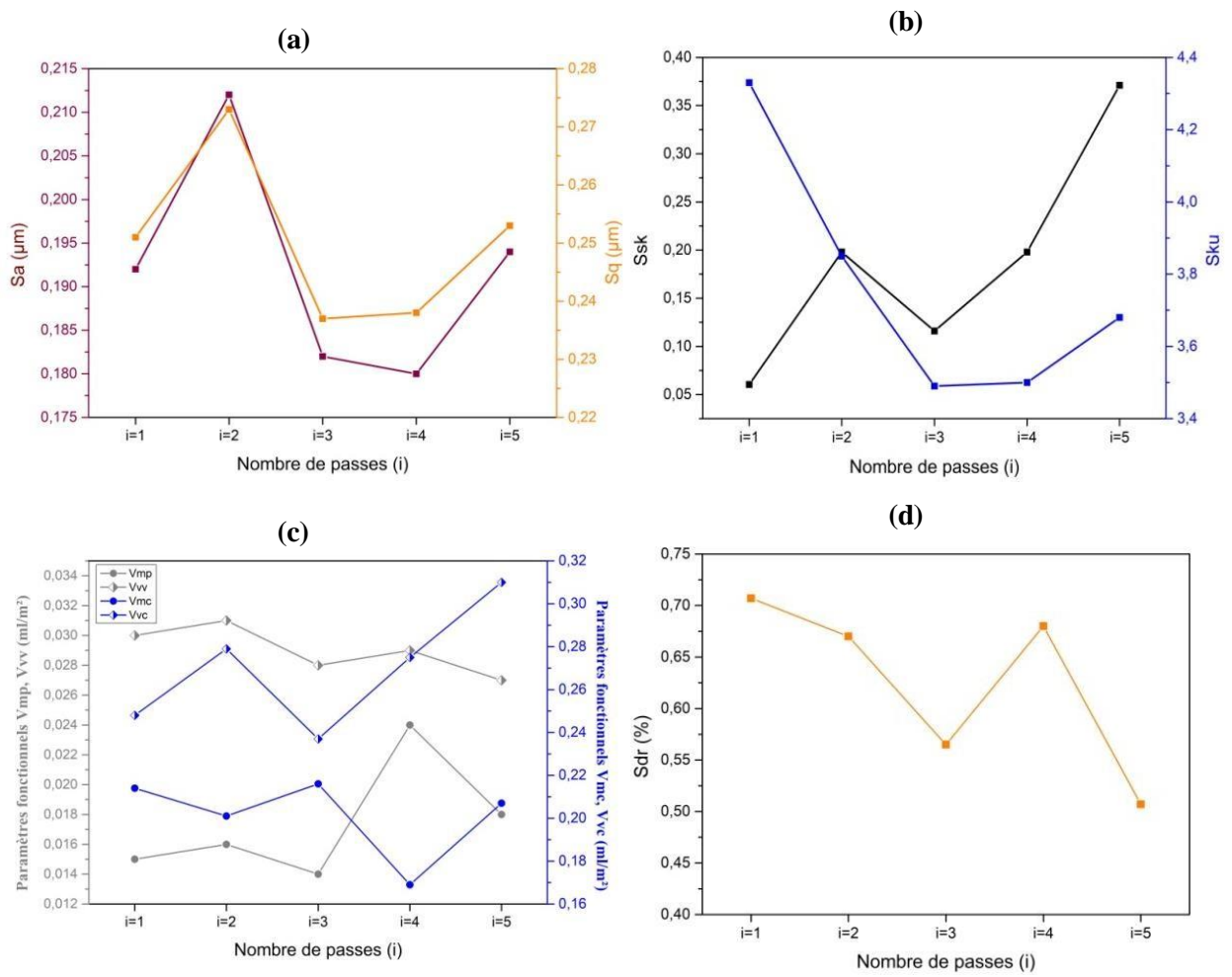


Figure III. 15. Effet de la variation du nombre de passes sur les paramètres de rugosité 3D:

(a) Sa, Sq; (b) Ssk, Sku; (c) Vmp, Vmc, Vvc, Vvv et (d) Sdr.

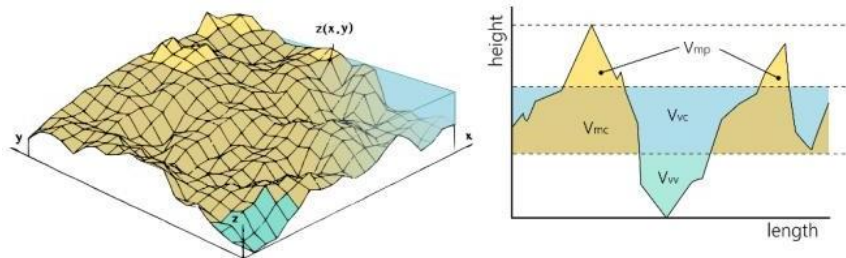


Figure III. 16. Signification des paramètres tribologiques de rugosité 3D [142]

III.5.1.4. Effet sur le comportement tribologique du 316L

a) Mesure du coefficient de frottement

Afin d'investiguer le comportement à l'usure de l'acier étudié avant et après traitement par brunissage, des tests de frottement ont été réalisés contre une bille d'alumine sous une charge de 10 N. La **figure III.17** montre l'évolution des coefficients de frottement de la surface usinée et des surfaces traitées par brunissage avec augmentation du nombre de passes jusqu'à $i=5$. L'analyse des différentes courbes enregistrées montre que le coefficient de frottement μ de toutes les surfaces testées évolue de la même manière en fonction de la distance parcourue. En effet, au début du test, le coefficient de frottement croît rapidement pour atteindre sa valeur maximale, voire avant 3 mètres, et puis il se maintient stable jusqu'à la fin du test. La transition rapide du coefficient de frottement correspond à la période de rodage durant laquelle les aspérités sont déformées, tandis que sa stabilisation se réfère à la formation des débris d'usure [143,144]. Les valeurs moyennes de μ obtenues sont illustrés sur la **figure III.18**. Par comparaison à l'échantillon tourné, les échantillons traités avec ($i = 1$, $i = 2$, $i = 4$ et $i = 5$) représentent un coefficient de frottement légèrement plus élevé, et seul l'échantillon traité avec trois passes ($i=3$) présente une valeur de μ inférieure à 0,549 ($\mu=0,589$ de l'état initial). Ceci indique que le traitement de brunissage n'a pas influencé véritablement le coefficient de frottement du 316L. Or, le nombre de passe fixé à $i=3$ semble être adéquat pour ne pas altérer le coefficient de frottement après traitement par brunissage.

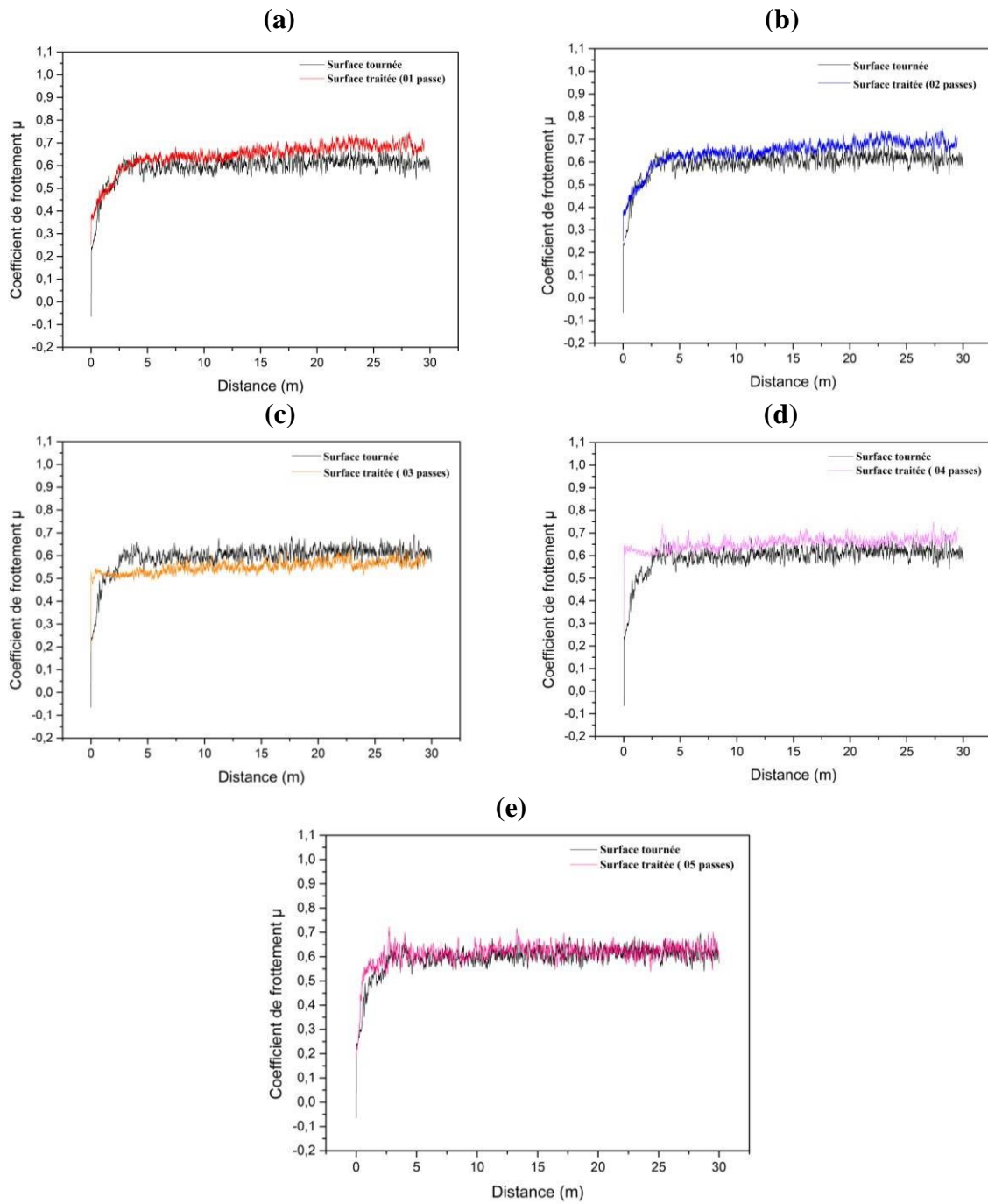


Figure III. 17. Coefficients de frottement des surfaces traitées par brunissages: (a) 01 passe; (b) 02 passes; (c) 03 passes; (d) 04 passes et (e) 05 passes.

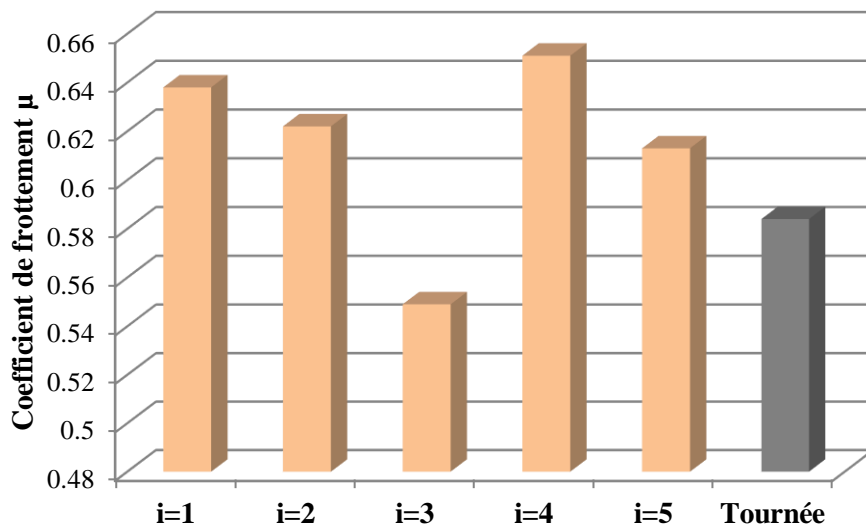


Figure III. 18. Coefficients de frottement de la surface tournée et des surfaces traitées avec augmentation du nombre de passes jusqu'à $i=5$.

b) Topographie des pistes d'usure

La **figure III.19** montre les topographies 3D ainsi que le profil 2D des traces d'usure produites par le contact de la bille avec les différentes surfaces testées. Toutes les pistes de frottements comprennent des rayures avec différentes largeurs et profondeurs, provoquées par le passage de la bille d'alumine. Si la distinction entre les différentes pistes n'est pas assez claire d'après les photos 3D, le profil de la surface 2D peut en faire la différence. Pour cela, les différents paramètres extraits du profil 2D sont regroupés dans le **tableau III.5**.

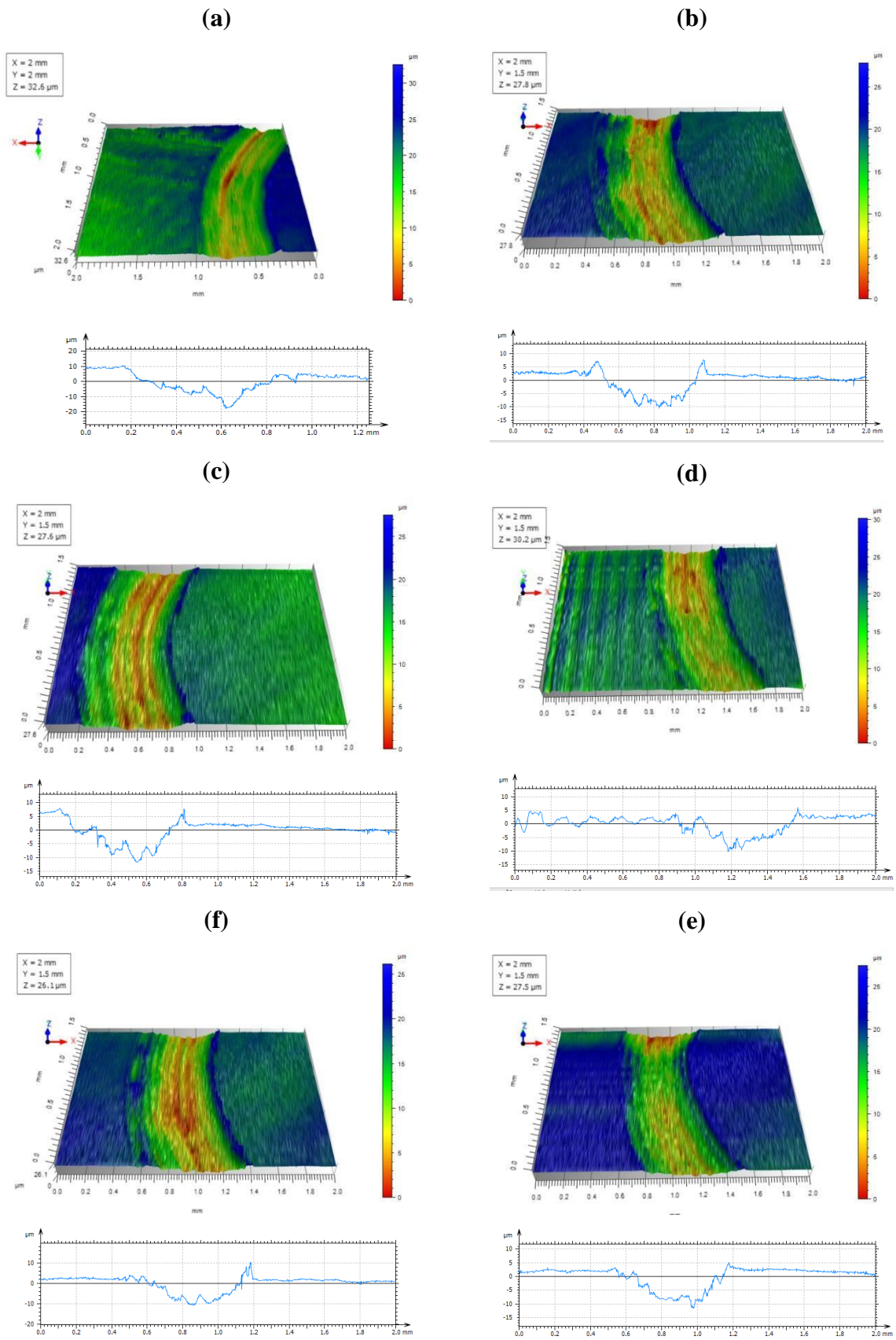


Figure III. 19. Pistes de frottement de la surface tournée (a) et des Surfaces traitées: (b) $i=1$; (c) $i=2$; (d) $i=3$; (e) $i=4$; (f) $i=5$.

Tableau III. 5. Propriétés géométriques des pistes d'usure.

Paramètres	i=1	i=2	i=3	i=4	i=5	Tournée
Largeur de la piste [mm]	0,56	0,7	0,6	0,56	0,66	0,7
Profondeur maximale [μm]	12,5	13,4	10,8	12,6	13,7	23
Aire du trou [μm^2]	3945	3430	3283	3923	4149	6676

D'après le **tableau III.5**, il est bien évident que la largeur et la profondeur de la trace d'usure ainsi que l'aire du trou des surfaces traitées sont plus faibles que celles de la surface tournée. Parmi les cinq surfaces brunies, la surface traitée trois fois consécutivement est celle qui possède une profondeur maximale de piste ainsi qu'une aire du trou la plus petite. En outre, la largeur de sa piste est nettement inférieure à celle de l'échantillon non traité; ceci prédit que cette surface devra présenter le meilleur comportement à l'usure en comparaison aux autres échantillons. Effectivement, ceci bien confirmé par les résultats de mesure de coefficient du frottement (voir **Figure III.17.d** & **Figure III.18**).

c) Taux d'usure

Dans le but d'une meilleure évaluation du comportement du 316L au frottement, la quantification du volume de matière usée devra être estimée après le test. Le taux d'usure de tous les échantillons a été évalué en analysant la trace d'usure rémanente après frottement. En effet, l'aire du trou précédemment présentée (**Tableau III.5**) est utilisée pour calculer le volume perdu. La **figure III.20** mentionne les taux d'usure de toutes les surfaces exposées au frottement. Il semble bien que le taux d'usure de toutes les surfaces traitées est plus bas que celui de la surface tournée, suggérant ainsi une réduction de perte de matière durant le frottement. Parmi les cinq surfaces traitées, celle ayant été déformée trois fois par la bille (i=3) lors du brunissage présente le minimum de volume usé après le test d'usure. Ceci est en accord avec les résultats de mesure du coefficient de frottement et de l'analyse de la piste de frottement déjà évoquée en-dessus.

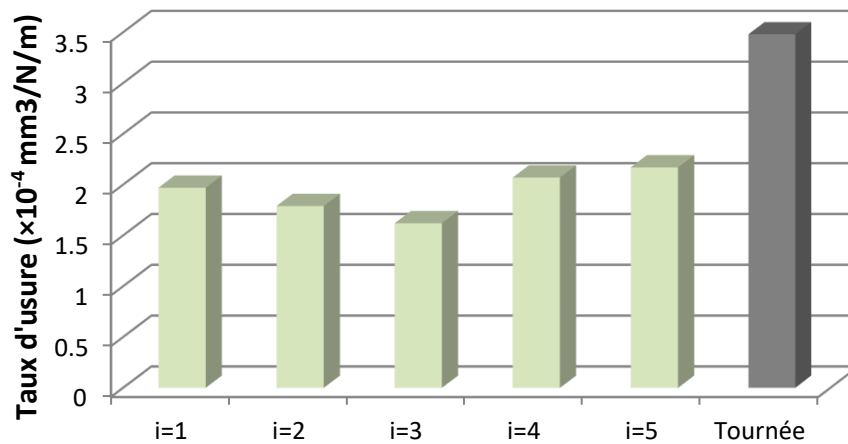


Figure III. 20. Taux d'usure de la surface tournée et des surfaces traitées par brunissage.

Discussion

Il est bien connu que les propriétés tribologiques de la surface sont directement liées à son aspect, particulièrement sa rugosité. Généralement, plus la surface est lisse plus son coefficient de frottement est faible [21,111]. Cependant, les résultats du présent travail indiquent que, bien que les échantillons traités avec ($i = 1, i = 2, i = 4$ et $i = 5$) ont des valeurs de R_a inférieures à celle de l'échantillon tourné, leurs coefficients de frottement sont plus élevés, mais avec une légère différence. En se référant au travail de Sedlacek et al. [145], nous expliquons ce constat par une probable déformation plastique de la surface testée durant le test de frottement. En effet, puisque la bille d'alumine est très dure, son glissement sur la surface du 316L provoque la déformation plastique de cette dernière. Sinon, l'augmentation du coefficient de frottement peut être due à l'insuffisance des paramètres S_{sk} et S_{ku} (voir **Figure III.15**). D'après [146], un skewness positif ($S_{sk} < 0$) et un kurtosis faible ($S_{ku} < 3$) vont augmenter le coefficient de frottement car ils reflètent une surface moins aplatie et qui contient encore de reliefs. Par conséquent, durant le frottement, le phénomène de chevauchement entre la bille d'alumine et la surface du 316L sera important, ce qui augmente la surface de contact, et c'est ainsi que le coefficient de friction croît. En fait, le S_{sk} de l'échantillon tourné était négatif mais il est devenu positif après brunissage. De même, le S_{ku} des surfaces traitées a été diminué par rapport à la surface non traitée. Donc, nous suggérons que ces deux indicateurs reflètent de l'augmentation du coefficient de frottement sans

altération de la résistance à l'usure du matériau étudié. Ainsi, ils ne sont pas les indicateurs les plus significatifs ni sur la rugosité ni sur la résistance à l'usure du 316L.

Le taux d'usure volumétrique a été amélioré pour tous les échantillons traités. Cette amélioration peut s'expliquer par deux facteurs: la réduction de la rugosité de surface ainsi que la forte densité de dislocation et les contraintes résiduelles créées par le brunissage [15]. En effet, les surfaces plus lisses présentent des degrés de frottement plus faibles [147], car la minimisation des aspérités réduit les mouvements d'emboîtement entre les aspérités de la surface testée et celles de la bille pendant le test de frottement, et donc l'usure des couches extrêmes est considérablement limitée. C'est pour cela que tous les échantillons traités présentent des surfaces plus lisses et également des taux d'usure faibles, par rapport à la surface non traitée. Certes, la résistance à l'usure du 316L semble être plus dominée par les paramètres de taux de longueur portante (R_k , R_{pk} , R_{vk}) et par les paramètres tribologiques (V_{mp} , V_{mc} , V_{vc} , V_{vv}). Parmi les différentes surfaces traitées, celle obtenue en fixant le nombre de passe à $i=3$ présente le meilleur aspect de surface ainsi qu'un comportement à l'usure le plus favorisée. Nous pouvons expliquer l'effet de variation des précédents paramètres sur le comportement tribologique de cette surface par:

- Après brunissage, le paramètre R_{pk} a été réduit offrant une réduction des pics saillants qui risquent d'être éliminés pendant les premières heures de fonctionnement. Le paramètre R_k ainsi que R_{vk} ont été augmentés, ce qui indique que la quantité de matière disponible à l'usure est considérable (R_k), et donc la pièce fonctionnera longtemps en service [70]. En outre, ceci assure une bonne rétention du lubrifiant (R_{vk}), ce qui permet d'augmenter la résistance à l'adhésion et d'éviter les pertes énergétiques et le grippage sur les composants lors du frottement [138].
- Sous l'effet de brunissage, l'augmentation du volume de matière des pics " V_{mp} " aussi bien que celui de celle du corps (V_{mc}) est un résultat intéressant vu que le premier paramètre offre un accroissement de la portance, ce qui est bénéfique lors du rodage, tandis que le deuxième indicateur détermine la quantité de matière qui résiste à la fatigue et à l'usure durant le fonctionnement de la surface [148]. De l'autre côté, le traitement a fait diminuer le volume du vide de la matière du corps " V_{vc} " en faveur à l'augmentation de la quantité de matière résistante à l'usure. Le décroissement du volume du vide des vallées " V_{vv} " permet à son tour de préserver l'espace pour retenir le lubrifiant, et ainsi diminuer le frottement [70,138].

En fait, le nombre de passe $i=3$ a permis d'obtenir une rugosité R_a diminuée de 93% et, en conséquence, un taux d'usure réduit de 53,44%. Ceci confirme que la meilleure résistance à l'usure sera attribuée à la surface la plus lisse et la plus régulière. Cependant, une augmentation supplémentaire du nombre de passes détériore la surface, en altérant la rugosité, ce qui augmente à la fois le coefficient de frottement et le taux d'usure. L'augmentation du μ et du taux d'usure est assez compréhensible du fait de l'augmentation des mouvements d'emboîtement entre les surfaces en contact, provoqués par l'augmentation de R_a . Rao et al. [109] rapportent dans leur travail qu'au début du processus de brunissage, une petite distance est pénétrée par la bille, mais avec une action répétée de traitement, la saillie du travail devant l'outil de brunissage devient grande et la région de la déformation plastique s'élargit, ce qui modifie la surface améliorée. Ainsi, cette dernière sera endommagée et résistera moins au frottement en présentant un coefficient de frottement élevé et un volume d'usure important.

d) Morphologie des pistes d'usure

Pour comprendre le mécanisme d'usure dominant lors du frottement, trois surfaces ont été sélectionnées pour être analysées par microscope électronique à balayage. En effet, la **figure III.21** montre les micrographies des pistes d'usure de la surface non traitée, de la surface traitée par le régime optimal de rugosité ($i=1$) et de la surface correspondante à $i=3$. Toutes les traces produites présentent des signes de délaminage indiquant une usure adhésive. Cependant, la surface de l'échantillon tourné semble être sévèrement usée par rapport à celles brunies. Le régime d'usure adhésive sévère s'est transformé en une usure adhésive moyenne pour l'échantillon traité en fixant $i = 1$. Une augmentation supplémentaire du nombre de passes à $i = 3$ a changé le régime en une usure adhésive très légère, conformément aux vues de Qin et al. [22]. Selon les mêmes morphologies, la quantité des débris observée dans la surface tournée est plus élevée que celles des surfaces traitées. Ces débris sont causés par le glissement de la bille d'alumine sur les aspérités de la surface. En effet, au fur et à mesure que le mouvement de glissement se poursuit, de nouvelles jonctions se forment et se rompent à leur tour. Si la force adhésive est plus forte que la force de cohésion de l'un ou l'autre des deux matériaux, alors la jonction se rompra dans l'aspérité la plus faible. Par conséquent, le matériau est transféré d'une surface à l'autre et une partie est finalement détachée pour former des débris d'usure tandis que des sillons profonds sont également produits [149].

On peut rapporter que le régime optimal correspondant à la rugosité ($i=1$) a amélioré la résistance à l'usure du 316L étant donné qu'une moindre quantité de débris a été observée et que les sillons n'étaient pas aussi profonds que la surface tournée. Le brunissage avec trois

passes ($i = 3$) a encore renforcé le comportement tribologique de l'acier étudié vu que les particules adhésives ont presque disparues et les sillons étaient très peu profonds. Cette influence s'explique par le fait que le traitement par brunissage engendre des degrés élevés de déformation plastique de la couche superficielle ainsi que des couches sous-adjacentes. Ainsi, un durcissement significatif est induit ce qui rend la surface beaucoup plus résistante à la déformation plastique, provoquée par le mouvement de contact lors du glissement à sec.

Comme il a été rapporté dans l'étude de Kuznetsov et al. [150], le brunissage augmente la capacité des couches déformées à résister à la déformation élastique et plastique lors du chargement en contact, ce qui empêche la formation des liaisons d'adhésion entre les surfaces. En fait, ces résultats confirment que l'échantillon traité avec trois passes présente un très faible degré de déformation plastique pendant le test de frottement, et c'est ainsi que son coefficient de frottement a été diminué par rapport à la surface non traitée.

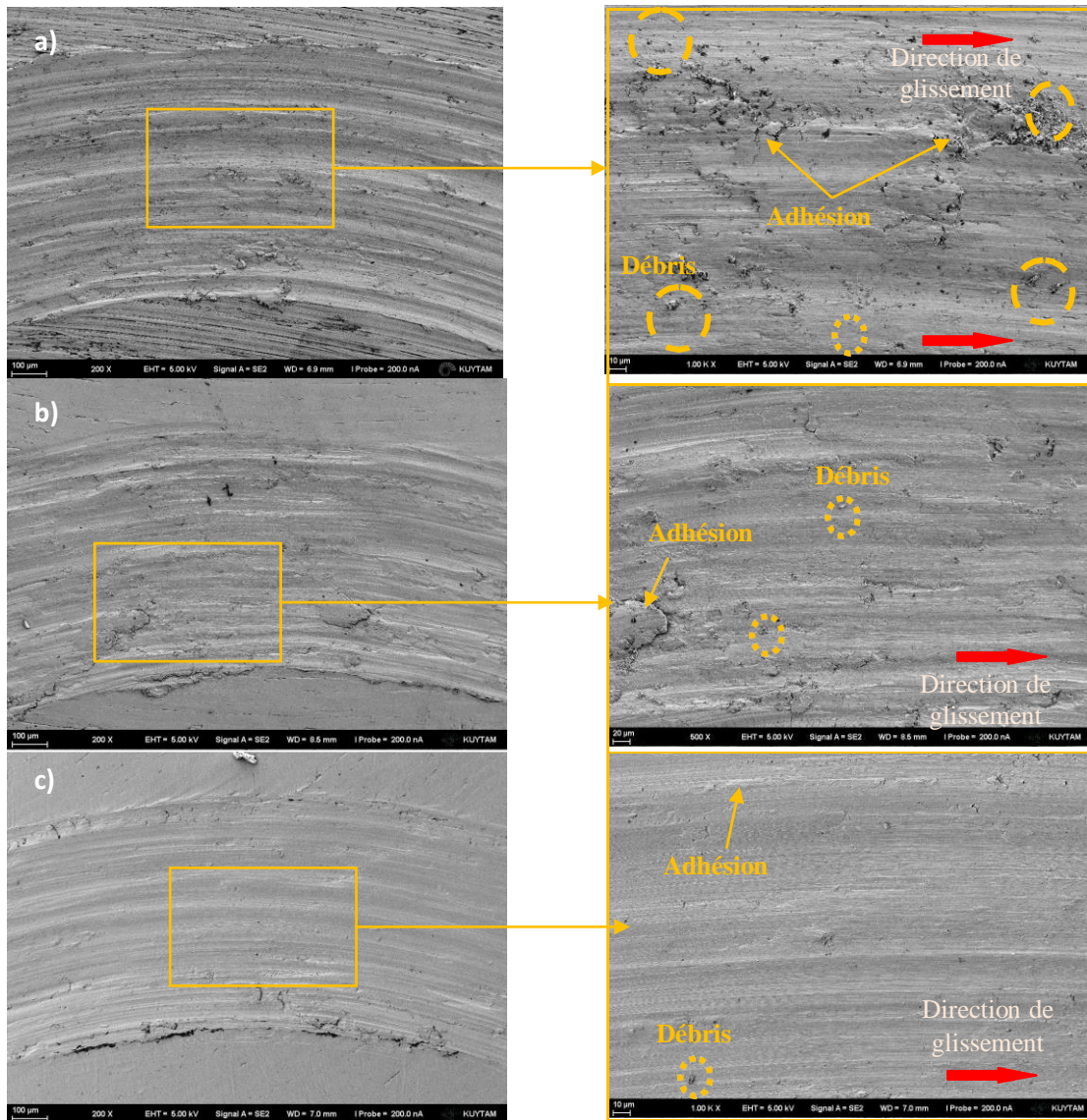


Figure III. 21. Morphologies des pistes d'usure: (a) surface tournée; (b) surface traitée avec $i=1$ et (c) surface traitée avec $i=3$.

III.5.1.5. Topographies identifiées par AFM

Pour soutenir les résultats obtenus par profilométrie, trois échantillons particuliers ont été imagés par AFM sur une surface de $50\ \mu\text{m} \times 50\ \mu\text{m}$. Les images 2D et 3D de la surface non traitée ainsi que des surfaces traitées avec $i=1$ et $i=3$ sont regroupées dans la **figure III.22**. D'après les images 2D et 3D de la surface non traitée (**figure III.22.a** & **figure III.22.b**), on peut remarquer qu'elle est caractérisée par des pics plus hauts et des vallées plus profondes en comparaison à la surface traitée par application du régime optimal de rugosité (**figure III.22.c** & **figure III.22.d**). Encore, en augmentant le nombre de passe i jusqu'à $i=3$, le traitement par brunissage produit une surface plus lisse par rapport aux deux surfaces

précédentes (**figure III.22.e** & **figure III.22.f**). Les rayures apparentes sur la surface tournée sont dues au procédé d'usinage qui engendre une rugosité importante ($R_a = 134 \text{ nm}$ et $R_q = 172 \text{ nm}$). Après un brunissage effectué une seule fois, les traces d'usinage ont été réduites considérablement et la rugosité a diminuée à $25,7 \text{ nm}$ pour R_a et $35,1 \text{ nm}$ pour R_q . Pendant le brunissage, suite au passage de la bille trois fois successivement sur la surface du 316L, les rayures ainsi que les pics ont presque disparues ce qui fait réduire la rugosité R_a à $14,1 \text{ nm}$ et R_q à $18,3 \text{ nm}$, une diminution de $89,4\%$ et de $68,3\%$ respectivement.

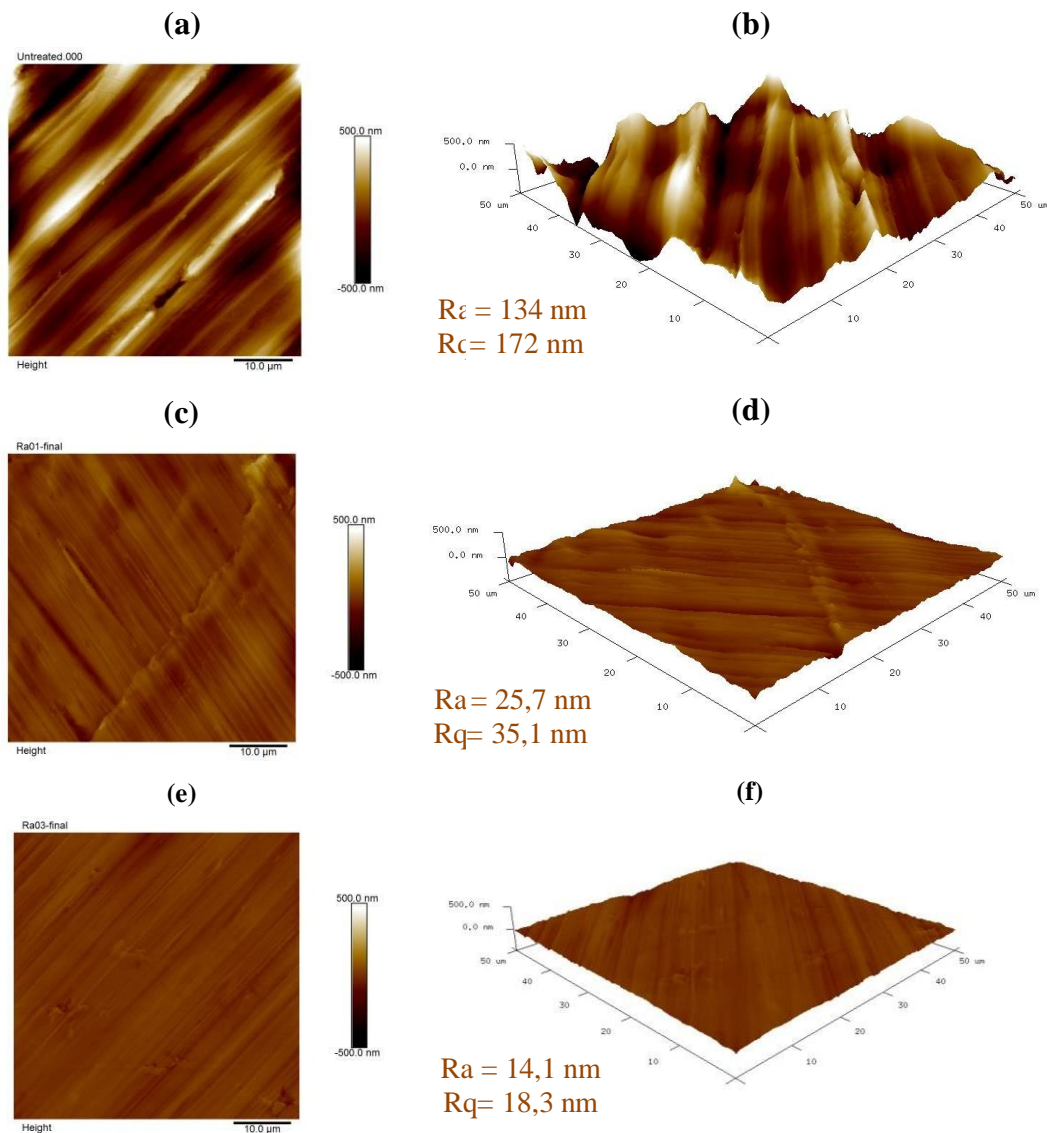


Figure III. 22. Images AFM des surfaces traitées par brunissages: (a) (c) (e) images 2D correspondantes à la surface non traité, $i=1$ et $i=3$ respectivement; (b) (d) (f) images 3D correspondantes à la surface non traité, $i=1$ et $i=3$ respectivement.

III.5.1.6. Analyse par diffraction à rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X est utilisée pour révéler les différences de cristallinité et de changement de phase induites par le traitement de brunissage effectué sur le 316L. Comme le montre clairement la **figure III.23**, le 316L non traité représente les pics caractéristiques de la phase austénitique γ dont la structure cubique à face centrée, à savoir, (111), (200) et (220). Après traitement par brunissage avec $i=1$, les mêmes pics apparaissent et aucune nouvelle phase n'est identifiée. Toutefois, l'intensité du pic (111) est diminuée tandis que celle du pic (200) est légèrement augmentée. Pour un nombre de passe $i=3$, les mêmes remarques sont notées que dans le cas précédent que l'on rajoute également que le pic principale (111) est plus intense que celui obtenu après un seul nombre de passe. Ainsi, nous pouvons conclure que le traitement par brunissage n'a pas affecté sur la composition des phases du 316L, mais a sûrement modifié sa cristallinité. Pour le confirmer, la largeur à mi-hauteur (FWHM) a été calculée pour les trois cas. Il a été rapporté que cette grandeur permet d'obtenir des informations importantes sur l'état de surface du matériau car elle est liée à la distorsion du grain, à la densité des dislocations et aux contraintes résiduelles [151]. Le **tableau III.6** montre les résultats de calcul du FWHM des échantillons testés. Il apparaît que le FWHM des échantillons brunis est légèrement inférieure à celui de l'échantillon initial, ce qui indique que la taille des grains a été légèrement augmentée [151,152].

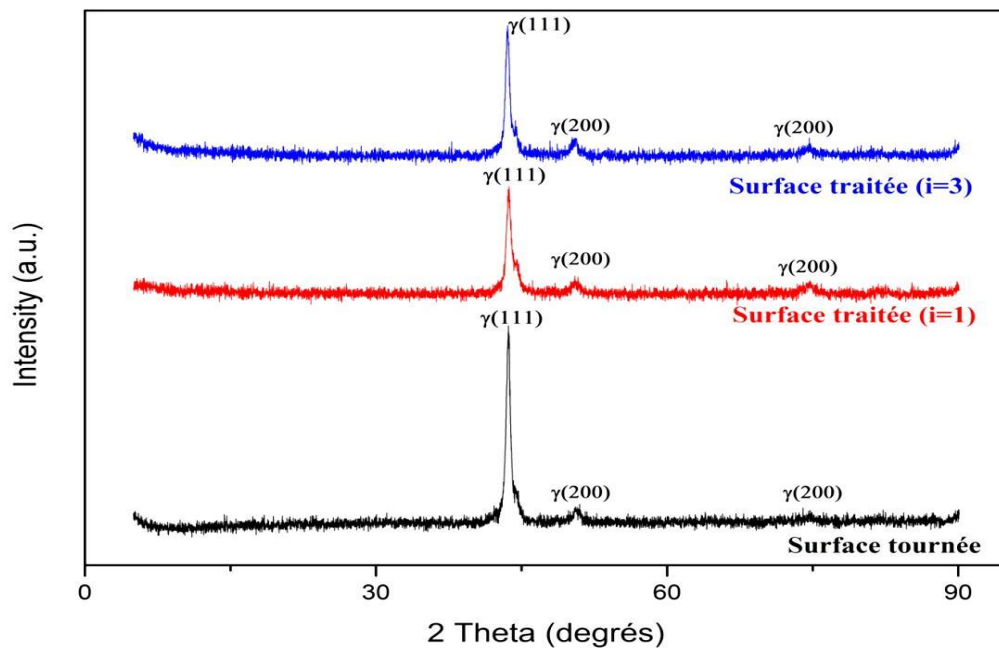


Figure III. 23. Spectres de diffractions des échantillons testés.

Tableau III. 6. Valeurs de FWHM des échantillons testés par DRX.

Surface	FWHM (°)
Non traitée	1,089
Traitée avec i=1	1,083
Traitée avec i=3	0,934

III.5.2. Effet du brunissage II sur le durcissement du 316L

III.5.2.1. Effet sur la microdureté superficielle

Les surfaces déjà traitées par le régime optimal correspondant à la microdureté Hv sont exposées au deuxième traitement par brunissage avec augmentation du nombre de passes de $i=1$ jusqu'à $i=5$. Les valeurs de la microdureté Hv des surfaces, obtenues en fonction du nombre de passes, sont présentées sur la **figure III.24**. L'effet de l'augmentation du nombre de passe se manifeste par une variation de la microdureté finale. Si l'augmentation du nombre de passe à $i=2$ n'a pas vraiment provoqué un changement remarquable de la microdureté, l'application de 3 à 5 passes engendre un durcissement très important, exprimé par une microdureté allant de 516,8 Hv pour trois passes à 593,0 Hv pour cinq passes. D'ailleurs, quatre passes sont les plus agissantes, elles produisent une surface dure dont la microdureté Vickers peut atteindre 598,3 Hv.

L'impact du brunissage sur la microdureté s'interprète par la déformation plastique qui produit une structure à grains condensés [153] et génère des contraintes résiduelles chargeant la surface en compression. Toutefois, et contrairement aux résultats de la rugosité, l'augmentation du nombre de passes ne provoque aucun effet négatif même si la bille passes 5 fois successivement sur la surface. Malgré que plusieurs travaux stipulent que le fait de répéter l'opération de brunissage plusieurs fois, particulièrement plus de 3 fois, la destruction de la surface aura lieu, étant donné que la surface est déjà saturée. Nous pouvons expliquer ça par la l'avance élevée (0,18 mm/tr) et la légère force (80 N) appliquées lors des cinq passes. En fait, puisque la bille est chargée faiblement et se déplace rapidement, elle déforme plus de zones après chaque passe sans affecter les espaces déjà déformées. Autrement dit, le passage répétitif de la bille sur la même aire n'aura pas un effet nuisible vu qu'elle n'a ni une grande force ni un temps suffisant pour pénétrer la surface et détruire les couches déformées préalablement.

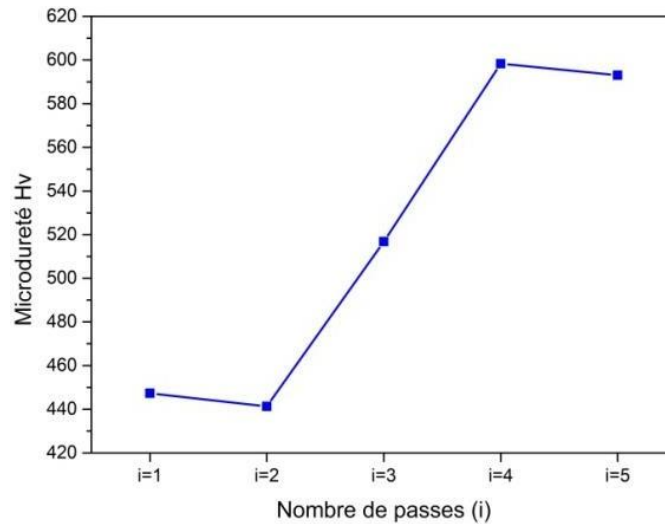


Figure III. 24. Variation de la microdureté Hv du 316L par brunissage en fonction du nombre de passes.

III.5.2.2. Effet sur la profondeur de durcissement

L'influence de la variation du nombre de passes sur la profondeur durcie est illustrée sur la **figure III.25** pour les cinq surfaces produites. En examinant les profils de microdureté obtenus, on peut remarquer que l'évolution de la microdureté générée suite à une seule passe (**Figure III.24.a**) est pareille à celle engendré suite à deux passes (**Figure III.24.b**) et également suite à trois passes (**Figure III.24.c**), où il apparait que le traitement a engendré un durcissement important sur une profondeur inférieure à 20 μm . L'augmentation supplémentaire du nombre de passe à $i=4$ augmente légèrement la profondeur de la surface durcie qui atteint 25 μm , comme le montre la **figure III.24.d**. Or, le passage de la bille répété cinq fois sur la surface produit une couche dure d'une épaisseur atteignant 40 μm (**Figure III.24.e**). Nous confirmons, d'après ces résultats, que le traitement par brunissage peut durcir la couche superficielle du 316L mais ne peut pas la pénétrer profondément. D'ailleurs, les profondeurs de durcissements élevées enregistrées dans certains travaux [94,96, 99-101, 154], reviennent soit à la capacité plus élevée du matériau à l'écrouissage soit à l'application d'une charge importante et une avance faible, ce qui permet à la bille de bien pénétrer la surface. Toutefois, à un certain nombre élevé de passes, le durcissement va s'arrêter, dû à la saturation de la surface [155]. Ceci veut dire que le traitement ne devra pas dépasser la limite d'écrouissage du matériau, sinon les fissures vont être développées sur la surface provoquant son endommagement [88]. C'est ainsi que nous avons limité le nombre de passes à $i=5$, ce qui n'a pas détruit la surface du 316L. Certes, ceci est marqué comme un avantage du régime appliqué.

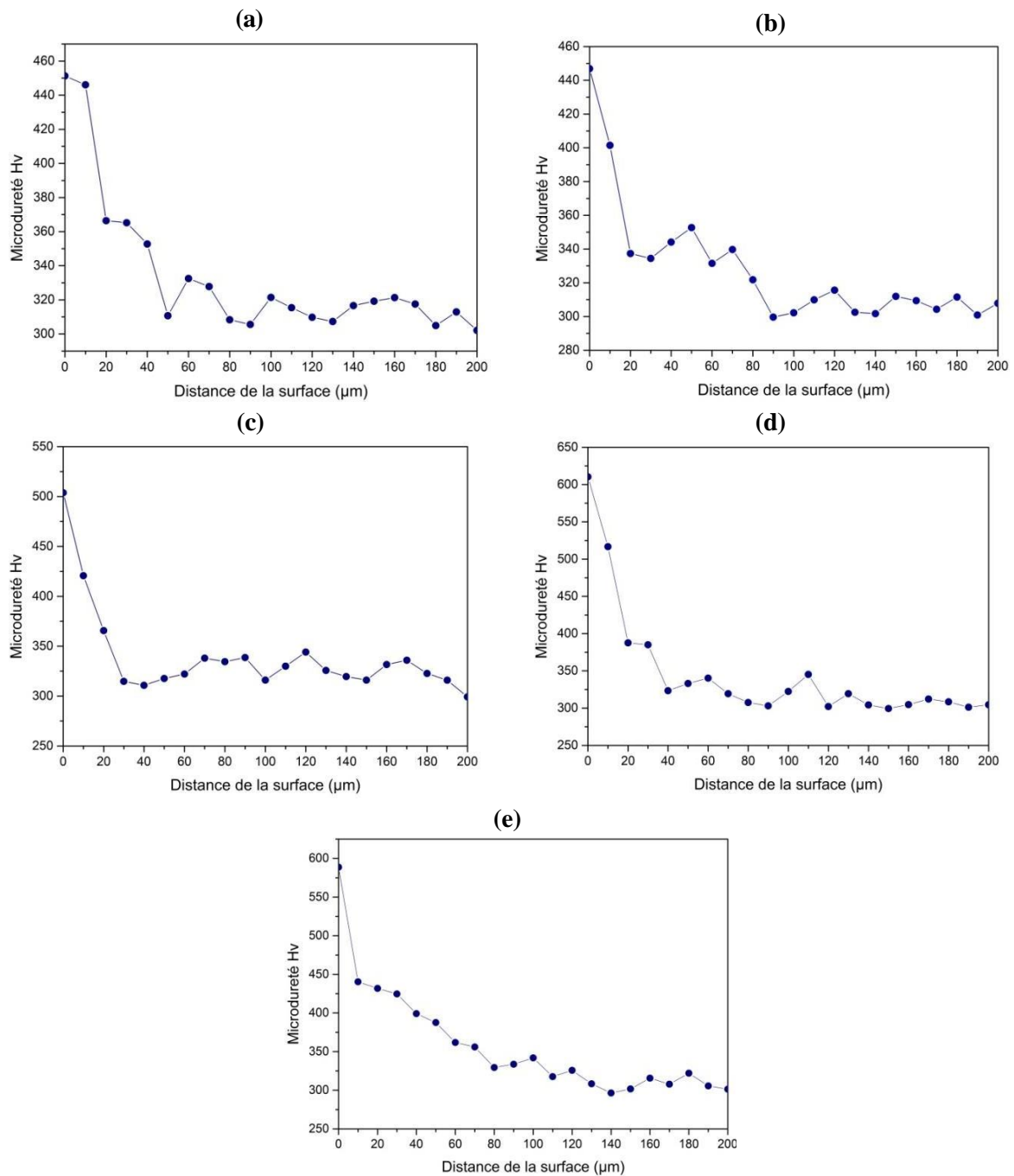


Figure III. 25. Distribution de la microdureté en profondeur de la surface traitée par brunissage: (a) 1 passe; (b) 2 passes; (c) 3 passes; (d) 4 passes et (e) 5 passes.

III.5.2.3. Effet sur le comportement tribologique du 316L

a) Mesures du coefficient de frottement

Les cinq surfaces traitées de même que la surface tournée ont été testées au frottement sous les mêmes conditions qu'auparavant. La **figure III.26** illustre l'ensemble des courbes montrant la variation du coefficient de frottement en fonction de la distance parcourue. La

figure III.27 regroupe les moyennes des valeurs de μ de chaque surface. On peut distinguer certaines différences entre les cinq courbes. Comme le montre la **figure III.26.a**, en fixant le régime optimal de microdureté ($i=1$), le coefficient de frottement de la surface traitée présente une période de transition plus longue par rapport à la surface tournée, et également aux autres surfaces, indiquant que la bille d'alumine a dû prendre plus de temps pour déformer les aspérités présentes sur la surface du 316L. Pour la période de stabilisation, l'allure du coefficient de frottement coïncide avec celle de la surface non traitée. En moyenne, μ a diminué favorablement de 0,584 à 0,501 (**Figure III.27**). Cette tendance peut être expliquée par la consolidation de la surface, provoquée par brunissage. En effet, puisque la couche superficielle est bien écrouie, elle résiste mieux au frottement, ce qui explique la diminution de μ . Les coefficients de frottement des surfaces traitées avec $i=2$ (**Figure III.26.b**) et $i=3$ (**Figure III.26.c**) évoluent de la même manière en fonction de la distance. En fait, pour les deux courbes, le coefficient de frottement atteint une valeur maximale très rapidement, voire tout au début du test. Ensuite, une légère diminution de μ est détectée, ce qui est dû probablement à la génération d'un troisième corps qui joue le rôle d'un lubrifiant solide [52]. Après, la courbe tend à se stabiliser jusqu'à la fin du test en prenant, une valeur inférieure à celle de la surface tournée (0,540) pour la surface traitée correspondante à $i=2$, et une valeur supérieure (0,603) pour la surface correspondante à $i=3$. Malgré que la microdureté de cette dernière est supérieure à celle traitée par brunissage avec $i=2$ (516,8 Hv et 441,3 Hv respectivement), son coefficient de frottement est légèrement plus élevé. Ceci est dû probablement au fait que le coefficient de frottement n'est pas dominé par la microdureté de surface, mais plutôt par les paramètres de rugosité [94,146]. Le brunissage répété quatre fois et cinq fois engendre des surfaces dont le coefficient de frottement prend la même progression durant le test d'usure. En effet, on observe sur la **figure III.26.d** et la **figure III.26.e** deux périodes successives: la première où μ prend 4 mètres pour atteindre sa valeur maximale, et la seconde durant laquelle le coefficient de friction se stabilise jusqu'à la fin de la distance. La **figure III.27** montre que le coefficient de frottement de la surface traitée avec $i=4$, est réduit à 0,523, alors que celui de la surface traitée en fixant $i=5$, n'est presque pas modifié (0,585); pourtant, les deux surfaces précédentes ont des microduretés similaires (598,3 Hv et 593,1 Hv respectivement), leurs coefficients de frottement ont des valeurs moyennes peu distinctes. Ceci renforce la justification précédente, stipulant que la microdureté ne semble pas la plus influente sur le coefficient de frottement.

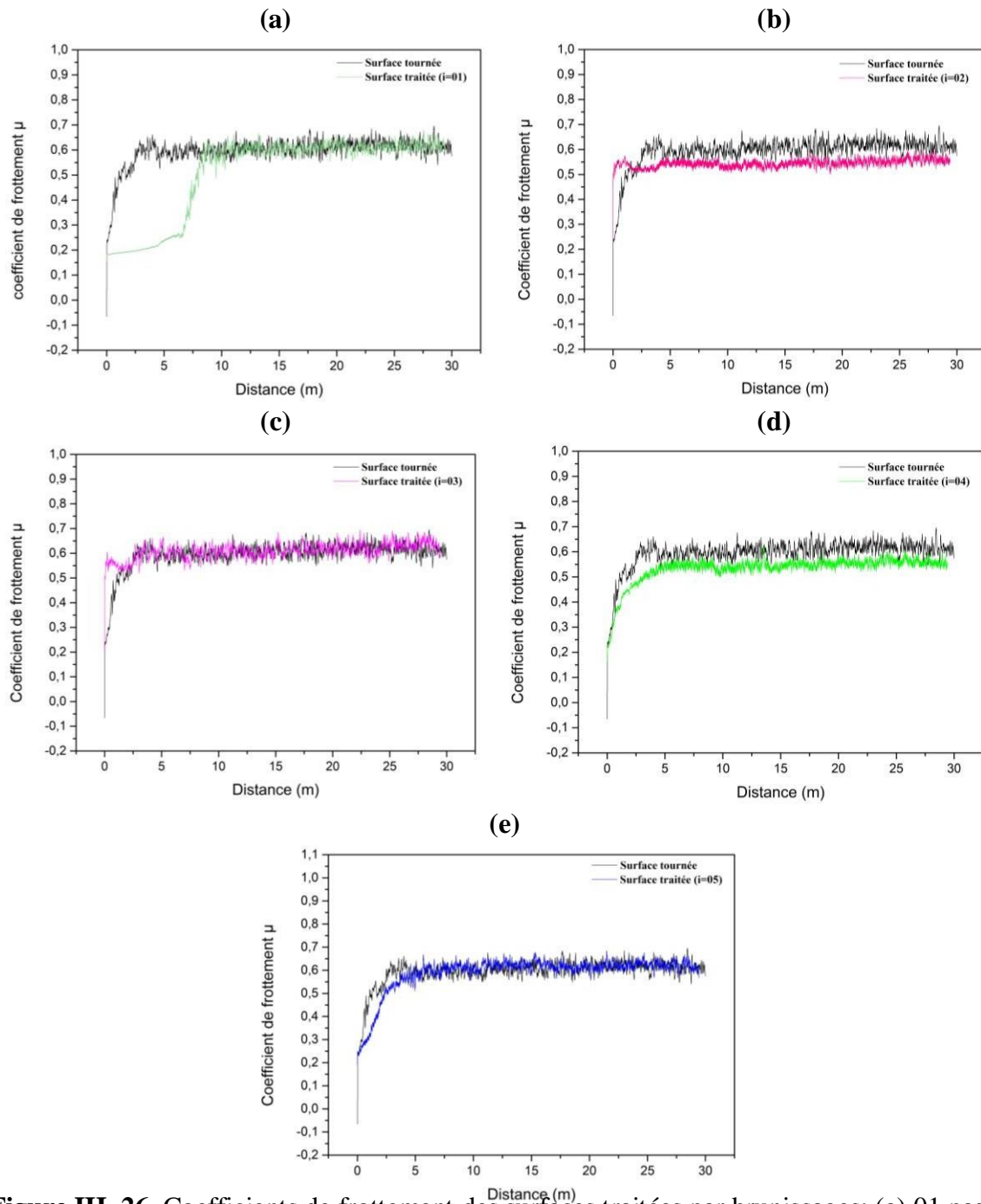


Figure III. 26. Coefficients de frottement des surfaces traitées par brunissages: (a) 01 passe; (b) 02 passes; (c) 03 passes; (d) 04 passes et (e) 05 passes.

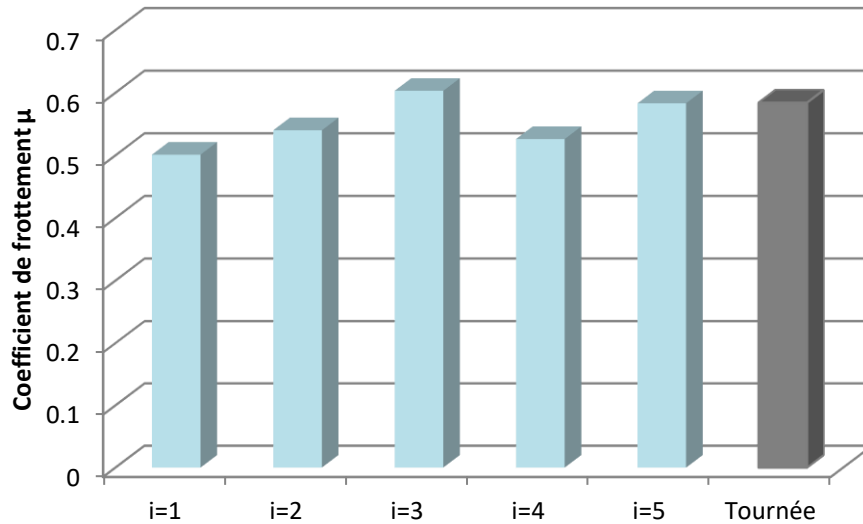
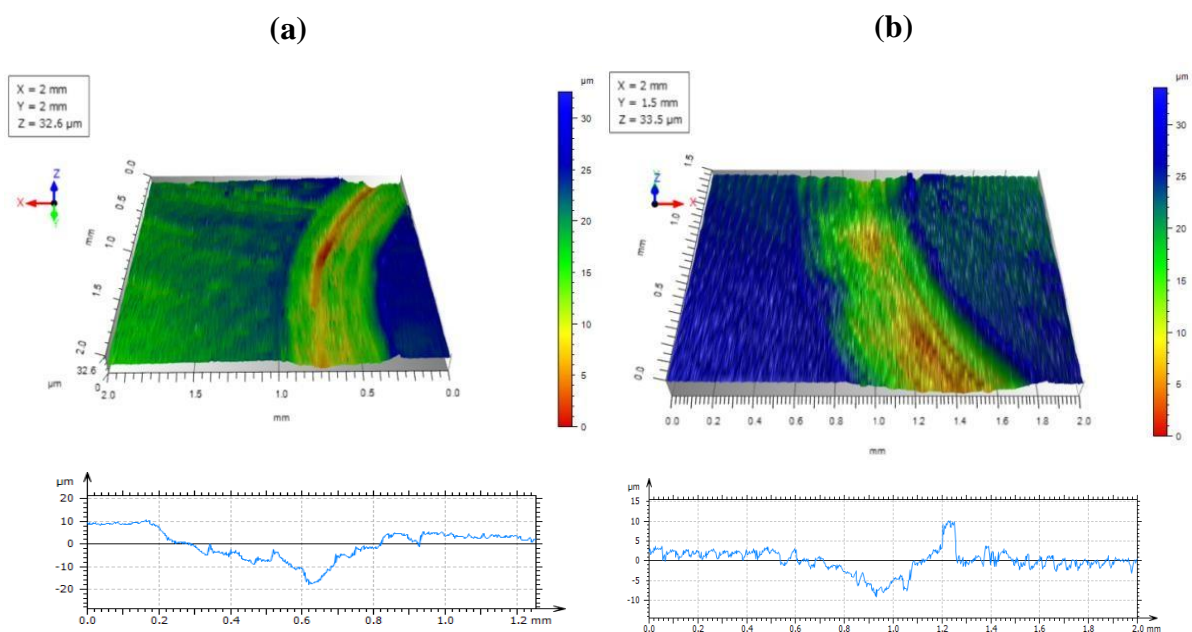


Figure III. 27. Coefficients de frottements des surfaces testées au frottement.

b) Topographie des pistes d'usure

Sur la **figure III.28**, où les pistes d'usure des échantillons sont présentées, on peut détecter une légère différence entre la topographie des traces produites par frottement. En effet, le frottement de la bille d'alumine laisse sur chaque surface une piste plus ou moins profonde et également plus ou moins large. L'analyse précise de ces topographies peut être faite d'après les profils 2D (**Figure III.28**) dont les informations sont extraites et regroupées dans le **tableau III.7**.



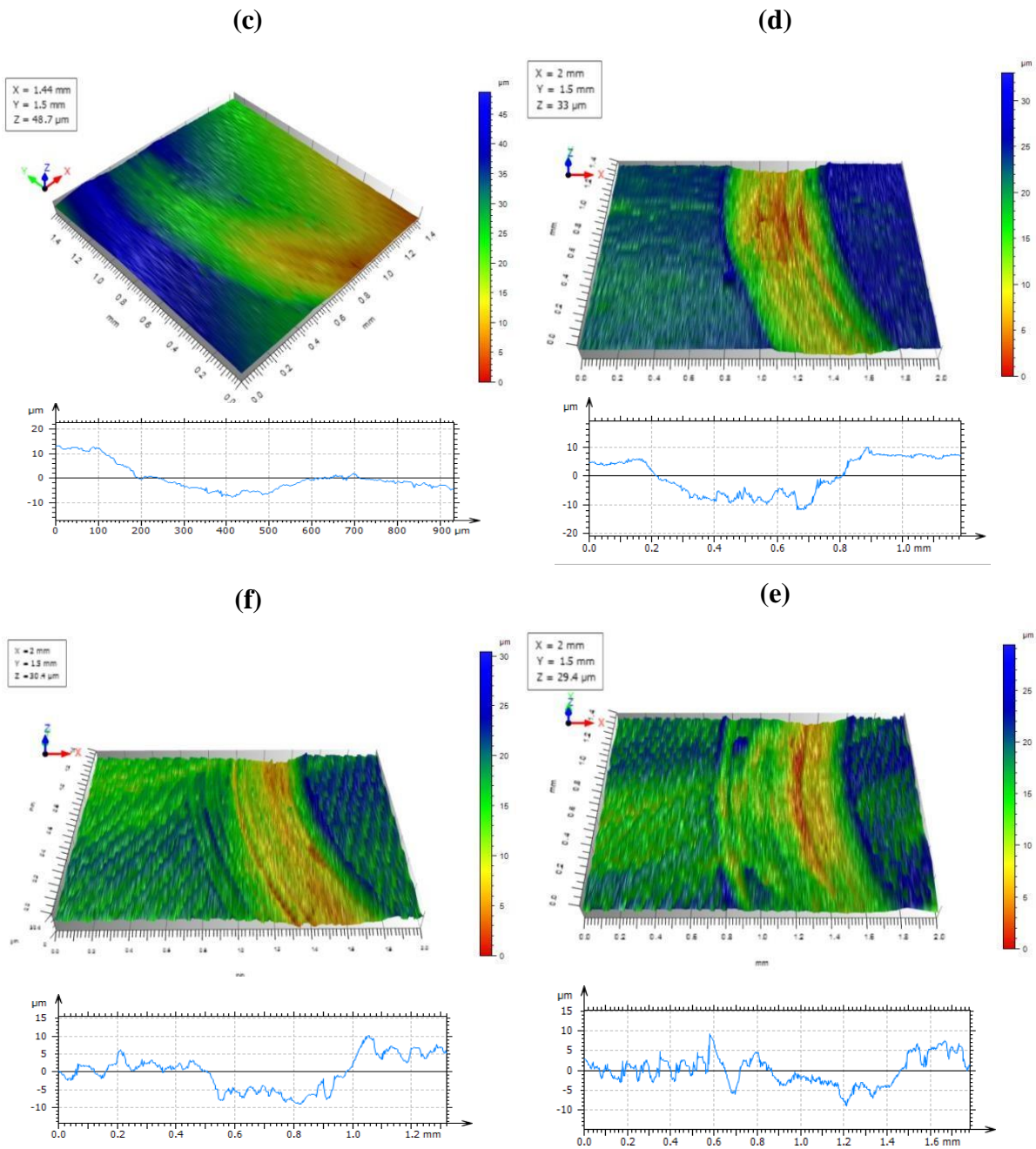


Figure III. 28. Pistes de frottement et profils de surface 2D de la surface tournée (a) et des surfaces traitées: (b) $i=1$; (c) $i=2$; (d) $i=3$; (e) $i=4$ et (f) $i=5$.

Tableau III. 7. Propriétés géométriques des profils 2D des pistes d'usure.

Paramètres	$i=1$	$i=2$	$i=3$	$i=4$	$i=5$	Tournée
Largeur de la piste [mm]	0,6	0,5	0,7	0,6	1,1	0,7
Profondeur maximale [μm]	10,2	10,6	17,1	12,2	10,9	23
Aire du trou [μm^2]	2310	2603	6432	4099	3594	6676

Il semble clair que les largeurs et les profondeurs des pistes d'usure produites sur les surfaces traitées sont différentes de celles de la surface tournée. A l'exception de l'échantillon correspondant à $i=2$, les largeurs sont d'ailleurs réduites. Il apparaît également que la profondeur maximale atteinte par la bille d'alumine sur les surfaces brunies, est limitée en comparaison avec la surface non traitée. Ceci reflète l'effet bénéfique du traitement par brunissage, qui, en consolidant la surface, il la rend plus résistante au frottement. Ceci est confirmé par l'estimation de l'aire du trou produit, où on observe qu'elle est nettement réduite pour les surfaces traitées. En fait, celle, exposée au traitement une seule fois ($i=1$) présente une profondeur maximale ainsi qu'une aire de trou les plus diminuées, ce qui s'accorde avec les mesures du coefficient de frottement, montrant que cette surface possède le coefficient le plus bas.

c) Taux d'usure

Les valeurs des taux d'usure, des différentes surfaces testées, sont illustrées sur la **figure III.29**. On peut constater d'après le test de frottement que toutes les surfaces traitées par brunissage sont moins usées par rapport à la surface non traitée, à l'exclusion de la surface correspondante à trois passes ($i=3$); le taux d'usure des surfaces brunies est réduit significativement en comparaison toujours à la surface tournée. D'ailleurs, il est diminué de 65,2 % à $i=1$ et de 60,9% à $i=2$. Même les surfaces traitées quatre fois ($i=4$) et cinq fois ($i=5$) ont préservée respectivement 39,9 % et 48,5 % de leur matière. Pour la surface traitée trois fois ($i=3$), son taux d'usure est diminué de 3,4% seulement. Ceci est dû probablement à son coefficient de frottement qui a augmenté par rapport à l'état non traité. Nos observations expérimentales confirment ainsi que tous les échantillons traités par brunissage, ont présenté une meilleure résistance à l'usure.

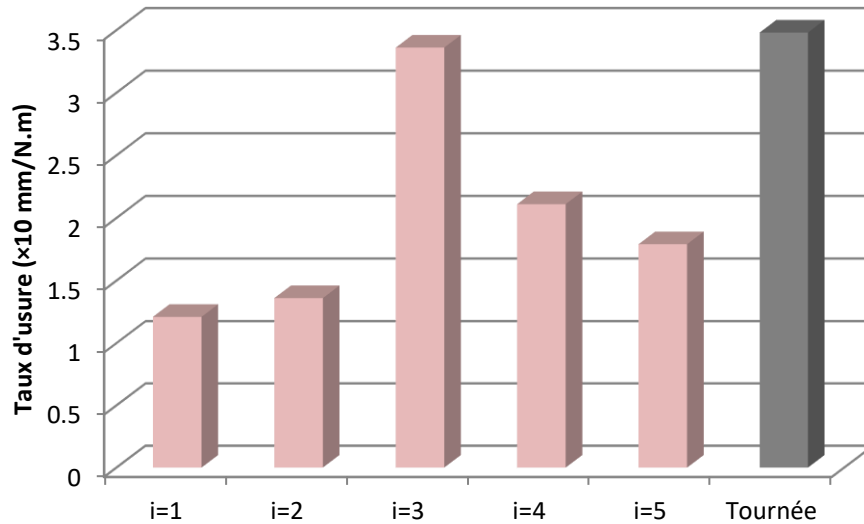


Figure III. 29. Coefficients de frottement des surfaces testées à l'usure.

Discussion

D'après les résultats présentés ci-dessous, on peut rapporter que le traitement par brunissage, ayant augmenté la microdureté, a également améliorée la résistance à l'usure. Par rapport à la surface tournée, toutes les surfaces traitées sont plus dures, et conséquemment, plus résistantes au frottement. Ceci est en accord avec la loi d'Archard, stipulant que plus la microdureté est élevée plus le matériau est résistant à l'usure [84]. En fait, l'action du brunissage se manifeste par l'écaillage des couches superficielles, ce qui crée des contraintes résiduelles de compression, augmentant la microdureté superficielle en conséquence. Ainsi, ceci empêche la croissance des fissures et donc la délamination par usure [111]. Le nombre de passes joue un rôle positif dans l'accentuation de la microdureté et aussi dans la réduction du taux d'usure. Ceci se justifie par le fait que le passage répétitif de la bille sur la surface du 316L lors du brunissage, permet de déformer une surface plus grande sur une profondeur plus élevée. D'ailleurs, c'est la profondeur de durcissement de la surface traitée cinq fois ($i=5$) qui avait offert un taux d'usure plus faible que celui de la surface traitée quatre fois ($i=4$), malgré qu'elles possèdent des microduretés similaires.

d) Morphologie des pistes d'usure

La **figure III.30** représente les morphologies des traces d'usure de la surface, traitée par le régime optimal de microdureté ($i=1$) et de la surface correspondante à $i=3$, en comparaison toujours à la surface non traitée. Il ressort de la figure que toutes les surfaces présentent des signes de déformation plastique; et des zones délaminées suggérant une usure adhésive. Les

sillons, qui sont très peu profonds, confirment également que l'usure adhésive est dominante. Par rapport à la surface tournée (**Figure III.30.a**), la surface traitée par le régime optimal de microdureté (**Figure III.30.b**) montre une usure clairement moins excessive avec un délaminage léger et une quantité de débris très faible, indiquant une excellente résistance à la déformation plastique. Ceci explique pourquoi cette surface avait un coefficient de frottement faible et un taux d'usure très réduit. Toutefois, la surface traitée en augmentant le nombre de passes à $i=3$ (**Figure III.30.c**), semble être usée sévèrement, où on observe un délaminage extrême avec une quantité de débris très importante, ce qui reflète un mauvais comportement à l'usure. Ainsi, on peut conclure que cette surface exhibait une déformation plastique sévère pendant le test de frottement, ce qui justifie l'accroissement de son coefficient de frottement, et son taux d'usure reste presque non amélioré.

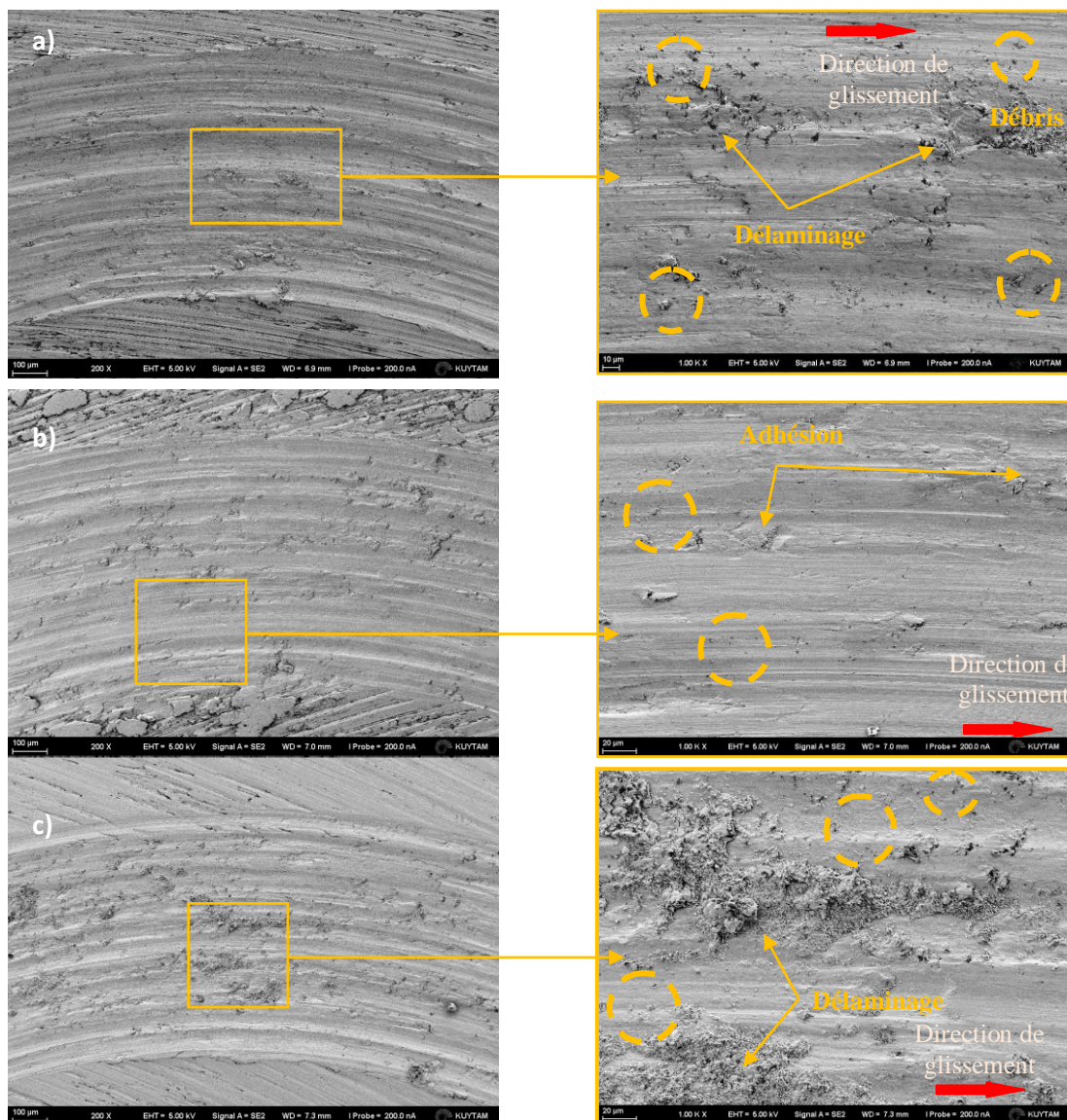


Figure III. 30. Morphologies des pistes d'usure de: (a) surface tournée; (b) surface traitée avec $i=1$; (c) surface traitée avec $i=3$.

III.5.2.4. Propriétés mécaniques obtenues par nano-indentation

Les tests de nanoindentation ont été réalisés sur tous les échantillons pour investiguer leurs propriétés mécaniques résultantes. La **figure III.31** montre l'effet de l'augmentation du nombre de passes lors du traitement par brunissage, sur les courbes d'indentation charge-profondeur, établies pour une charge maximale de 450 mN. Les valeurs de la dureté "H" et du module de Young "E" de toutes les surfaces testées sont indiquées sur la **figure III.32**. Puisque l'essai de nanoindentation est extrêmement sensible aux impuretés présentes dans le matériau autant qu'à la rugosité, une trentaine d'indentations à différents endroits de la surface a été réalisée, et la moyenne de leurs valeurs a été retenue. D'après la **figure III.31**, on peut remarquer que toutes les courbes de nanoindentation sont composées de trois parties: la première correspondante à l'augmentation de la charge appliquée jusqu'à son maximum; la deuxième se réfère au maintien durant laquelle la charge maximale est maintenue 5 secondes et la troisième correspondante au déchargement et donc au retour élastique. En fait, l'étape de maintien de la charge maximale a été appliquée pour minimiser les effets de la déformation du matériau sur les valeurs du module de Young et de la nanodureté. Il apparaît également sur la **figure III.31** que les pentes des courbes des surfaces traitées sont toutes supérieures que celle de la courbe de la surface tournée, indiquant que leur module d'élasticité est plus élevé. Aussi, parmi les cinq surfaces brunies, celle traitée par le régime optimal de microdureté ($i=1$) possède un module de Young le plus faible, tandis que les autres surfaces présentent des modules de Young similaires. Effectivement, la **figure III.32** montre que le module de Young de la surface non traitée est égale à 165,5 GPa alors que celui de la surface traitée avec $i=1$ prend une valeur égale à 189,5 GPa. Pareillement, les nombres de passes plus élevées produisent des surfaces dont le module de Young varie entre 205,0 et 219,1 GPa. Pour la nanodureté, les courbes de la **figure III.31** indiquent que les surfaces traitées sont plus dures que la surface tournée étant donné que leurs profondeurs de pénétration sont nettement plus faibles. En outre, l'aire correspondante au travail plastique de toutes les surfaces traitées est plus petite que celle de la surface tournée, confirmant ainsi l'augmentation de la nanodureté après brunissage. Il est à noter que la nanodureté augmente parallèlement avec l'augmentation du nombre de passes, ce qui est confirmé par la **figure III.32**. En effet, cette dernière révèle que le brunissage appliqué une ou deux fois successivement augmente la nanodureté de 3,54 GPa à 4,42 GPa et 4,6 GPa respectivement, alors que trois à cinq passes engendrent des valeurs de nanodureté semblables variant entre 5,72 et 5,91 GPa.

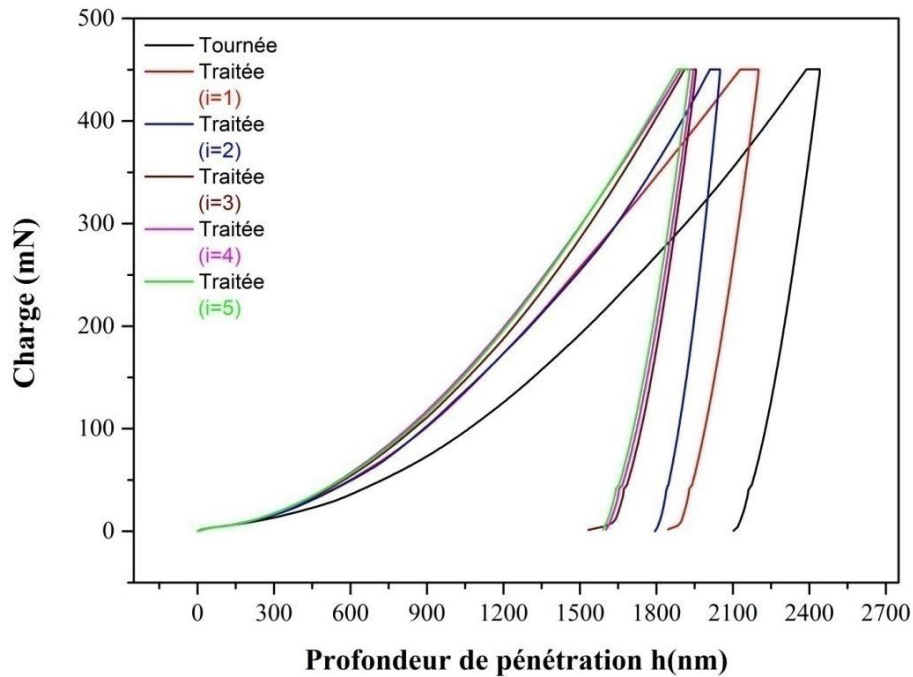


Figure III. 31. Courbes charge-profondeur des surfaces testées par nano-indentation.

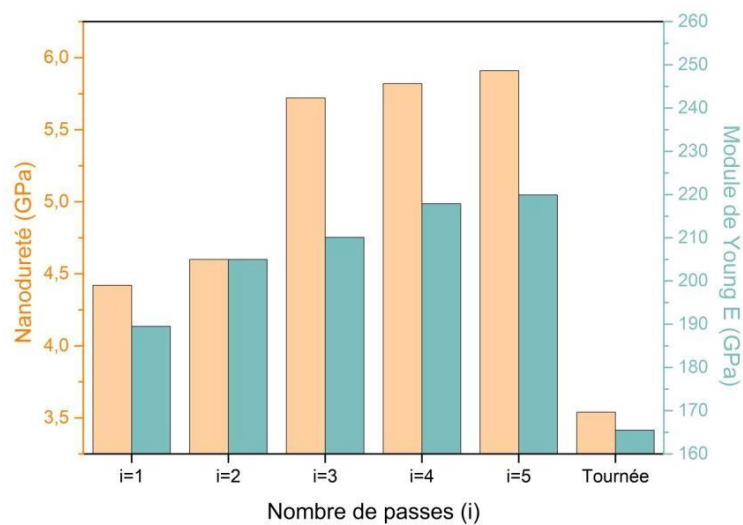


Figure III. 32. Valeurs de nanodureté et du module de Young des surfaces testées par nanoindentation.

L'augmentation du module de Young, suite aux traitements de surface par déformation plastique, est observée ordinaire dans des études réalisées sur les alliages métalliques [156-159]. En fait, la variation du module de Young peut être attribuée à un certain nombre de facteurs, parmi lesquels, l'augmentation des contraintes internes pendant la déformation [160],

le développement d'une texture introduite par la déformation plastique [161], et en particulier, les changements dans l'arrangement des dislocations [162].

III.5.2.5. Analyse par diffraction aux rayons X

Les résultats de l'analyse par diffraction aux rayons X des échantillons testés sont montrés sur la **figure III.33**. Il est visible que les spectres diffractés de toutes les surfaces traitées représentent les mêmes pics qui ont été apparus sur le spectre de l'échantillon initial. Ces pics apparus à (111), (200) et à (220), caractérisent la phase austénitique γ dont la structure est cubique à face centrée. Nous remarquons également que l'intensité du pic (111) a diminué pour les surfaces traitées avec (i=1), (i=2), (i=4) et (i=5) tandis qu'elle a augmenté pour la surface brunie avec 03 passes. L'intensité du pic (200) diffracté à $50,44^\circ$ est accrue pour les deux premiers passes mais reste presque inchangée pour les passes ci-après. D'après ces notes, nous pouvons constater que le brunissage n'a pas modifié la composition des phases du 316L mais a influencé sa cristallinité. Effectivement, le changement de la valeur de la largeur à mi-hauteur (FWHM) des surfaces testées, regroupées dans le **tableau III.8**, montre qu'une modification de la taille des cristallites est engendrée par le traitement de brunissage [151].

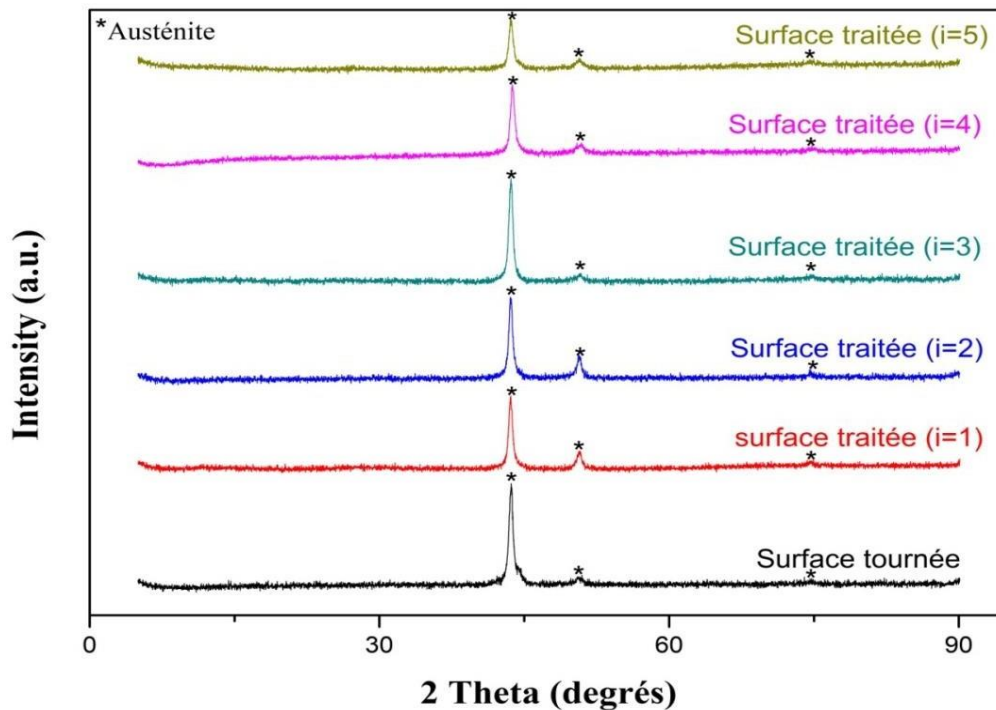


Figure III. 33. Spectres de diffraction des échantillons testés.

Tableau III. 8. Valeurs du FWMH des échantillons testés par DRX.

Surface	FWMH (°)
Non traitée	1,089
Traitée avec i=1	0,808
Traitée avec i=2	0,899
Traitée avec i=3	0,959
Traitée avec i=4	0,880
Traitée avec i=5	0,898

III.6.Conclusion

A partir de l'influence du traitement de brunissage sur les propriétés de 316L, étudié dans ce chapitre, on peut tirer les conclusions suivantes:

- Les expériences menées au moyen de la méthode des plans de BOX-Behnken ont permis de prédire la rugosité Ra et la microdureté Hv en fonction des paramètres de traitement: la force (P_x), l'avance (f) et le diamètre de bille (D_b).
- L'optimisation de la rugosité montre que Ra peut être réduite de 1,13 μm à $0,17 \pm 0,05 \mu\text{m}$ en appliquant un régime de brunissage avec une charge élevée, une avance faible et une bille de taille moyenne.
- Pour toutes les billes utilisées, l'avance agit d'une manière dominante sur la rugosité Ra. En effet, les faibles avances sont toujours favorables pour diminuer Ra, et celles élevées ne permettent pas de réduire ce paramètre quelque soit la charge appliquée.
- La microdureté optimisée peut augmenter de 323,4 Hv à $490,6 \pm 84,32$ Hv en appliquant, lors de brunissage, une charge faible, une avance élevée et une bille de diamètre maximale.
- Peu importe la bille utilisée, l'accroissement de la microdureté du 316L peut être assuré par l'association des avances élevées avec des charges régressives.
- Les tests de validation montrent que les modèles obtenus décrivent bien les expérimentations.

- Le brunissage avec le régime optimal supprime les traces du tournage qui sont apparues sur le profil de surface 2D et sur la topographie 3D. Le même régime a pu améliorer la plupart des paramètres de rugosité à savoir V_{mp} , V_{vc} , V_{vv} , RSM, R_q , R_{pk} , S_a , S_q et R_{mr} . Certains indicateurs, comme S_{sk} , S_{ku} , R_k et R_{vk} , ont demeuré non satisfaisants après le même régime.
- Quant au régime optimal maximisant la microdureté, nous avons enregistré un gain de 147 Hv sur une profondeur de 20 μm .
- Par le deuxième traitement de brunissage, effectué en variant le nombre de passe de $i=1$ jusqu'à $i=5$, nous avons constaté que tous les paramètres de rugosité de surface du 316L peuvent être encore améliorés à condition que le nombre de passes soit fixé à $i=3$. Le même régime peut réduire le volume d'usure, ce qui est constaté par l'étude du coefficient de frottement ainsi que l'analyse des pistes d'usure. Les images AFM confirment d'ailleurs la bonne qualité des surfaces traitées par ce régime avec un seul nombre de passe (donc du régime optimal), et également avec $i=3$.
- La microdureté, obtenue après le deuxième traitement, a augmenté sans condition de limite du nombre de passes. Ceci indique que la surface n'est pas altérée, même après cinq passes de brunissage ($i=5$). Nous expliquons ceci par l'application d'une charge faible au cours de ce traitement. L'étude tribologique des surfaces, traitées par ce régime à un seul passage de bille, confère à la surface un meilleur comportement tribologique, exprimé par un volume usé limité et une piste d'usure moins affectée. Les tests de nanoindentation confirment la consolidation de la surface, évidente par les valeurs du module de Young et de la nanodureté, relativement élevées.

Conclusion générale

En biomatériau, une attention particulière est donnée au contrôle de la surface des implants fabriqués. En fait, c'est au niveau de la surface de contact où se produisent les mouvements de contact et de frottement, et c'est ainsi que la surface doit acquiescer une très bonne qualité. Ceci est généralement vérifié par l'évaluation de l'intégrité de la surface, et plus particulièrement par ses caractéristiques topographiques (son rugosité, géométrie) et mécaniques (microdureté). Cette étape d'évaluation vient après le processus de mise en œuvre qui laisse, le plus souvent, des irrégularités sur la surface. C'est pour cela que des traitements de finition sont effectués afin de corriger toute sorte de défauts. Le brunissage, agissant par déformation plastique, permet d'écraser les aspérités superficielles en produisant une surface plus lisse dont les couches superficielles sont écrouies, ce qui la durcit. Ces changements favorables influent positivement sur la résistance à l'usure de l'implant en augmentant ainsi sa durée de vie.

Notre étude s'est appuyée sur deux traitements de brunissage successifs: par le premier traitement, nous avons modélisé la rugosité et la microdureté par le plan de BOX-Behnken à trois niveaux et à trois facteurs. Ainsi, les deux réponses peuvent être prédites si les paramètres d'entrée sont bien connus. L'optimisation à partir de modèles mathématiques a montré que la rugosité R_a peut être réduite de $1,13 \mu\text{m}$ à $0,17 \pm 0,05 \mu\text{m}$ en appliquant une charge élevée, une avance faible et une bille de taille moyenne. Pour la microdureté également, elle a augmenté de $323,4 \text{ Hv}$ à $490,6 \pm 84 \text{ Hv}$ en fixant une charge faible, une avance élevée et une bille de grand diamètre. Des surfaces sont ensuite préparées par le régime optimal de rugosité et de microdureté pour subir un deuxième traitement, durant lequel, nous avons varié le nombre de passes de $i=1$ jusqu'à $i=5$.

Ce travail a permis de vérifier que l'acier inoxydable 316L répond convenablement au traitement de brunissage en termes des propriétés de rugosité, de microdureté et d'usure. Toutefois, ceci n'est assuré que lorsque les valeurs d'entrées des paramètres (la force P_x , l'avance f et le diamètre de bille D_b , le nombre de passes i) sont choisies adéquatement. En conséquence, une diminution de la rugosité de $85,84\%$ à $93,45\%$ et une augmentation de la microdureté de $36,45\%$ à $45,99\%$ sont obtenues par le traitement.

L'analyse approfondie de la rugosité a montré que le processus d'usinage laisse des traces, et des irrégularités sévères. Le profil de surface 2D et la topographie de surface 3D ont indiqué que le brunissage a permis de supprimer ces traces, en produisant une surface plus lisse avec des pics moins hauts et des creux moins profonds. Le traitement de brunissage, effectué en fixant ($P_x = 211,4 \text{ N}$, $f=0,065 \text{ mm/tr}$, $D_b=7 \text{ mm}$, $i=3$), est le régime qui produit la

meilleure rugosité. En effet, ce régime a amélioré la plupart des paramètres de rugosité, notamment les paramètres d'amplitude (R_a , R_q , S_a , S_q), les paramètres fonctionnels (R_{mr} , R_k , R_{pk} , R_{vk}), les paramètres tribologiques (V_{mp} , V_{mc} , V_{vc} , V_{vv}), le paramètre d'espacement moyen (RSM) et le paramètre hybride (Sdr). En plus, la surface traitée par ce régime a présenté la meilleure résistance à l'usure avec une diminution de 53,44 % du taux d'usure et une délamination moins sévère au niveau de la piste de frottement. Ceci met en évidence la relation entre l'usure et la rugosité de surface, la minimisation des aspérités de surface réduit les mouvements d'emboîtement entre elles et celles de la bille pendant le test de frottement, et donc l'usure des couches extrêmes est considérablement limitée. Les images AFM ont confirmé, d'ailleurs, l'état superfini de la surface traitée par le régime optimal ($i=1$) et également celui correspondant à $i=3$.

En fonction du nombre de passes, la microdureté du 316L a pris des valeurs augmentées sur une profondeur de l'ordre de 40 μm . Ceci s'interprète par l'augmentation des contraintes résiduelles internes de compression, qui provoquent à leur tour, une augmentation considérable de la dureté de la surface. Le brunissage, effectué avec ($P_x = 87,1 \text{ N}$, $f=0,18 \text{ mm/tr}$, $D_b=13 \text{ mm}$, $i=1$), semble être le plus efficace pour bien durcir la surface et également renforcer son comportement tribologique. En effet, ce régime a produit une surface dont la microdureté a augmenté de 38,31 % et le taux d'usure est réduit de 65,2 %. Cette surface a montré également des signes d'usure moins sévère sur les pistes de frottement. Ainsi, la résistance à l'usure dépend directement de la microdureté superficielle; la consolidation de la surface par écrouissage empêche la croissance des fissures et donc la délamination par usure. Les tests de nanoindentation ont confirmé, d'ailleurs, le renforcement de la surface; cela apparaît à travers les valeurs élevées du module de Young et de la nanodureté enregistrés. Les mêmes tests montrent que la surface, qui correspond au régime indiqué précédemment, possède un module de Young moins élevé ce qui est encore favorable pour que l'implant soit capable de transférer la charge à l'os de contact.

Perspectives:

Cette étude ouvre la voie aux perspectives suivantes:

- Afin de mieux étudier le durcissement de la surface par brunissage, il est utile de compléter l'étude par une analyse des contraintes résiduelles induites.
- Des observations par microscopie électronique à balayage permettront de mieux comprendre les phénomènes physiques se produisant dans les couches superficielles déformées.

- Une étude du comportement à la corrosion et à la fatigue après les régimes présentés dans ce travail, complétera deux aspects importants pour un usage adéquat.

Références bibliographiques

- [1] Williams DF. - The Williams dictionary of biomaterials - Liverpool (United Kingdom), Liverpool University Press, 1999.
- [2] Park, J.B., Lakes, R.S., 2007. Biomaterials: an introduction, 3rd ed. Springer, New York
- [3] Biomedical Implants: Corrosion and its Prevention - A Review Geetha Manivasagam, Durgalakshmi Dhinasekaran and Asokamani Rajamanickam, School of Mechanical and Building Sciences, VIT University, Vellore 632 014, Tamil Nadu, India Recent Patents on Corrosion Science, 2010, 2, 40-54 1877-6108.
- [4] M. Saini, Implant biomaterials: A comprehensive review. World Journal of Clinical Cases 3 (2015), 52.
- [5] D.J. Blackwood, Biomaterials: Past successes and future problems. Corr. Rev. 2003, 21, 97-124.
- [6] M. Arioua, Elaboration et caractérisation d'un substitut osseux poreux a base de verre bioactif, Thèse de l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon (2007)
- [7] L. Hench, Bioceramics: from concept to clinic. J. American Chemical Society, 74(1991), 1487-1510.
- [8] D. Sidane, Synthèse et Caractérisation des Dépôts d'Hydroxyapatite sur l'Acier 316 L : Structure & Adhérence, Thèse de l'université Abderrahmane Mira- Béjaïa (2010).
- [9] Y.V. Murty, Use of stainless steels in medical applications, in: Materials and processes for medical devices conference, Anaheim, Calif. USA. (2004), 289-293
- [10] K.D. Jandt, Evolutions, Revolutions and Trends in Biomaterials Science – A Perspective. Advanced Engineering Materials 9 (2007), 1035–1050.
- [11] W. Pacquentin, 'Contribution à l'étude des propriétés physico-chimiques des surfaces modifiées par traitement laser: application à l'amélioration de la résistance à la corrosion localisée des aciers inoxydables'. Université de Bourgogne, 2011.
- [12] Y.V. Murty, Use of stainless steels in medical applications, in: Materials and processes for medical devices conference, Anaheim, Calif. USA. (2004), 289-293.
- [13] M. Rooein, S. Fariabi, G. Selvaduray, J. Callol, Investigation of the structure property-processing relationships of 316L stainless steel hypotubing, in:Materials and processes for medical devices conference, Anaheim, Calif. USA, 2004, p.48-53.
- [14] M. Haïdopoulos, 'étude expérimentale d'optimisation de procédés de modifications de surface de l'acier inoxydable 316 pour application aux dispositifs endovasculaires', Thèse Université Laval, 2005.
- [15] H. Dogan, F. Findik, O. Morgul, Friction and wear behaviour of implanted AISI 316L SS and comparison with a substrate. Materials & Design 23 (2002), 605–610.
- [16] M. Fellah, M. Labaïz, O. Assala, A. Iost, L. Dekhil, Tribological behaviour of AISI 316L stainless steel for biomedical applications. Tribology - Materials, Surfaces & Interfaces 7 (2013), 135–149.

- [17] M. Peruzzo, F.L. Serafini, M.F.C. Ordoñez, R.M. Souza, M.C.M. Farias, Reciprocating sliding wear of the sintered 316L stainless steel with boron additions. *Wear* 422–423 (2019), 108–118.
- [18] F. Bartolomeu, M. Buciumeanu, E. Pinto, N. Alves, O. Carvalho, F.S. Silva, G. Miranda, 316L stainless steel mechanical and tribological behavior—A comparison between selective laser melting, hot pressing and conventional casting. *Additive Manufacturing* 16, 81–89 (2017).
- [19] M.R. Menezes, C. Godoy, V.T.L. Bueno, M.M.M. Schwartzman, J.C. Avelar-Batista Wilson, Effect of shot peening and treatment temperature on wear and corrosion resistance of sequentially plasma treated AISI 316L steel. *Surface and Coatings Technology* 309, 651–662 (2017).
- [20] M. Yazıcı, H. Kovacı, A.F. Yetim, A. Çelik, Structural, mechanical and tribological properties of Ti and TiN coatings on 316L stainless steel. *Ceramics International* 44, 14195–14201 (2018).
- [21] N. Lin, D. Li, J. Zou, J. Guo, S. Yuan, Z. Wang, B. Tang, Tribological Behavior of Electrochemically Etched AISI 316 Stainless Steel with a Textured Surface. *Journal of Materials Engineering and Performance* 27, 6616–6628 (2018).
- [22] W. Qin, J. Kang, J. Li, W. Yue, Y. Liu, D. She, Q. Mao, Y. Li, Tribological Behavior of the 316L Stainless Steel with Heterogeneous Lamella Structure. *Materials* 11 (2018), 1839.
- [23] R. Gopi, I. Saravanan, A. Devaraju, G. babu loganathan, Investigation of shot peening process on stainless steel and its effects for tribological applications. *Materials Today: Proceedings* 22 (2020), 580–584.
- [24] P.H. Vallotton, "Prothèse totale de hanche : Intégration du processus de soins et rôle des matériaux", Symbiose Orthopédie SA, Yverdon-les-Bains ; Cours EPFL Biomatériaux. (21.11.2008).
- [25] M. Sivasankar, S. Arunkumar, V. Bakkiyaraj, A. Muruganandam, and S. Sathishkumar, A Review on Total Hip Replacement. *International research journal in advanced engineering and technology (IRJAET)*, 2016.
- [26] A. Perrichon, Tribologie et vieillissement de prothèses totales de hanche en biocéramique, in vitro = in vivo? *Enjeux scientifique et sociétal*, p. 185.
- [27] J. Pellier, J. Geringer, B. Forest, Fretting-corrosion between 316L SS and PMMA: Influence of ionic strength, protein and electrochemical conditions on material wear. Application to orthopaedic implants. *Wear* 271 (2011), 1563–1571.
- [28] M. Mzioud, Prothèse totale de hanche : Indications et résultats au CHU Med VI, Université Cadi Ayyad Faculté De Médecine Et De Pharmacie, Marrakech, 2009.
- [29] P.F. Gomez and J.A. Morcuende, Early Attempts at Hip Arthroplasty. *Iowa Orthop. J.* 25 (2005), 25– 29.
- [30] J. Charnley, Arthroplasty of the hip: a new operation. *The Lancet* 277 (1961), 1129–1132.
- [31] J.H. Dumbleton, Metal-on-Metal Total Hip Replacement: What Does the Literature Say? *J. Arthroplasty* 20 (2005), 174–188.

- [32] C.H. Geerdink, B. Grimm, R. Ramakrishnan, J. Rondhuis, A.J. Verburg, and A.J. Tonino, Crosslinked polyethylene compared to conventional polyethylene in total hip replacement: Preclinical evaluation, in-vitro testing and prospective clinical follow-up study. *Acta Orthop.* 77 (2006), 719–725
- [33] H. McKellop, F. Shen, B. Lu, P. Campbell, and R. Salovey, Development of an extremely wear-resistant ultra high molecular weight polyethylene for total hip replacements. *J. Orthop. Res.* 17 (1999), 157–167.
- [34] P. Boutin, Total arthroplasty of the hip by fritted aluminum prosthesis. Experimental study and 1st clinical applications. *Rev. Chir. Orthop. Reparatrice Appar. Mot.* 58 (1971), 229–246.....
- [35] P. Caton and P. Papin, Typologie et épidémiologie des prothèses totales de hanche en France. *E-Mém. Académie Natl. Chir.* 11 (2012), 1–7.
- [36] P.Christel, A. Meunier, J.-M. Dorlot, J.-M. Crolet, J. Witvoet, L. Sedel, and P. Boutin, Biomechanical Compatibility and Design of Ceramic Implants for Orthopedic Surgery. *Ann. N. Y. Acad. Sci.* 523 (1988), 234–256
- [37] S.M. Kurtz, S. Kocagöz, C. Arnholt, R. Huet, M. Ueno, and W.L. Walter, Advances in zirconia toughened alumina biomaterials for total joint replacement. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 31 (2014), 107–116.
- [38] V.-M. Tiainen, Amorphous carbon as a bio-mechanical coating—mechanical properties and biological applications, *Diamond Relat. Mater.* 10 (2001), p 153-160
- [39] J. Puget, P. Lascombes. *Prothèse totale de hanche : les choix.* Elsevier Masson, 2005.
- [40] J. Geringer. *Étude mécanique du contact entre biomatériaux,* Mémoire de DEA, 2002.
- [41] J. Geringer, B. Boyer, F. Farizon. Understanding the dual mobility concept for total hip arthroplasty. Investigations on a multiscale analysis highlighting the role of arthrofibrosis. *Wear*, 271: 2379–2385, 2011.
- [42] J. Thanner, The acetabular component in total hip arthroplasty. Evaluation of different fixation principles, *Acta Orthopaedica Scandinavica.* 70 (286) (1999), 1-41.
- [43] A. Grill, Diamond-like carbon : state of the art, *Diamond Relat. Mater.* 8 (1999), p 428-434.
- [44] L.G. Gladkis, R.W. Li, J.M. Scarvell, P.N. Smith, H. Timmers. Exploration of the size, shape and abundance of UHMWPE wear particles using atomic force microscopy. *Wear*, 267:632–638, 2009.
- [45] U. Holzwarth and G. Cotogno, *Total Hip Arthroplasty, State of the art, Challenges and Prospects*, 2012.
- [46] Y-H. Kim, J-W. Park, SS. Kulkarni, Y-H. Kim, A randomised prospective evaluation of ceramic-on ceramic and ceramic-on-highly cross-linked polyethylene bearings in the same patients with primary cementless total hip arthroplasty. *Int Orthop.* 2013; 37(11):2131-7.
- [47] DF. Amanatullah, MG. Sucher, GF. Bonadurer, GC. Pereira, MJ. Taunton, Metal in Total Hip Arthroplasty: Wear Particles, Biology, and Diagnosis. *Orthopedics.* 2016;39 (6):371-9.

- [48] J. Geringer. Fretting-corrosion de matériaux utilisés comme implants orthopédiques. Thèse de doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne, 2005.
- [49] T.R. Green, J. Fisher, M. Stone, B.M. Wroblewski, E. Ingham. Polyethylene particles of a 'critical size' are necessary for the induction of cytokines by macrophages in vitro. *Biomaterials*, 19: 2297–2302, 1998.
- [50] H. Malehau, P. Herberts, T. Eisler, G. Garellick, et al, The Swedish total hip replacement register, *The Journal of Bone and Joint Surgery*. 84 (2002), 2-20.
- [51] S. Colas. Étude des déterminants de la survie prothétique des prothèses de hanche en France, à partir des données du SNIIRAM. *Santé publique et épidémiologie*. Université Paris-Saclay, 2017.
- [52] M. Fellah, Étude électrochimique et tribologique de deux prothèses totales de hanche en acier AISI 316L et en alliage Ti-Al-Nb, Université Badji Mokhtar-annaba, 2014.
- [53] C. Delaunay, Metal-on-metal bearings total hip arthroplasty: The cobalt and chromium ions release concern, *Department of Orthopaedic Surgery*, 96 (2010), 894—904. 39.
- [54] M. DI Monaco, Rehabilitation after total hip arthroplasty: a systematic review of controlled trials on physical exercise programs *European Journal of Physical and rehabilitation medicine*, Vol. 45 - No. 3 40.
- [55] D. Vidovic, Periprosthetic bone loss following hemiarthroplasty: a comparison between cemented and cementless hip prosthesis, *Department of Trauma and Orthopaedic Reconstructive Surgery*, S3 S62–S66, 2013.
- [56] A.S. Greenwald, J.P. Garino, Alternative bearing surfaces: The good, the bad, and the ugly, *The Journal of Bone and Joint Surgery*. 83 (2001), 68-72,
- [57] V.-M. Tiainen, Amorphous carbon as a bio-mechanical coating—mechanical properties and biological applications, *Diamond Relat. Mater.* 10 (2001), p 153-160.
- [58] A. Bufford and T. Goswami, Review of wear mechanisms in hip implants : Paper I – General, *Materials and design* 25 (2004), 385-393.
- [59] A. Catarina Oliveira, A diagnosis not only in patients with metal-on-metal prostheses, *European Journal of Radiology Open* 2 (2015) 3–6.
- [60] Etude des facteurs associés aux révisions sur prothèses totales de hanche (PTH) : rôle du mode d'ancrage (cimentage) et des constituants prothétiques (couple de frottement) dans les révisions chirurgicales, n.d. 46.
- [61] J. Chevalier, L. Gremillard. Ceramics for medical applications: A picture for the next 20 years. *Journal of the European Ceramic Society*, 29:1245–1255, 2009.
- [62] M. Grenier, Microstructure et résistance à l'usure de revêtements créés par fusion laser avec gaz réactifs sur du titane, Thèse de maitre des sciences : Université de Laval, 1998.
- [63] C. Brockett, Friction of Total Hip Replacements With Different Bearings and Loading Conditions, *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*. 508–515, 2007.

- [64] Tribologie. (2018, mars 6). Wikilivres, La bibliothèque libre. Retrieved 10:48, octobre 24, 2020 depuis <https://fr.wikibooks.org/w/index.php?title=Tribologie&oldid=587279>.
- [65] E. Brinksmeier, D. Lucca, A. Walter, Chemical Aspects of Machining Processes. CIRP Annals - Manufacturing Technology, 53(2), 2004, pp. 685-699.
- [66] D. Field, & J. Kahles, The surface integrity of machined and ground high strength steels, s.l.: DMIC 210, 1964.
- [67] A. Rami, n.d. Contributions expérimentales et numériques pour la compréhension de l'intégrité des surfaces induite par un outil combiné usinage-galetage 158.
- [68] La mesure des états de surface <http://jm.karrer.free.fr/documents/ES1.doc>.
- [69] L. Laouar, Traitement mécanique de surface par brunissage des aciers XC48 et XC18 – Optimisation et caractérisation, Thèse de l'université Badji Mokhtar Annaba.
- [70] M. Bourbia, Effet de la rugosité sur les performances d'un système mécanique - approche par fractale. Thèse de l'université Badji Mokhtar- annaba, 2017.
- [71] A. Cornet, J.P. Deville, Physique et ingénierie des surfaces EDP Sciences, P 327-330, 1998.
- [72] J.R. Alvarado, n.d. Étude de l'effet d'un traitement ignifuge et de l'orientation du fil du bois sur la formation de la pelure d'orange des panneaux sandwich décoratifs 153.
- [73] U. Schneider, A. Steckroth, N. Rau, G. Hubner, An approach to the evaluation of surface profiles by separating them into functionally different parts. Surface Topography, 1:343-355, 1988.
- [74] N. Brunetière, Introduction à la TRIBOLOGIE, Institut Pprime - Futuroscope 2016.
- [75] A. Iost, R. Bigot, L. Bourdeau, L'essai de dureté Vickers: applications et influence de la charge. Matériaux et Techniques, vol. 83, p. 69-80. (1995).
- [76] M. Lundberg, L. Elmquist, Hole Drilling Residual Stress Evaluations in Cast Iron, Materials Research Proceedings 6 (2018) 89-94.
- [77] Y.F. Kudryavtsev, Residual Stress, in: Sharpe, W.N. (Ed.), Springer Handbook of Experimental Solid Mechanics, Springer Handbooks. Springer US, Boston, MA, pp. 371–388. 2008.
- [78] V.C. Marinho, J. Higgins, S. Logan, S A. Heiham, Fluoride toothpastes for preventing dental caries in children and adolescents. Cochrane Database of Systematic Reviews. 2003.
- [79] K. Bengt, L. Jukka, Biomaterial and Implant Surfaces: A Surface Science Approach. International Journal of Oral & Maxillofacial Implants . Winter1988, Vol. 3 Issue 4,
- [80] K.A. Stoffel, D.T. Yang, D. Arola, The influence of surface topography on wear debris generation at the cement/bone interface under cyclic loading. Journal of Materials Science: Materials in Medicine 19 (2008), 1935–1943.
- [81] A. Wang, A. Essner, Three-body wear of UHMWPE acetabular cups by PMMA particles against CoCr, alumina and zirconia heads in a hip joint simulator Wear 250 (2001) 212–6.

- [82] T. Goswami, S. Alhassan, Wear rate model for UHMWPE in total hip and knee arthroplasty *Mater. Des.* 29 (2008), 289–96.
- [83] H. Bhatt, T. Goswami, Implant wear mechanisms—basic approach. *Biomedical Materials* 3 (2008), 042001.
- [84] J.F. Archard, Contact and rubbing of flat surfaces. *Journal of Applied Physics*, 24 :981–988, 1953.
- [85] D.A. Rigney, 1994. The roles of hardness in the sliding behavior of materials. *Wear* 175, 63–69. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(94\)90169-4](https://doi.org/10.1016/0043-1648(94)90169-4)
- [86] F. Degré, n.d. Prédiction numérique des caractéristiques d'une pièce traitée par galetage: application au secteur du décolletage 146.
- [87] V. Chomienne, F. Valiorgue, J. Rech & al. Influence of ball burnishing on residual stress profile of a 15-5PH stainless steel. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, vol. 13, p. 90-96. (2016).
- [88] A.M. Hassan, The effects of ball- and roller-burnishing on the surface roughness and hardness of some non-ferrous metals. *Journal of Materials Processing Technology* 72 (1997), 385–391. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(97\)00199-4](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(97)00199-4)
- [89] A.M. Hassan, O.M.A. Al-Wahhab, Surface Characteristics of Some Roller Burnished Non-ferrous Components. *Materials and Manufacturing Processes* 13 (1998), 505–515.
- [90] N.S.M. El-Tayeb, K.O. Low, P.V. Brevern, Enhancement of surface quality and tribological properties using ball burnishing process. *Machining Science and Technology* 12 (2008), 234–248.
- [91] L. Laouar, H. Hamadache, S. Saad, A. Bouchelaghem, S. Mekhilef, Mechanical surface treatment of steel-Optimization parameters of regime. *Physics Procedia* 2 (2009), 1213–1221.
- [92] F. Gharbi, S. Sghaier, K.J. Al-Fadhalah, T. Benameur, Effect of Ball Burnishing Process on the Surface Quality and Microstructure Properties of AISI 1010 Steel Plates. *Journal of Materials Engineering and Performance* 20 (2011), 903–910.
- [93] F.L. Li, W. Xia, Z.Y. Zhou, J. Zhao, Z.Q. Tang, Analytical prediction and experimental verification of surface roughness during the burnishing process. *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 62 (2012), 67–75.
- [94] G.D. Revankar, R. Shetty, S.S. Rao, V.N. Gaitonde, Analysis of surface roughness and hardness in ball burnishing of titanium alloy. *Measurement* 58 (2014), 256–268.
- [95] X.L. Yuan, Y.W. Sun, L.S. Gao, S.L. Jiang, Effect of roller burnishing process parameters on the surface roughness and microhardness for TA2 alloy. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 85 (2016), 1373–1383.
- [96] H. Amdouni, H. Bouzaiene, A. Montagne, A. Van Gorp, T. Coorevits, M. Nasri, A. Iost, Experimental study of a six new ball-burnishing strategies effects on the Al-alloy flat surfaces integrity enhancement. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 90 (2017), 2271–2282.
- [97] N.H. Loh, S.C. Tam, S. Miyazawa, n.d. Surface hardening by ball burnishing. *Tribology International* 5.

- [98] M.H. El-Axir, M.M. El-Khabeery, Influence of orthogonal burnishing parameters on surface characteristics for various materials. *Journal of Materials Processing Technology* 132 (2003), 82–89.
- [99] N.S.M. El-Tayeb, K.O. Low, P.V. Brevern, Influence of roller burnishing contact width and burnishing orientation on surface quality and tribological behaviour of Aluminium 6061. *Journal of Materials Processing Technology* 186 (2007), 272–278.
- [100] H. Hamadache, Z. Zemouri, L. Laouar, S. Dominiak, Improvement of surface conditions of 36 Cr Ni Mo 6 steel by ball burnishing process. *Journal of Mechanical Science and Technology* 28 (2014), 1491–1498.
- [101] F. Gharbi, S. Sghaier, F. Morel, T. Benameur, Experimental Investigation of the Effect of Burnishing Force on Service Properties of AISI 1010 Steel Plates. *Journal of Materials Engineering and Performance* 24 (2015), 721–725.
- [102] A. Rodríguez, L.N. López de Lacalle, A. Celaya, A. Lamikiz, J. Albizuri, Surface improvement of shafts by the deep ball-burnishing technique. *Surface and Coatings Technology* 206 (2012), 2817–2824.
- [103] A.M. Abrão, B. Denkena, B. Breidenstein, T. Mörke, Surface and subsurface alterations induced by deep rolling of hardened AISI 1060 steel. *Production Engineering* 8 (2014), 551–558.
- [104] A.A. García-Granada, G. Gomez-Gras, R. Jerez-Mesa, J.A. Travieso-Rodriguez, G. Reyes, Ball-burnishing effect on deep residual stress on AISI 1038 and AA2017-T4. *Materials and Manufacturing Processes* 32 (2017), 1279–1289.
- [105] M. Salahshoor, C. Li, Z.Y. Liu, X.Y. Fang, Y.B. Guo, Surface integrity and corrosion performance of biomedical magnesium-calcium alloy processed by hybrid dry cutting-finish burnishing. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 78 (2018), 246–253.
- [106] R. Rajasekariah, S. Vaidyanathan, Increasing the wear-resistance of steel components by ball burnishing, *Wear*, 34 (1975) 183 - 188.
- [107] M.L. Neema, P.C. Pandey, Investigation of the performance characteristics of cold-worked machined surfaces. *Wear* 60 (1980), 157–166.
- [108] H. Hamadache, L. Laouar, N.E. Zeghib, K. Chaoui, Characteristics of Rb40 steel superficial layer under ball and roller burnishing. *Journal of Materials Processing Technology* 180 (2006), 130–136.
- [109] D.S. Rao, H.S. Hebbar, M. Komaraiah, U.N. Kempaiah, Investigations on the Effect of Ball Burnishing Parameters on Surface Hardness and Wear Resistance of HSLA Dual-Phase Steels. *Materials and Manufacturing Processes* 23 (2008), 295–302.
- [110] K.O. Low, K.J. Wong, Influence of ball burnishing on surface quality and tribological characteristics of polymers under dry sliding conditions. *Tribology International* 44 (2011), 144–153.
- [111] G.D. Revankar, R. Shetty, S.S. Rao, V.N. Gaitonde, Wear resistance enhancement of titanium alloy (Ti–6Al–4V) by ball burnishing process. *Journal of Materials Research and Technology* 6 (2017), 13–32.

- [112] I.M. Pohrelyuk, V.M. Fedirko, S.M. Lavrys, Effect of preliminary ball burnishing on wear resistance of the nitrated VT22 alloy. *Journal of Friction and Wear* 38 (2017), 221–224.
- [113] M. Bourebia, L. Laouar, H. Hamadache, S. Dominiak, Improvement of surface finish by ball burnishing: approach by fractal dimension. *Surface Engineering* 33 (2017), 255–262.
- [114] S.S.G. Lee, S.C. Tam, N.H. Loh, n.d. Ball burnishing of 316L stainless steel 11.
- [115] H. Yilmaz, R. Sadeler, Effect of Ball Burnishing Treatment on the Fatigue Behavior of 316L Stainless Steel Operating Under Anodic and Cathodic Polarization Potentials. *Metallurgical and Materials Transactions A* 49 (2018), 5393–5401.
- [116] H. Yilmaz, R. Sadeler, Impact wear behavior of ball burnished 316L stainless steel. *Surface and Coatings Technology* 363 (2019), 369–378.
- [117] H. Tanaka, W. Ishii, K. Yanagi, Optimal Burnishing Conditions and Mechanical Properties of Surface Layer by Surface Modification Effect Induced of Applying Burnishing Process to Stainless Steel and Aluminum Alloy. *Journal of the Japan Society for Technology of Plasticity* 52 (2011), 726–730.
- [118] J.T., Maximov, G.V. Duncheva, A.P. Anchev, N. Ganev, I.M. Amudjev, V.P. Dunchev, Effect of slide burnishing method on the surface integrity of AISI 316Ti chromium–nickel steel. *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering* 40, 2018.
- [119] R.Murray. Spiegel, *Probabilités et Statistiques*, Séries Schaum, Paris, 1983
- [120] P.Danielie, *Statistique théorique et appliquée*, De Boeck & Larcier, Bruxelles, 508 pages, 1988.
- [121] A.Casadevall, *Introduction à MATLAB*, Paris 2004.
- [122] S. Bagehorn, J. Wehr, H.J. Maier Application of mechanical surface finishing processes for roughness reduction and fatigue improvement of additively manufactured Ti-6Al-4V parts. *International Journal of Fatigue* (2017), doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2017.05.008>
- TA. El-Taweel, MH. El-Axir, Analysis and optimization of the ball burnishing process through the Taguchi technique. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 41:301–310(2009).
- [123] AM. Hassan, HF. Al-Jalil, AA. Ebied, Burnishing force and number of ball passes for the optimum surface finish of brass components. *Journal of Materials Processing Technology* 83:176–179(1998).
- [124] H. Aouici, M.A. Yallese, K. Chaoui, T. Mabrouki, J-F Rigal, Analysis of surface roughness and cutting force components in hard turning with CBN tool: Prediction model and cutting conditions optimization. *Measurement* 45 (2012) 344–353.
- [125] J. Marteau, M. Bigerelle, P-E. Mazeran, S.Bouvier, Relation between roughness and processing conditions of AISI 316L stainless steel treated by ultrasonic shot peening. *Tribology International* 82:319–329 (2015).

- [126] C.Pierret, Comportements mécaniques et tribologiques du Ti-6Al-4V traité par implantation d'ions carbone et oxygène multichargés. Développement des moyens associés. Science des matériaux. Université de Caen, 2011.
- [127] B. Kyeyune, , Atomic Force Microscopy, Lappeenranta University Of Technology, Finland,2017.
- [128] B.Sarrazin, n.d. Propriétés mécaniques de bicouches et de capsules polymères résolues à l'échelle nanométrique. Etude par microscopie à force atomique 188.
- [129] A.C. Fischer-Cripps, Nanoindentation, Springer, Berlin, 2002.
- [130] S. Hengsberger, A. Kulik, and P. Zysset A, combined atomic force microscopy and nanoindentation technique to investigate the elastic properties of bone structural units. Eur. Cells Mater. 1: 12-17, 2001.
- [131] J. Hay, Introduction instrumented indentation testing. Exp. Techniques 33: 66- 72, 2009.
- [132] W.C. Oliver and G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. J. Mater. Res. 19: 3-20, 2004.
- [133] *H. Hertz, On the contact of rigid elastic solids and on hardness. J. Reine Angew. Math 92: 156-171, 1882. Translated and reprinted in English in Hertz's Miscellaneous Papers, Macmillan & Co., London, 1896, Ch. 5.*
- [134] http://cristallographie.free.fr/?title=Diffraction_des_rayons_X
- [136] T.A. El-Taweel, M.H. E l-Axir, Analysis and optimization of the ball burnishing process through the Taguchi technique. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 41(2009), 301–310.
- [137] H. HAMADACHE, Comportement et caractéristiques mécaniques de l'acier CK60K+N sous l'influence du brunissage, Thèse de magister ; Université de Annaba , Avril 1987.
- [138] S. Dzionk, , B. Scibiorski, W. Przybylski, Surface Texture Analysis of Hardened Shafts after Ceramic Ball Burnishing. Materials 12, 204. 2019.
- [139] M. Tourab, Modélisation et simulation de la couche écrouie après traitement mécanique de surface. Université Badji Mokhtar-Annaba. 2018.
- A.M. Abrão, B.Denkena, B. Breidenstein, T.Mörke,. Surface and subsurface alterations induced by deep rolling of hardened AISI 1060 steel. Production Engineering 8, 551–558. 2014
- [140] H. Amdouni, H. Bouzaiene, A. Montagne, M. Nasri, A. Iost, Modeling and optimization of a ball-burnished aluminum alloy flat surface with a crossed strategy based on response surface methodology. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology 88, 801–814. 2017.
- [141] A. Dzierwa, A. Markopoulos, Influence of Ball-Burnishing Process on Surface Topography Parameters and Tribological Properties of Hardened Steel. Machines 7, 11. 2019.
- [142] R. Jerez-Mesa, Y. Landon, J.A. Travieso-Rodriguez, G.Dessein, J.Lluma-Fuentes, V. Wagner, Topological surface integrity modification of AISI 1038 alloy after vibration-assisted ball burnishing. Surface and Coatings Technology 349, 364–377, 2018.

- [143] S. Meddah, Étude électrochimique comparative d'un alliage (TiNi) élaboré, avec un implant dentaire en milieu simulé, Thèse de l'université Badji Mokhtar Annaba, 2018.
- [144] L. Avril, "Elaboration de revêtements sur acier inoxydable, simulation de la fusion par irradiation laser, caractérisation structurale, mécanique et tribologique ", thèse, ENSAM (N° d'ordre : 2003-16).
- [145] M. Sedlaček B. Podgornik, J. Vižintin, Influence of surface preparation on roughness parameters, friction and wear. *Wear* 266:482–487, 2009.
- [146] M. Sedlaček, P. Gregorčič, B. Podgornik, Use of the Roughness Parameters S_{sk} and S_{ku} to control Friction—A Method for Designing Surface Texturing. *Tribology Transactions* 60, 260–266. 2017.
- [147] J. Keller, V. Fridrici, Ph. Kapsa, JF, Huard Surface topography and tribology of cast iron in boundary lubrication. *Tribology International* 42:1011–1018, 2009.
- [148] M. F. Jensen, L. H. Christensen, P. Jan Per Kjeldsteen, M. E. Benzon, Évaluation de la topographie 3D des surfaces mécaniques, Danois, Centre pour l'analyse des surfaces, Inst. Technol.
- [149] R.S Godse, S.H Gawande, A.A Keste Tribological Behavior of High Fraction Carbon Steel Alloys. *Journal of Bio- and Tribo-Corrosion* 2, 3. 2016.
- [150] VP. Kuznetsov, AV Makarov, SG Psakhie, RA Savrai, IYu Malygina, NA Davydova, Tribological aspects in nanostructuring burnishing of structural steels. *Physical Mesomechanics* 17, 250–264. 2014.
- [151] A. Saldaña-Robles, H. Plascencia-Mora, E. Aguilera-Gómez, A. Saldaña-Robles et al, Influence of ball-burnishing on roughness, hardness and corrosion resistance of AISI 1045 steel. *Surface and coating technology* (2017), <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2018.02.013>
- [152] D.F. Silva-Álvarez , A. Márquez-Herrera, A. Saldana-Robles, M. Zapata-Torres, R. Mis-Fernández, J.L. Pena-Chapa, J. Moreno-Palmerín, E. Hernández-Rodríguez, Improving the surface integrity of the CoCrMo alloy by the ball burnishing technique. *journal of materials and research technology*. 2 0 2 0; 9:7592–7601.
- [153] JD Bressan, R.Hesse, Construction and validation tests of pin-on-disc equipment. In: XVI Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, COBEM 2001.
- [154] S. Khalilpourazary, J. Salehi, How alumina nanoparticles impact surface characteristics of Al7175 in roller burnishing process. *Journal of Manufacturing Processes* 39, 1–11. 2019
- [155] F Klocke, V Backer, H Wegner, B Feldhaus, H-U Baron, R Hessert, Influence of process and geometry parameters on the surface layer state after roller burnishing of IN718. *Prod Eng Res Dev* 3:391–399, 2009.
- [156] J.A.BENITO, J.M. MANERO, J.JORBA, A. ROCA, Change of Young's Modulus of Cold-Deformed Pure Iron in a Tensile Test 3324—VOLUME 36A, DECEMBER 2005 *Metallurgical And Materials Transactions A*.
- [157] I. Fonseca, J.A. Benito, I. Mejía, J. Jorba, and A. Roca: Variación del módulo de Young en el acero C45E (norma En 10083) tratado térmicamente *Rev. Metall. Madrid*, 2002, vol. 38 (4), pp. 249-55.

- [158] E. Papadakis, Ultrasonic Wave Measurements of Elastic Moduli E , G , and μ for Product Development and Design Calculations. *Journal of Testing and Evaluation*, 1998, vol. 26 (3), pp. 240-46.
- [159] K. Yamaguchi, H. Adachi, and N. Takakura, Effects of plastic strain and strain path on young's modulus of sheet metals: *Met. and Mater*, vol. 4, pp. 420-25, 1998
- [160] F. Morestin and M. Boivin, On the necessity of taking into account the variation in the Young modulus with plastic strain in elastic-plastic software , *Nucl. Eng. Design*, vol. 162, pp. 107-16, 1996.
- [161] W. Böcker, H.J. Bunge, and T. Reinert, Anomalies of Young's Modulus in Fe-Cu Composites after High Degrees of Deformation, *Mater. Sci. Forum*, vols. 157–162, pp. 1551-58. 1994.
- [162] S.R. Agnew and J.R. Weertman, Cyclic softening of ultrafine grain copper, *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 242, pp. 174-80, 1998.
- [160] B.M. Drapkin, Y.P. Zamiatin, V.E. Vinogradov, and L.A. Zamiatina: *Fiz. Khim. Obrab* Effects of plastic deformation on Young's modulus of metals. *Mater*, vol. 4, pp. 127-31. 1988