

PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE DOMAINE MÉDICAL

INTRODUCTION

Il existe une multitude de matériaux utilisés dans le domaine de la santé tels que les matériaux composant les instruments et les équipements médicaux (outils chirurgicaux, appareil de mobilité, membres artificiels, ...) et ceux employés dans le but de combler des déficiences fonctionnelles ou des blessures. Tous ces matériaux sont regroupés sous le nom de « biomatériaux ».

Les biomatériaux par définition, sont des matériaux utilisés dans un dispositif médical destinés à interagir avec les systèmes biologiques pour évaluer, traiter, renforcer ou remplacer un tissu, organe ou une fonction de l'organisme.

Parmi les différents biomatériaux, deux grandes catégories se distinguent :

LES BIOMATÉRIAUX VIVANTS (ou naturels)

Qui sont des matériaux d'origines biologiques. Le principe est de créer un support naturel amenant à une repousse d'un tissu spécifique permettant le remplacement de la fonction déficiente. Au sein de ces biomatériaux vivants on retrouve :

- Les tissus biologiques (valves porcines, carotide de bœuf, ...).
- Les greffes (xéno greffes, allogreffes et autogreffes).
- Le corail, qui est une céramique poreuse naturelle. Cette porosité favorise l'implantation osseuse. Il est utilisé en chirurgie orthopédique et maxillo-faciale.
- Le collagène, qui est une protéine naturelle d'origine animale (peau) ou humaine (placenta) dont les applications sont : la cosmétologie et chirurgie esthétique, les implants oculaires, la reconstitutions de tissus, la peau artificielle et les pansements hémostatiques.
- La cellulose (membranes de dialyse et ciment de prothèse de hanche).
- La chitine extrait des coquilles de crabes (fils de suture, chirurgie reconstructive et peau artificielle).
- Les fucanes extraits des algues marines (anti-coagulants).

LES BIOMATÉRIAUX INERTES (ou non vivants)

Parmi lesquels se déclinent 3 classes :

1. Les métaux et alliages métalliques
2. Les céramiques (pouvant être appelées biocéramiques)
3. Les polymères

1. Les métaux et alliages métalliques

- **Les aciers inoxydables**, qui sont des aciers (avec au maximum 1,0% de carbone) ayant une teneur en chrome d'au minimum 12% en masse. C'est cette teneur en chrome qui donne le caractère inoxydable à l'acier.

Les types d'acier inoxydables utilisés dans l'industrie biomédicale sont les aciers inoxydables dits « martensitiques » (magnétiques et ayant été traités thermiquement), pour les instruments chirurgicaux, et les aciers inoxydables dit « austénitiques » (amagnétiques et ayant une teneur en nickel entre 10 et 14%) pour les implantations chirurgicales.

L'acier inoxydable est le métal le plus courant dans le domaine médical et tout particulièrement l'acier inoxydable austénitique 316L (X2CrNiMo17-12-2).

- **Le titane et ses alliages**, qui présentent des caractéristiques très intéressantes en plus de sa biocompatibilité. Leur résistance à la corrosion est exceptionnelle (plus élevée que celle des aciers inoxydables) et ils possèdent de meilleures propriétés en fatigue et une meilleure élasticité que les alliages cobalt-chrome et aciers inoxydables. La densité du titane est aussi un gros avantage puisque sa valeur est faible pour un métal (4,5 contre environ 8 pour les aciers inoxydables).

Les applications du titane dans le médical est très vaste : implants, ostéosynthèse, orthopédie, prothèses, ... Une nuance très commune de titane est le TA6V (TiAl6V4).

- **Les alliages cobalt-chrome (les stellites)**, qui sont des alliages de cobalt avec comme principal élément d'alliage le chrome. Ils présentent fréquemment une riche teneur en molybdène et une faible teneur en carbone (alliages amagnétiques).

La résistance à la corrosion de ces alliages est excellente. Leurs propriétés mécaniques sont également remarquables (dureté, ténacité et résistance à l'usure élevées), elles offrent à ces alliages une rigidité plus élevée que celle des aciers inoxydables et du titane.

Les alliages CoCr sont majoritairement employés pour des prothèses de hanche, de genou ou de rachis, pour l'ostéosynthèse ou encore de prothèses dentaires.

2. Les céramiques

On distingue deux types de céramiques dans le médical, les céramiques « bio-inertes » qui n'interagissent pas avec les tissus osseux et les céramiques « bioactives » qui elles créent un lien entre le matériau et l'os humain.

- **L'alumine (Al_2O_3)**, est une céramique bio-inerte de qualité médicale, elle est pure et dense. Elle est utilisée principalement pour ses bonnes propriétés tribologiques, son vieillissement et ses résistances mécaniques. Elle est employée pour les têtes de prothèses de hanches et l'odontologie (implants dentaires).

- **La zircone (ZrO_2)**, présente les mêmes caractéristiques que l'alumine néanmoins elle possède une ténacité plus importante, c'est-à-dire qu'elle a une meilleure résistance à la propagation des fissures.

- **L'hydroxyapatite (HAP) $Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2$ et le phosphate tricalcique \square (TCP) $Ca_3(PO_4)_2$** , sont des céramiques bioactives. Ces céramiques sont poreuses et cette porosité leur permet d'être ostéoconduites, autrement dit elles favorisent la repousse osseuse. Elles présentent également l'avantage d'être biorésorbables et sont utilisées dans le cas d'implants, de la chirurgie orthopédique et des comblements dentaires.

- **Les bioverres**, sont aussi des céramiques bioactives qui présentent à leur surface une couche d'hydroxyapatite carbonatée qui est identique chimiquement et structurellement à la phase minérale de l'os. Le lien entre la céramique et l'os est possible et ils permettent ainsi l'ostéoconduction et l'ostéoproduction. Les bioverres sont principalement composés d'oxydes, de silicium (SiO_2), de sodium (Na_2O), de calcium (CaO) et de phosphore (P_2O_5).

3. Les polymères

Les applications des polymères dans le milieu des biomatériaux sont très nombreuses. Outre leur biocompatibilité, les polymères présentent l'avantage d'avoir des propriétés mécaniques modulables aisément selon leur composition, leur taux de cristallinité, leur mise en forme, ...

Parmi ces polymères, il se distingue :

- **Les polymères fonctionnels** qui sont employés comme surface de frottement (en complément des métaux et céramiques), comme matériaux d'ancrage pour les prothèses (permettant une meilleure convalescence) et dans l'ophtalmologie, la neurochirurgie, la chirurgie cardiovasculaire ou plastique (cathéters, drains, seringues, prothèses).

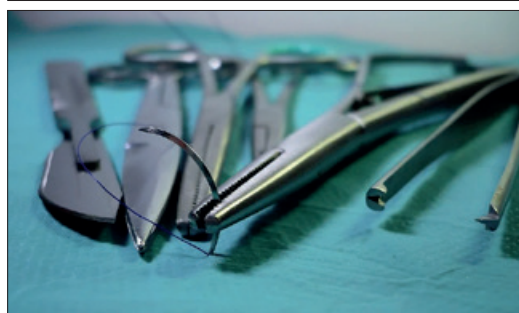
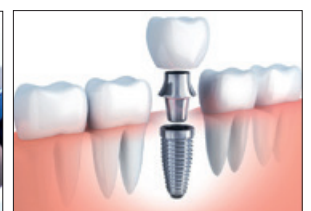
- **Les polymères résorbables** qui permettent d'éviter une reprise chirurgicale. Ils doivent présenter des propriétés mécaniques suffisantes pour assurer leurs fonctions puis être résorbés par la suite. Ils sont par conséquent utilisés comme ciments chirurgicaux, comblements osseux, obturateurs diaphysaire, fils de suture, ...

=> La totalité de ces matériaux permet de préserver l'intégrité et le confort de vie de personnes touchées par des défaillances. La fabrication de dispositifs d'assistance corporelle capables de remplacer les fonctions des organes lésés a alors été rendue possible. Néanmoins, les recherches et les développements médicaux demeurent très prometteurs. Ils représentent de grands enjeux du fait des progrès et innovations encore réalisables.

Ces biomatériaux sont développés et utilisés de manière à être tolérés par l'organisme du receveur, de ne pas contenir d'éléments toxiques et de répondre à des caractéristiques mécaniques précises afin de faire face aux différentes contraintes qui seront exercées par l'environnement.

En d'autres termes, ils doivent impérativement respecter un cahier des charges très exigeants en matière de propriétés physico-chimiques, de mise en forme, de durée de vie et/ou de dégradations, de porosités, d'implantations ou d'injections, ...

C'est pour ces mêmes raisons qu'une multitude de contrôles doit être effectuée et certains de ces contrôles nécessitent une préparation métallographique.



PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE

Peu importe le matériau à contrôler, des contrôles qualité lors de l'élaboration et la production des pièces doivent être effectués. Les objectifs sont de manière générale des examens de dimensionnement, des contrôles de porosités ou d'hétérogénéité, de microstructures, recherches et analyses de défauts quelconques, des tests de dureté, ...

Certains de ces contrôles demandent alors l'exécution d'une préparation métallographique. L'obtention d'une surface d'examen nécessite une succession d'opérations aussi importantes les unes que les autres quel que soit le matériau. Ces étapes sont dans l'ordre :

- Le prélèvement du produit à examiner (si nécessaire), appelé « TRONCONNAGE ».
- La standardisation de la géométrie de l'échantillon prélevé (si nécessaire), appelée « ENROBAGE ».
- L'amélioration de l'état de surface de cet échantillon, appelée « POLISSAGE ».
- La caractérisation de l'échantillon : révélation de la microstructure de l'échantillon par un réactif d'attaque (si nécessaire) appelée « ATTAQUE METALLOGRAPHIQUE » et l'observation microscopique (optique ou électronique).

=> Chacune de ces étapes doit être effectuée rigoureusement sous peine de rendre les étapes suivantes irréalisables.

TRONÇONNAGE

Le tronçonnage a pour but de prélever une partie précise d'un produit, de manière à obtenir une surface d'examen convenable, sans altérer les propriétés physico-chimiques du matériau. En d'autres termes il est indispensable d'éviter un échauffement ou une déformation pouvant entraîner une dégradation du matériau. Le tronçonnage est une étape fondamentale qui conditionne la suite de la préparation et l'observation des pièces.

La large gamme de micro-tronçonneuses et tronçonneuses de moyenne et grande capacité PRESI permet de s'adapter à n'importe quel besoin en termes de précision de découpe, de dimensionnement ou de quantité de produits à découper :



Fig 1 : MECATOME T202



Fig 2 : MECATOME T260



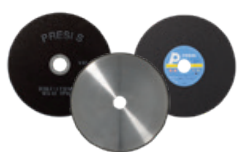
Fig 3 : MECATOME T330

Chacune des tronçonneuses de la gamme bénéficie de consommables et d'accessoires qui leur sont adaptés. Le système de bridage et le choix de ces consommables sont toujours des éléments essentiels pour la réussite d'une coupe métallographique.

=> Le bridage, autrement dit le maintien de la pièce, est primordial. Si la pièce n'est pas bien maintenue, la coupe peut présenter des risques pour la meule de tronçonnage, la pièce ainsi que la machine.

CONSOMMABLES

Toutes les tronçonneuses sont employées avec un liquide de lubrification/refroidissement composé d'un mélange d'eau et d'additif antirouille dans le but d'obtenir une découpe propre et sans échauffement. L'additif permet également de protéger l'échantillon et la machine de la corrosion.



| | Aciers inoxydables | Titane | Cobalt -Chrome | Céramiques | Polymères |
|---------------------------------|-------------------------------|----------------------|----------------------|----------------|-----------------------------------|
| Micro-tronçonnage | UTW S Ø180 AO AOF II | UTW S Ø180 MNF | UTW S Ø180 CBN | LM / LM+ LR | UTW S Ø180 MNF LM+ LR |
| Tronçonnage de moyenne capacité | A AO AOF II | T MNF F | S CBN | LM / LM+ LR | MNF LM+ LR |
| Tronçonnage de grande capacité | A AO | T MNF | S CBN | LM / LM+ LR | MNF LM+ LR |

Tableau 1 : Choix du type de meule de tronçonnage adapté

=> Le choix du type de meule de tronçonnage doit se faire judicieusement dans le but d'éviter d'éventuels refus de coupe, une usure trop importante ou encore une casse de la meule.

ENROBAGE

Les échantillons peuvent être difficiles à manipuler du fait de leur forme complexe, de leur fragilité ou de leur petite taille. L'enrobage facilite ainsi leur manipulation en standardisant leur géométrie et leurs dimensions.

=> Réaliser un enrobage de qualité est essentiel afin de protéger les matériaux fragiles mais également pour obtenir de bons résultats de préparation en vue du polissage et des futures analyses.

Avant d'être enrobé, l'échantillon doit être ébavuré à l'aide d'un papier abrasif grossier par exemple dans le but d'éliminer les éventuelles bavures de coupe. Un nettoyage à l'éthanol (dans un bac à ultrasons pour encore plus d'efficacité) est également envisageable. Cette opération permet à la résine d'adhérer au mieux sur l'échantillon et limite ainsi le phénomène de retrait (espace entre la résine et l'échantillon).

Si le phénomène de retrait persiste, il peut amener des problèmes lors du polissage. Des grains d'abrasifs sont susceptibles de se loger dans le retrait puis de se libérer lors d'une étape ultérieure, il y a alors un risque de pollution pour l'échantillon et le support de polissage. Dans ce cas, un nettoyage au bac à ultrasons entre chaque étape est recommandé.

Il existe deux procédés d'enrobages :

- **LE PROCÉDÉ À CHAUD** est à privilégier pour des besoins d'examen de bords ou si la préparation métallographique est effectuée dans le but de réaliser des essais de dureté. **Le procédé à chaud nécessite l'utilisation d'une enrobeuse à chaud.**



Fig 4 : MECAPRESS 3

La machine nécessaire à l'enrobage à chaud est la Mecapress 3 :

- Presse d'enrobage à chaud totalement automatique.
- Simple d'utilisation, la mémorisation, l'ajustement des procédés et la rapidité d'exécution en font une machine de haute précision.
- L'enrobeuse à chaud propose six moules de diamètres différents allant de Ø25,4mm à Ø50mm.

LE +

Un des principaux avantages que présente ce procédé est la réalisation d'un enrobage aux faces parfaitement parallèles.

- **LE PROCÉDÉ À FROID** est à privilégier quand :
 - Les pièces à examiner sont fragiles / sensibles à la pression
 - Les pièces présentent une géométrie complexe (structure en nid d'abeille).
 - Le besoin est d'enrober un grand nombre de pièces en série.

Le procédé à froid peut être utilisé avec :



Fig 5 : Appareil d'enrobage sous pression

LE +

Améliore considérablement la qualité, notamment en diminuant le phénomène de retrait (espace entre la résine et l'échantillon), en optimisant la transparence de la résine.



Fig 6 : Appareil d'enrobage sous vide POLY'VAC

LE +

Machine permettant l'imprégnation sous vide de matériaux poreux enrobés par le biais d'une résine époxy.

Les résines à froid ne fournissent pas toujours un « dos » d'enrobage plan à cause du ménisque. Avant toute opération de polissage, il est possible d'effectuer une courte étape sur un papier abrasif pour éliminer ce ménisque. L'important est de s'assurer que cette rectification rend les deux faces de l'enrobage parallèles.

CONSOMMABLES

Afin de répondre aux besoins, PRESI propose toute une gamme de moules d'enrobage à froid. Ces moules d'enrobage sont de diamètre allant de Ø20mm à Ø50mm. Ces derniers sont répartis en plusieurs sortes : des moules optimisés appelés « KM2.0 », des moules en caoutchouc, en téflon ou bien en polyéthylène. L'enrobage à froid permet aussi plus de liberté, c'est pourquoi il existe des moules rectangulaires pour des besoins plus spécifiques.



| | Aciers inoxydables | Titane | Cobalt -chrome | Céramiques | Polymères |
|---------|---|-------------------------------------|-------------------------------------|------------------------------|--------------------------------------|
| A chaud | Epoxy Phénolique Acrylique Allylique | Epoxy Phénolique Allylique | Epoxy Phénolique Allylique | ∅ | ∅ |
| A froid | KM-U KM-B IP / IP-FAST 2S* | KM-U KM-B IP / IP-FAST 2S* | KM-U KM-B IP / IP-FAST 2S* | KM-U KM-B IP / IP-FAST | KM-U KM-B IP / IP-FAST MA2+ |

Tableau 2 : Choix du type de résine d'enrobage adapté

* Adaptée pour les très grandes séries

Les céramiques et les polymères sont des matériaux fragiles et sensibles à la chaleur et/ou à la pression. Il est par conséquent déconseillé d'effectuer un procédé d'enrobage à chaud avec ce type de matériau.

POLISSAGE

La dernière phase incontournable et cruciale du processus de préparation d'un échantillon est le polissage. Le principe est simple, chaque étape utilise un abrasif plus fin que le précédent. L'objectif consiste à obtenir une surface plane et à éliminer les rayures et les défauts résiduels qui gêneraient la réalisation des examens de contrôles métallographiques tels que les analyses microscopiques, les essais de dureté, les contrôles de microstructure ou les contrôles dimensionnels.

PRESI propose une grande gamme de polisseuses manuelles et automatiques, avec un large choix d'accessoires, afin de couvrir tous les besoins, du pré-polissage à la super-finition et du polissage d'échantillons unitaires ou en série.



Fig 7 :
Le CUBE 250

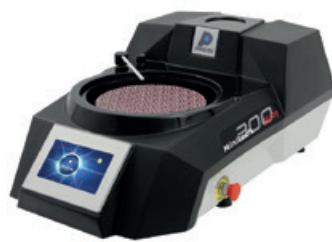


Fig 8 :
MINITECH 300 SPI



Fig 9 :
MECATECH 250 SPI

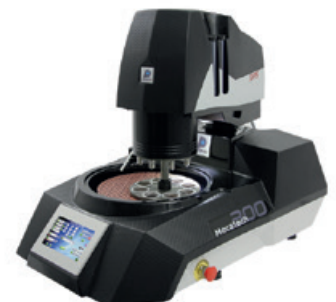


Fig 10 :
MECATECH 300 SPS

La gamme de polisseuses manuelles MINITECH intègre les technologies les plus avancées. Conviviales, fiables et robustes, elles apportent une réponse simple à tous les besoins.

La gamme de polisseuses automatiques MECATECH permet un polissage aussi bien manuel qu'automatique. Avec ses technologies avancées, ses puissances moteur de 750 à 1500 W, toute l'expérience de PRESI est concentrée dans cette gamme très complète. Peu importe le nombre ou la taille des échantillons, MECATECH garantit un polissage optimal.

CONSOMMABLES ET GAMMES DE POLISSAGE

Toutes les gammes de polissage ci-dessous sont données pour une préparation automatique des échantillons (pour du polissage manuel : ne pas prendre en compte les paramètres de tête). Elles sont les plus couramment utilisées et sont renseignées à titre d'information et de conseil.

Toutes les premières étapes de chaque gamme sont appelées « mise à niveau » et consistent à retirer de la matière rapidement afin de mettre à niveau la surface de l'échantillon (et de la résine). Celles données ci-dessous sont standards et peuvent, par conséquent, être modifiées selon le besoin.

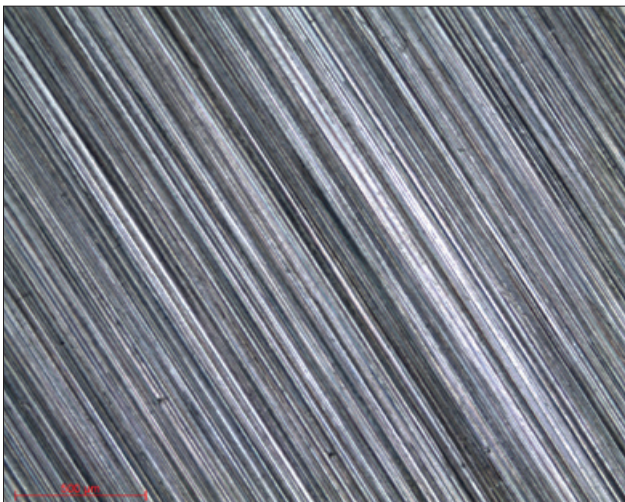
Les forces d'appui varient selon la taille des échantillons mais de manière générale il sera appliqué : 1daN par 10mm de diamètre d'enrobage pour les étapes de pré-polissage (ex : Ø40mm = 4 daN) puis la force sera diminuée de 0,5daN à chaque étape de polissage avec une suspension abrasive.

| Gamme | N°1 | N°2 | N°3 | N°4 |
|----------|-----------------------------------|-------------------------|-----------|----------|
| Matériau | Acier inoxydable Cobalt-chrome | Titane Cobalt-chrome | Céramique | Polymère |

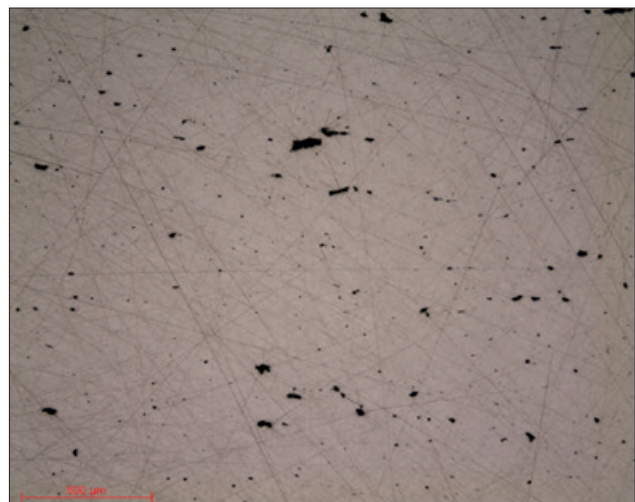
Tableau N°3 : Choix de la gamme de polissage

Gamme N°1

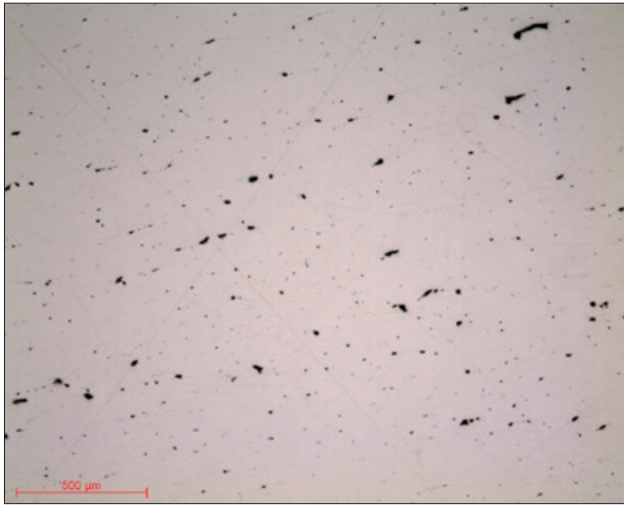
| N° | Support | Suspension / Lubrifiant | Vplateau (tr/min) | Vtête (tr/min) | Sens de rotation Plateau / tête | Temps |
|----|----------|---|----------------------|-------------------|------------------------------------|-------|
| 1 | SiC P320 | Ø / Eau | 300 | 150 | → → | 1' |
| 2 | TOP | 9µm LDP / Reflex Lub | 300 | 150 | → → | 4' |
| 3 | RAM | 3µm LDP / Reflex Lub | 150 | 135 | → → | 2' |
| 4 | NT | 1µm LDP / Reflex Lub | 150 | 135 | → → | 1' |
| 5 | NT | Al ₂ O ₃ n°3 / Eau | 150 | 100 | → ← | 1' |



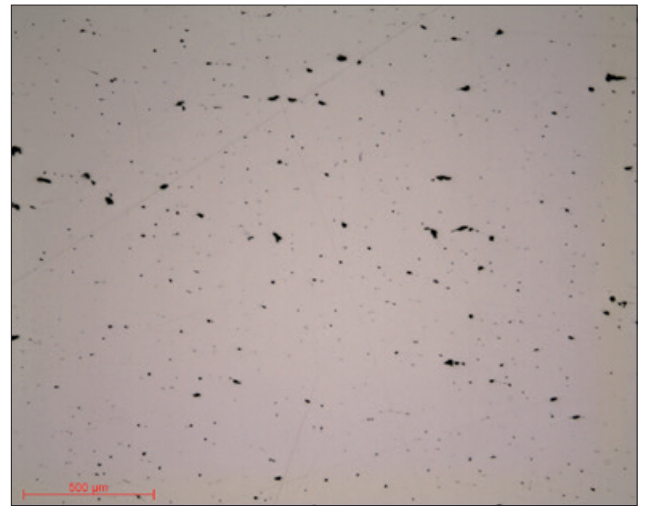
Micrographie 1 : Etat de surface P320 obj x5



Micrographie 2 : Etat de surface TOP 9µm obj x5



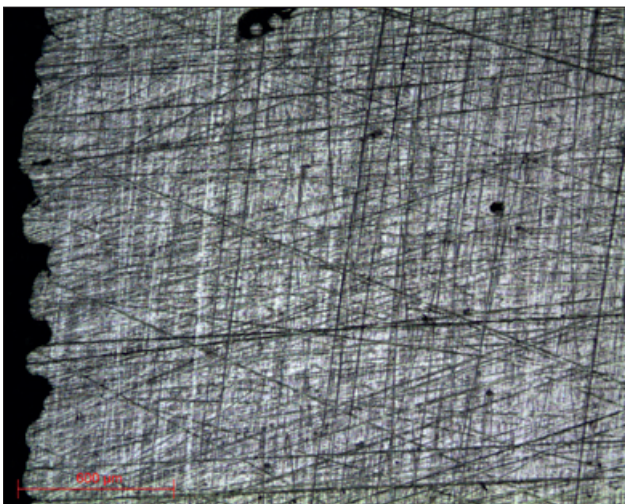
Micrographie 3 : Etat de surface RAM 3µm obj x5



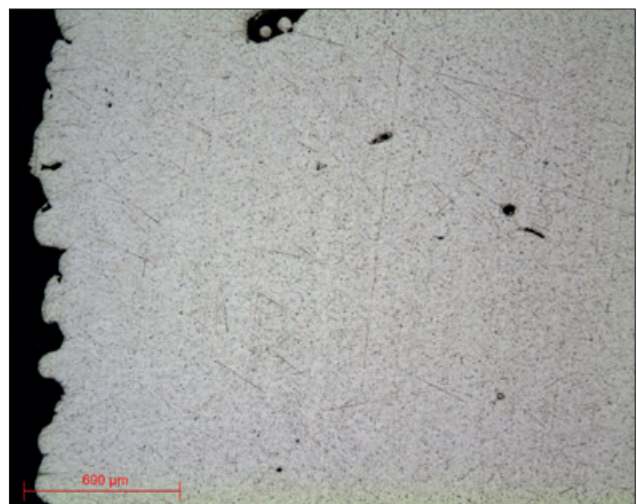
Micrographie 4 : Etat de surface NT 1µm obj x5

Gamme N°2

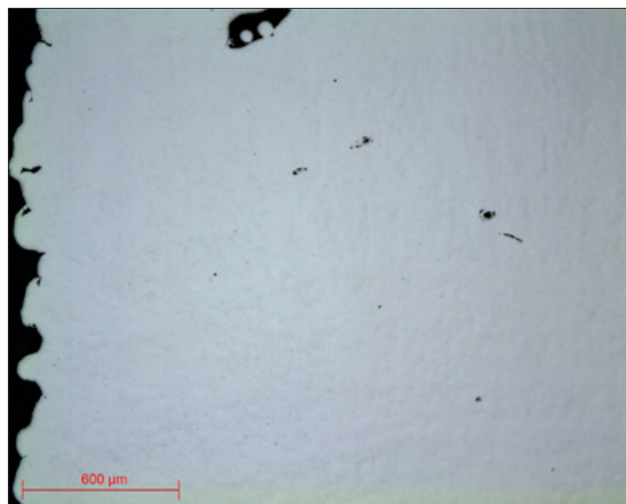
| N° | Support | Suspension / Lubrifiant | Vplateau (tr/min) | Vtête (tr/min) | Sens de rotation Plateau / tête | Temps |
|----|----------|-------------------------|-------------------|----------------|---------------------------------|-------|
| 1 | SiC P320 | Ø / Eau | 300 | 150 | → → | 1' |
| 2 | TOP | 9µm LDP / Reflex Lub | 150 | 135 | → → | 5' |
| 3 | SUPRA | SPM / Eau | 150 | 100 | ← → | 5' |



Micrographie 5 : Etat de surface P320 obj x5



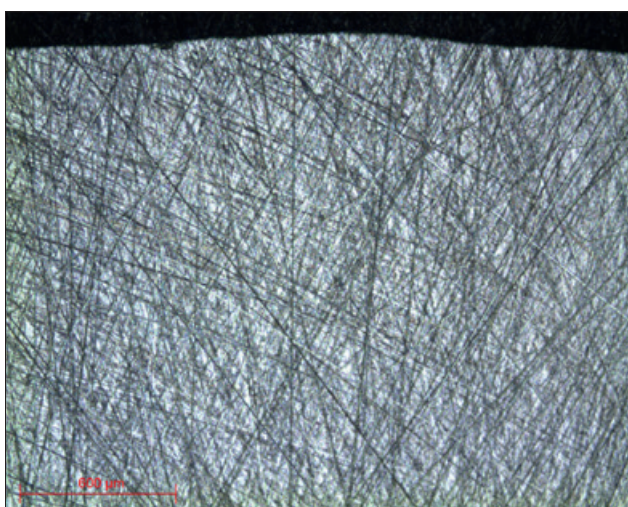
Micrographie 6 : Etat de surface TOP 9µm obj x5



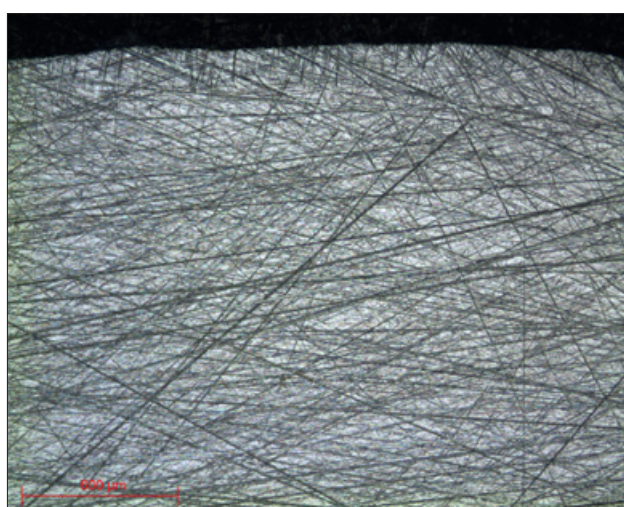
Micrographie 7 : Etat de surface SUPRA SPM obj x5

Gamme N°3

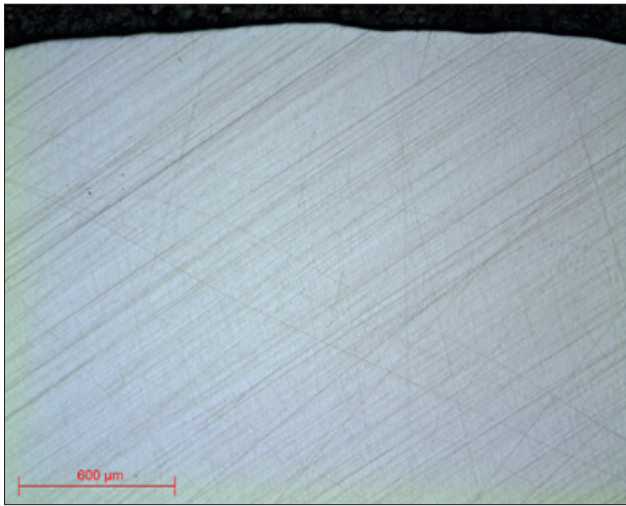
| N° | Support | Suspension / Lubrifiant | Vplateau (tr/min) | Vtête (tr/min) | Sens de rotation Plateau / tête | Temps |
|----|----------------|-------------------------|-------------------|----------------|---------------------------------|-------|
| 1 | Tissediam 40µm | Ø / Eau | 300 | 150 | → → | 2' |
| 2 | Tissediam 20µm | Ø / Eau | 300 | 150 | → → | 2' |
| 3 | TOP | 9µm LDP / Reflex Lub | 150 | 135 | → → | 5' |
| 4 | NWF+ | 3µm LDP / Reflex Lub | 150 | 135 | → → | 2' |
| 5 | SUPRA | SPM / Eau | 150 | 100 | ← → | 2' |



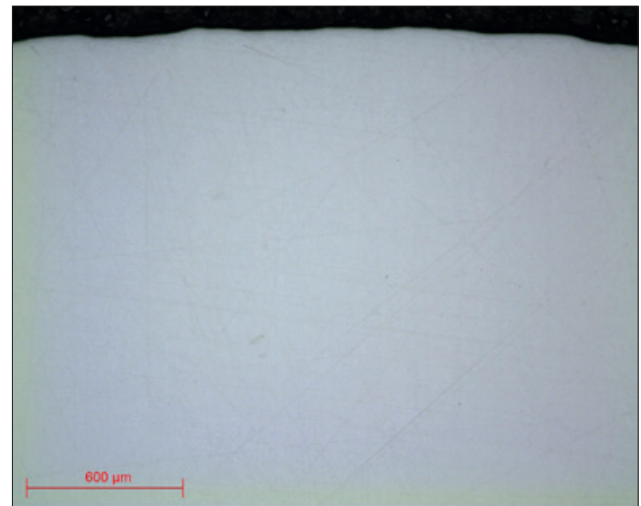
Micrographie 8 : Etat de surface TISSEDIAM 40µm obj x5



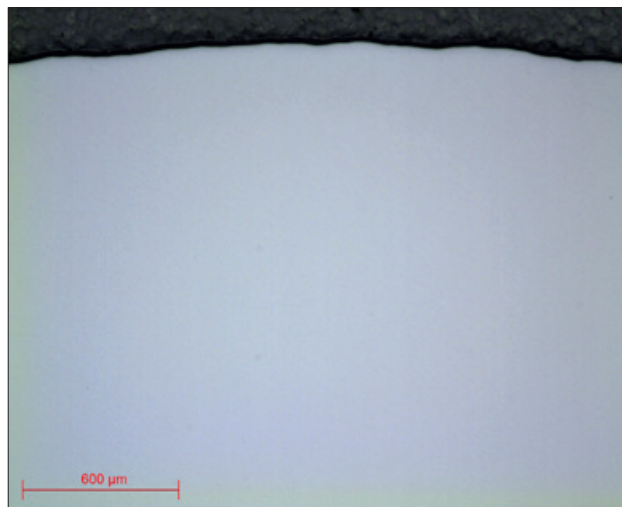
Micrographie 9 : Etat de surface TISSEDIAM 20µm obj x5



Micrographie 10 : Etat de surface TOP 9µm obj x5



Micrographie 11 : Etat de surface NWF+ 3µm obj x5



Micrographie 12 : Etat de surface SUPRA SPM obj x5

Gamme N°4

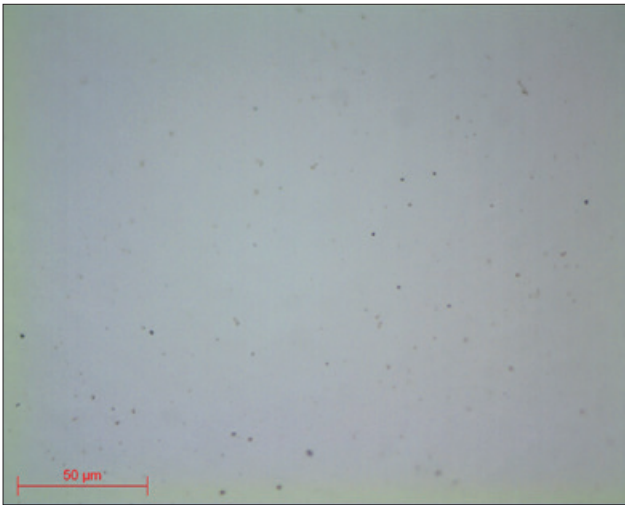
| N° | Support | Suspension / Lubrifiant | Vplateau (tr/min) | Vtête (tr/min) | Sens de rotation Plateau / tête | Temps |
|----|-----------|--|----------------------|-------------------|------------------------------------|-------|
| 1 | Sic P320 | Ø / Eau | 300 | 150 | → → | 1' |
| 2 | Sic P1200 | Ø / Eau | 300 | 150 | → → | 1' |
| 3 | STA | 3µm LDP / Reflex Lub | 150 | 135 | → → | 5' |
| 4 | NT | Al ₂ O ₃ n°1 / Eau | 150 | 100 | → ← | 1' |

Toutes les gammes de polissage renseignées ci-dessus sont des gammes standards et polyvalentes qui peuvent être modifiées en fonction des subtilités des échantillons. (Cf Lab'Notes du matériau associé). De plus, elles ne sont pas nécessairement à réaliser dans leur intégralité en fonction des besoins d'observations (à l'exception des échantillons de titane pour lesquels toutes les étapes de la gamme doivent être effectuées).

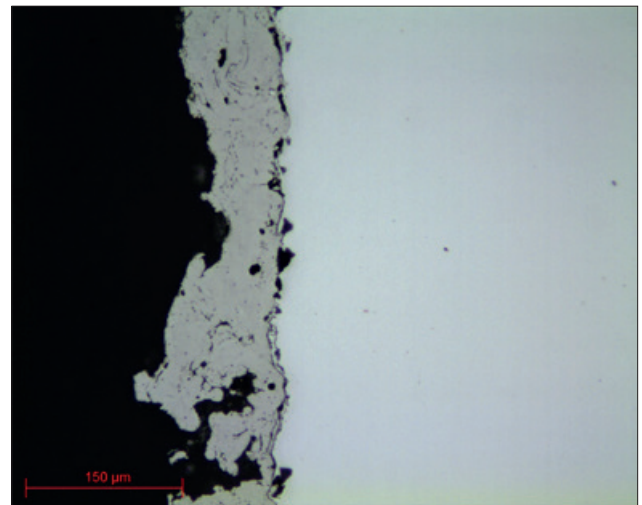
A l'issue de cette préparation, les échantillons polis peuvent être observés directement sans attaque métallographique. Sinon l'attaque métallographique permet de créer des différences de relief et/ou de couleur entre les différents constituants et permet leur observation. Elle se pratique majoritairement sur les métaux (Cf Lab'Notes du matériau associé).

MICROSCOPIE

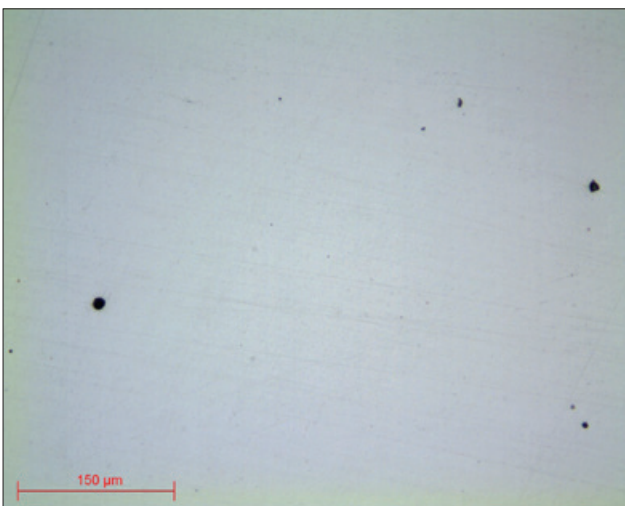
Les micrographies présentées ont été réalisées au moyen du logiciel **PRESI VIEW** :



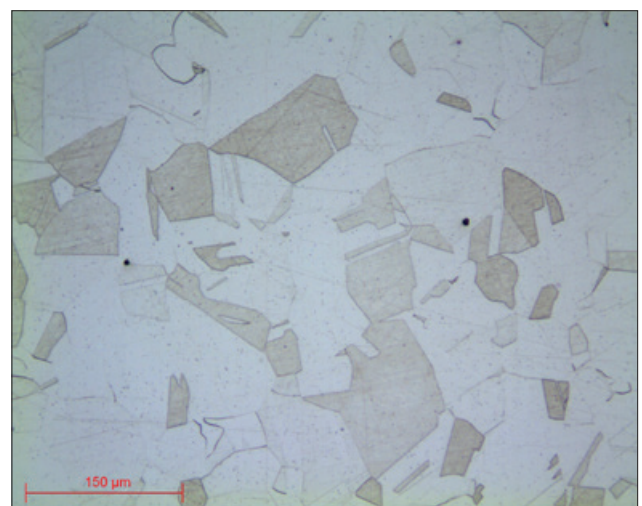
Micrographie 13 : Cobalt-chrome obj x50



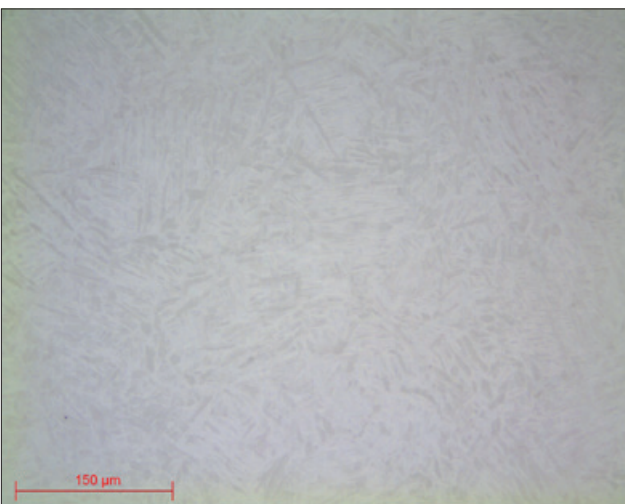
Micrographie 14 : Cobalt-chrome avec dépôt titane obj x20



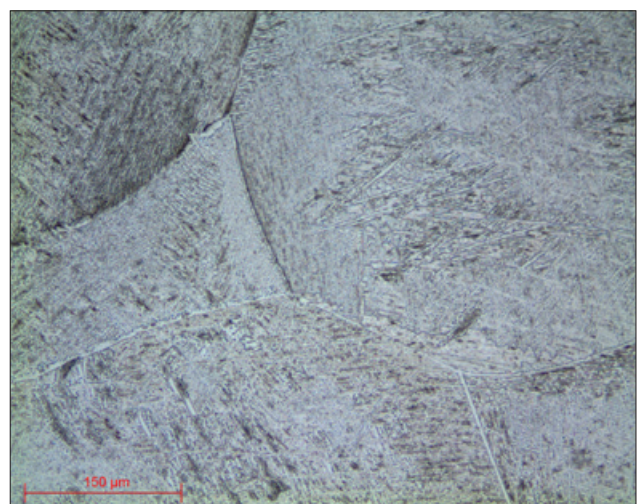
Micrographie 15 : Acier inoxydable obj x20



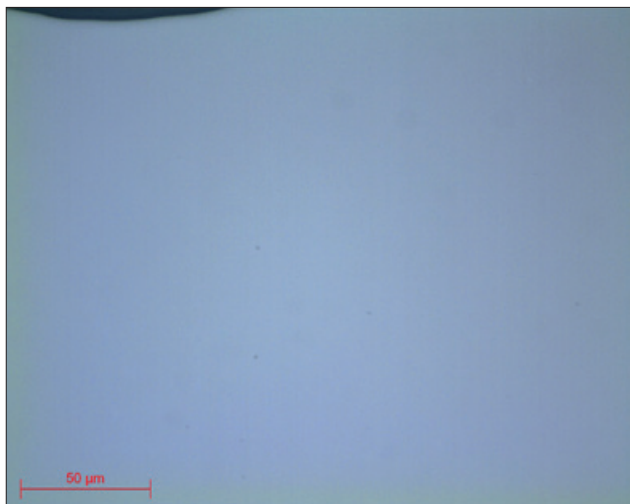
Micrographie 16 : Acier inoxydable attaqué réactif ADLER obj x20



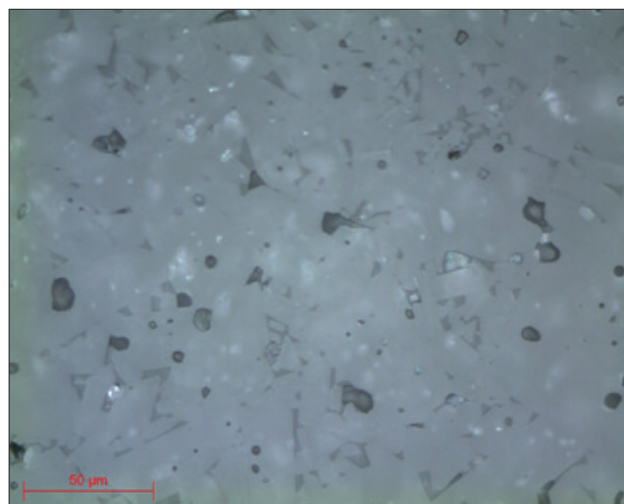
Micrographie 17 : Titane obj x20



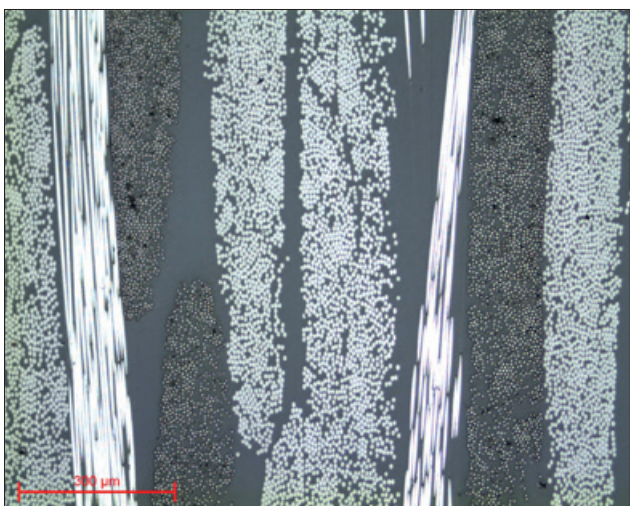
Micrographie 18 : Titane attaqué réactif KROLL obj x20



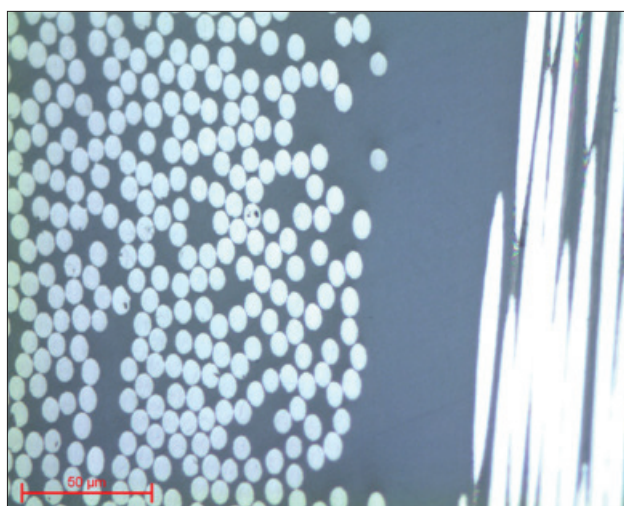
Micrographie 19 : Zircone (ZrO_2) obj x50



Micrographie 20 : Alumine (Al_2O_3) obj x50



Micrographie 21 : Polymères composite obj x10



Micrographie 22 : Polymères composite obj x50