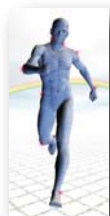


# Innovez dans le biomédical

Matières  
et technologies  
moteurs de progrès



Septième journée technique  
le 14 juin à l'INEED  
à Valence (26)



## Matinée

Sous la présidence de François Wendling, directeur général  
ARATEM, Valence (26)

### Dispositifs médicaux, quelles tendances ?

François Langevin, président de l'Alliance pour le génie biologique et médical (AGBM)  
UTC, Compiègne (60)

### Table ronde

animée par Max Rivière, Rivière Compagnie, Saint-Étienne (42)

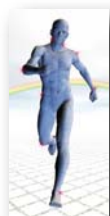
### Matières premières, approvisionnement...

#### quels sont les risques pour les industriels du biomédical ?

- Anne-Sophie Roidot, Styrenic Specialty Polymers - Sales Representative France and Iberia  
BASF, Levallois-Perret (92)
- Bertrand Debeauvais, chef de marché, Timet Savoie, Ugine (73)
- Jean-Yves Cavaillé, professeur, INSA Lyon (69)
- Jean-François Vaz, chef de projet R&D, Novatech, La Ciotat (13)

# Innovez dans le biomédical

Matières  
et technologies  
moteurs de progrès



Septième journée technique  
le 14 juin à l'INEED  
à Valence (26)



## Après-midi

3 ateliers simultanés

### Atelier 1 Matériaux et procédés pour le médical

animé par Robert Lévêque, Cercle d'Étude des Métaux, Saint-Étienne (42)  
et Audrey Cellard, ARAMM, Le Bourget-du-Lac (73)

*Les techniques de pointe des matériaux composites et des matériaux  
associés dans l'aéronautique et la mécanique :  
une innovation dans le médical ?*

**Nettoyage des pièces mécaniques par CO<sub>2</sub> : cryogénie, neige carbonique, CO<sub>2</sub> supercritique**  
Jérôme Ribeyron, responsable de l'activité « Produire propre », CETIM Saint-Étienne (42)

**Les revêtements PVD et PACVD destinés aux applications médicales**  
Franck Derangère, manager composants et tribologie, IonBond PVD FRANCE, Le Mée-sur-Seine (7)

**Frittage laser de composants biomécaniques,**  
Philippe Bertrand, président de l'Association Française du Prototypage Rapide, ENI Saint-Étienne (42)

**ENDOLIGN™, composite à matrice polymère pour implantation permanente,**  
Marc Dietlin, market development manager Europe, INVIBIO Ltd, Thornton Cleveleys (Angleterre)

**Utilisation de la Compaction Grande Vitesse pour la mise en forme de pièces pour le médical**  
Florence Doré, ingénieur R&D Compaction Grande Vitesse, CETIM Saint-Étienne (42)

# Innovez dans le biomédical

Matières  
et technologies  
moteurs de progrès



Septième journée technique  
le 14 juin à l'INEED  
à Valence (26)



## Atelier 2 Instrumentation et les technologies de mesures

animé par Jérôme Soulier, ARATEM, Valence (26)  
et Eric Valentini, OSST, Cluses (74)

*Cet atelier s'adresse à tous les responsables de l'innovation dans les sociétés développant des systèmes d'instrumentation, des implants, des simulateurs avec des applications médicales et chirurgicales.*

### Entraînement à la chirurgie Mini-Invasive par simulateurs et interfaces haptiques

Hannes Bleuler, professeur EPFL, Lausanne (Suisse)

### Instrument articulé destiné à la microchirurgie endoscopique

Claude Depery, président directeur général, LA PRECISION S.A., Scionzier (74)

### La démarche innovation dans le domaine de l'instrumentation dentaire

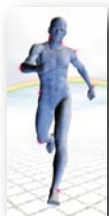
Cédric Lancieux, responsable R&D, ANTHOGRYR, Sallanches (74)

### Contrôle non destructif dans le biomédical,

Jean-Claude Lecomte, directeur INSIDIX, Seyssins (38)

# Innovez dans le biomédical

Matières  
et technologies  
moteurs de progrès



Septième journée technique  
le 14 juin à l'INEED  
à Valence (26)



## Atelier 3 Comment innover dans un cadre réglementaire et normatif ?

animé par animé par Virginie Zanchin, ARTEB, Lyon (69)

*Cet atelier s'adresse tout particulièrement aux responsables des affaires réglementaires / juridiques / qualité et fait le point sur les aspects juridiques et normatifs concernant le domaine biomédical.*

### Particularité du secteur médical / responsabilité par rapport aux produits défectueux : aspect droit, jurisprudence / obligation du sous-traitant,

Maître François Musset, avocat, Musset & Associés, Lyon (69)

### Normalisation pour des dispositifs médicaux innovants, comment faire pour l'industriel ?

**L'apport de la normalisation dans l'innovation pour les technologies médicales,**  
Christine Kertesz, chef de projet innovation, recherche et enseignement  
AFNOR, La Plaine-Saint-Denis (93)

**Implication d'une PME dans la rédaction d'une norme**  
Christian Pompée, chef de produit, PHUSIS, Saint-Ismier (38)

### Réglementation sur le recyclage des déchets électriques et électroniques pour les dispositifs médicaux

Jean-Pierre Parisi, directeur du développement DEEE  
Groupe TRIADE ÉLECTRONIQUE / VEOLIA PROPRIÉTÉ, Castelneau-le-Lez (34)

# PROGRAMME

## **Point de vue des chirurgiens sur les matériaux innovants**

*Professeur Moussa Hamadouche, Hôpital Cochin, Paris*

## **PEKK un polymère pour des implants orthopédiques ?**

*Séverine Valdant, vice-présidente Oxford Performance Materials, Enfield, Connecticut (USA),*

*Philippe Castaing, responsable actions collectives Ingénierie Polymères et Composites, Cetim, Nantes*

## **Le titane en chirurgie, Interêts et questions**

*Professeur Sylvain Terver, Professeur émérite, CHU Clermont-Ferrand*

## **Nouveaux alliages de titane biocompatibles : tendances et perspectives**

*Thierry Gloriant, directeur, laboratoire Chimie-Métallurgie UMR CNRS 6226 SCR, INSA de Rennes*

## **Dernières évolutions des DLC, une réalité pour les implants ?**

*Yvan Corre, directeur de Bodycote-Nitruvid, Fraisses*

## **Céramiques en orthopédie : les leçons de l'histoire et les perspectives**

*Jérôme Chevalier, professeur, Laboratoire Matéis, INSA Lyon*

## **Aspects généraux de la tribocorrosion, application aux prothèses orthopédiques**

*Vincent Vignal, chargé de recherche CNRS, Institut Carnot de Bourgogne, Dijon*

## **Influence des protéines et de l'environnement chimique sur la tribocorrosion d'alliages biomédicaux.**

*Docteur Stéfano Mischler, adjoint scientifique, chargé de cours, École Polytechnique Fédérale de Lausanne (Suisse)*

## **Fretting corrosion de matériaux utilisés comme implants orthopédiques**

*Jean Geringer, maitre assistant, ENSMSE, Saint-Étienne*

## **Apport de la simulation numérique dans la conception des implants orthopédiques**

*Waffa Skalli, directrice du LBM-ENSAM-CNRS UMR 8005, Paris*

## **Conception des implants articulaires : interactions entre simulations numériques et expérimentales**

*Yves Berthier, INSA, Lyon, Laurent Baillet, Université Joseph Fourier, Grenoble, Ana-Maria Starghiu, INSA, Lyon*

## **Simulation de l'effet à long terme des prothèses sur l'os : revue des techniques et validations cliniques**

*Patrick RAUGEL, Senior Engineer, Stryker Orthopaedics, Mahwah, New-Jersey, (USA)*

## Programme

### Matinée

**8 h 15 - Accueil des participants,**

**Sous la présidence de Claude Pinault,**  
*directeur Adjoint du Réseau Sud-Est OSEO, Lyon*

**9 h 00 - Innovation, l'homme au centre du management des risques projet**

*Nicolas Vervliet, responsable pédagogique du MS Management de la Qualité, Laboratoire Conception de Produits et Innovation, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers Centre de Paris*

**La gestion des risques : une affaire de méthode !  
Présentation de la norme ISO 14971**

*Hubert Bazin, consultant, Sainte Foy-les-Lyon*

**Éléments pratiques pour la gestion des risques des dispositifs médicaux**

*Jacques Riout, responsable projets de sûreté de fonctionnement, pôle Ingénierie Conception Innovation Cetim, Senlis*

**Gestion des risques vus sur le plan juridique**

*Béatrice Espesson-Vergeat, avocat, maître de conférences HDR, Saint-Étienne*

**Marché du médical : pour maîtriser les risques, un sous-traitant doit connaître ses marchés**

*Jérôme Arthus-Bertrand, vice-président de Supermétal, Sallanches*

**Synthèse de la matinée**

*Gilles Rouchouse, chargé de profession dispositifs médicaux, Cetim, Saint-Étienne*

**12 h 45 - Déjeuner**

### Après-midi

**« Des pierres pour construire l'innovation »**

**Sous la présidence de Philippe Barq,**  
*directeur du département « Maîtrise des Matériaux » de ARDI*

**• Miniaturisation**

**14 h 00 - Mécatronique et médical :  
risque de rejet ... ou symbiose absolue**

*André Montaud, directeur Thésame, Annecy*

**Mise au point de microsystèmes et de dispositifs  
minimalement invasifs : la démarche de Clinatex**  
*François Berger, PU-PH, Institut des neurosciences, Grenoble*

**• Process/Produit**

**Approche design dans la conception d'un produit médical**  
*Joseph Mazoyer, p.-d.g., DO Med, Lyon*

**Possibilités, avantages et limitations des procédés  
d'injection de poudres pour le secteur biomédical**

*Jean-Claude Bihl, directeur général, Alliance, St. Vit*

**La technologie Graftfast, vers des surfaces biocompatibles**

*Sébastien Roussel, CEO, Pegas-Tech, Saclay*

*Thomas Berthelot, expert, CEA, Saclay*

**Traitement plasma atmosphérique :  
applications et perspectives dans le biomédical**

*Stéphane Gruber, directeur commercial, Plasmatrete SAS, Courtaboeuf*

**Synthèse générale et clôture de la journée**

**17 h 30 - Rafrichissements**

## PREAMBULE

Le présent bulletin rassemble le contenu de deux journées techniques organisées par le CEM, la première avec le soutien de la SF2M, la deuxième en collaboration avec le Département Maîtrise des Matériaux de l'ARDI Rhône Alpes et le soutien de l'Association Française de l'Hydrogène, ainsi que des Pôles de Compétitivité TENERDIS et VIAMECA. Ces deux journées se sont déroulées à l'Ecole des Mines de Saint Etienne, respectivement le 28 avril et le 18 novembre 2009.

La **première journée** a été consacrée au problème de la *propreté inclusionnaire des matériaux métalliques* avec plusieurs thèmes :

- l'incidence des inclusions sur les propriétés mécaniques et les risques de corrosion aussi bien en milieu aqueux que gazeux,
- la réduction des inclusions obtenue notamment grâce aux progrès des méthodes de modélisation
- l'identification des inclusions les plus nocives par essai non destructif (contrôle US adapté) et essai de fatigue gigacyclique.

La **deuxième journée** a été consacrée aux *problématiques matériaux provoquées par le transport et le stockage de l'hydrogène* avec quatre thèmes :

- les enjeux nationaux et internationaux d'une production massive d'hydrogène propre,
- le stockage et le transport de l'hydrogène gazeux en conteneurs métalliques (les aciers)
- le stockage de l'hydrogène dans des conteneurs en matériaux composites,
- le stockage de l'hydrogène sous forme solide avec les hydrures haute et basse température.

## AVANT PROPOS

Cette journée a rassemblé une cinquantaine de personnes dont la moitié constituée par des représentants du monde industriel et l'autre moitié par des représentants des centres techniques (CTIF, CEA, LCPC), des centres universitaires et des institutionnels.

Après une introduction générale sur l'origine et l'influence des inclusions sur les propriétés de mise en œuvre et d'emploi des matériaux métalliques, a été exposé l'état d'avancement d'un projet soutenu par l'ANR sur 4 ans (2007-2011) relatif à la prédiction du comportement en poche du métal liquide lors des opérations de métallurgie secondaire. Ce projet piloté par l'Ecole des Mines de Nancy, associe plusieurs équipes appartenant à différents laboratoires (centre SPIN de l'Ecole des Mines de Saint Etienne, LGPM de l'Ecole Centrale de Paris) et aux centres de recherches des sociétés suivantes : ArcelorMittal, Ascometal et Aubert et Duval. Ce travail a pour finalité la simulation du comportement inclusionnaire avec les phénomènes de flottation, d'agglomération et de sédimentation, en s'appuyant sur une dynamique de fluide approchée au moyen d'un alliage modèle à bas point de fusion et dont les caractéristiques rhéologiques sont voisines de celles de l'acier liquide (alliage de Wood à base de Bi). Il doit se poursuivre avec l'étude des processus de germination et de croissance en liaison avec les interactions métal laitier et la validation finale sur poche industrielle (Ascometal).

Une comparaison de la propreté inclusionnaire entre les procédés de calmage Al et Si a été faite sur barreaux et tubes forgés en acier 100Cr6 issu de coulées continues verticale et courbe. Les résultats de contrôle US 25 MHz sur les deux types de produits ne font pas apparaître de différences significatives entre les niveaux de propreté du métal produit par les deux voies de calmage, même si la nature des inclusions est très différente. Ces résultats sont confirmés par les observations métallographiques et les essais de fatigue butée. Le calmage Si, qui présente l'avantage d'éviter la précipitation nocive de TiCN ( $\text{TiO}_2$  n'étant pas réductible par Si) est donc la solution adoptée par Vallourec dans ses trois usines productrices de 100Cr6.

Le problème de la propreté inclusionnaire des alliages de titane a été abordé par Timet au moyen de cas concrets de rupture de pièces de réacteurs par fatigue ayant conduit à des accidents spectaculaires. Ces cas concrets ont déclenché une opération JETQC (Jet Engine Titanium Quality Committee) qui a permis de réduire par 10 la quantité d'inclusions en une décennie (1990-2000). Les inclusions nocives dans les alliages de titane sont de deux types, les unes sont dures et anguleuses (essentiellement des nitrures), les autres ont une forte densité (W, Mo). Ces dernières sont issues de la filière recyclage qui peut représenter jusqu'à 70% du tonnage produit. L'élaboration se fait sous vide, par fusion à l'arc, torche plasma et/ou faisceau d'électrons. Cette dernière technique souvent utilisée en complément de la fusion à l'arc permet de réduire sensiblement la quantité d'inclusions en éliminant sur lit de fusion par densité les inclusions les plus lourdes et par fragmentation les inclusions les plus dures.

L'influence des inclusions sur les différents mécanismes de corrosion aqueuse et de fissuration a été abordée au moyen de nombreux exemples empruntés à différents domaines de l'industrie (chimie, production d'énergie, biomédical...). Les espèces soufrées sont dans l'ensemble très nocives, aussi bien pour la corrosion atmosphérique que pour la corrosion localisée ou la corrosion sous contrainte. Elles constituent un facteur du premier ordre pour la corrosion localisée en contribuant par dissolution sélective à l'acidification du milieu environnant. Les inclusions plus nobles que la matrice contribuent par effet galvanique à une dissolution du métal environnant, puis à la formation de crevasses par acidification du milieu confiné. Une

bonne maîtrise du décapage et de la passivation permet de réduire dans le cas des aciers inoxydables l'influence néfaste des espèces soufrées par dissolution des inclusions les plus superficielles.

Des indications récentes sur le comportement des aciers au C-Mn en milieu aqueux contenant H<sub>2</sub>S ont été fournies par Industeel. L'amorçage des fissures se fait sur les inclusions de sulfures et d'oxydes, ainsi que sur les interfaces ferrite perlite, les veines ségréguées avec alignements de MnS sont extrêmement défavorables ; le phosphore entraîne une augmentation de la vitesse de propagation des fissures. Les conditions optimales pour l'emploi de ces aciers en milieu gaz acide sont les suivantes : structure trempée revenue avec P<0,008%, S<20 ppm et O<15 ppm, C équivalent compris entre 0,38 et 0,45, pas de microalliage avec V ou Nb pour des problèmes de soudabilité.

Les méthodes de détection et de caractérisation des inclusions ont été décrites par Vallourec pour l'application à l'industrie du tube sans soudure. Les micro inclusions de taille inférieure à 10 µm sont identifiées par analyse d'image et regroupées selon les règles de l'ASTM E45D. Les meso inclusions de taille comprise entre 10 et 100 µm sont évaluées soit par analyse d'image avec établissement d'une distribution en taille, soit par US 80 MHz en collaboration avec le centre de recherches d'Ascometal. Les macro inclusions de taille supérieure à 100 µm sont évaluées par contrôle US 25 et 15 MHz. Ces dernières sont réparties d'une manière homogène dans les produits issus de coulée continue verticale, et plutôt en intrados dans les produits issus de coulée continue courbe.

La contribution de l'essai de fatigue gigacyclique à l'évaluation de la propreté inclusionnaire des aciers à roulement a été abordée par A2MI. Cet essai réalisé en traction compression par ondes acoustiques 20 MHz amplifiées au moyen d'une sonotrode permet de réaliser 10<sup>9</sup> cycles en 14 h. La maîtrise de l'échauffement naturel du corps de l'éprouvette a permis de montrer que les seules inclusions de taille mesoscopique sont responsables des phénomènes de rupture par fatigue. L'analyse sur 7 coulées a permis de montrer une bonne corrélation entre les résultats d'essais de fatigue et la distribution en taille des inclusions. A noter enfin autour des inclusions ayant servi d'amorce à la rupture la présence d'une zone plus sombre dont l'origine pourrait être attribuée à une diffusion de l'hydrogène initialement piégé dans les dislocations ou à une concentration de contraintes résiduelles.

## AVANT PROPOS

Cette journée thématique sur les matériaux pour le transport et le stockage de l'hydrogène a rassemblé 70 personnes dont 46% d'industriels, 32% de représentants de centres techniques et de l'université, le reste étant constitué par des institutionnels. Trois domaines ont été abordés :

- la mise en place de la plate forme hydrogène et les enjeux d'une production d'hydrogène massive respectueuse de l'environnement,
- le stockage de l'hydrogène sous forme gazeuse et le comportement des matériaux métalliques (typiquement les aciers) ainsi que des composites en présence d'hydrogène sous pression,
- le stockage d'hydrogène sous forme solide avec les hydrures.

Deux communications ont permis d'introduire les raisons de la filière hydrogène. La plate forme hydrogène HyPac mise en place par l'ADEME avec l'Association Française de l'Hydrogène (AFH2) est une structure ouverte à tous les acteurs (actuellement une cinquantaine) dans le but d'accélérer le développement de la filière hydrogène et des piles à combustible. Il est en effet nécessaire de produire de l'hydrogène « propre » en quantité massive (actuellement la production d'une tonne d'hydrogène rejette dix tonnes de CO<sub>2</sub>) en substituant aux procédés conventionnels des procédés assistés par le nucléaire dans les domaines de l'électrolyse et de la pétrochimie. Des équipements d'électrolyse alcaline à basse température de 3MW fonctionnent dès aujourd'hui avec une montée en puissance dans le futur proche. On peut envisager à l'horizon 2015/2020 une raffinerie tout électrique, mais deux défis doivent être surmontés pour assurer une production massive, l'électrolyse haute température et le choix du réacteur correspondant dans la proposition de nouvelles générations. Cette nouvelle voie de production d'hydrogène deviendra économiquement viable dès lors que le prix du pétrole se stabilisera durablement à un prix élevé (>130 US\$ le baril)

Le stockage de l'hydrogène gazeux dans des conteneurs en acier a fait l'objet de cinq communications toutes centrées sur les problèmes de fragilisation et de mise en place d'essais de simulation destinés à reproduire les processus d'endommagement. Il a été montré qu'en présence d'hydrogène gazeux la sensibilité des aciers est moindre que dans des environnements aqueux (type H<sub>2</sub>S par exemple), de telle sorte qu'il apparaît possible d'utiliser des aciers trempés revenus à haute limite d'élasticité. La mise en évidence de la fragilisation par l'hydrogène gazeux nécessite des essais sous sollicitations dynamiques : essais de traction lente, essais de rupture de disque, essais de mécanique de la rupture. S'agissant des mécanismes avancés pour expliquer la fragilisation des aciers, ce sont ceux qui font appel aux interactions hydrogène plasticité qui semblent les plus pertinents. Il apparaît clairement que l'hydrogène est piégé par les défauts tels que les inclusions et les discontinuités microstructurales et qu'il y a des promoteurs d'entrée tels que les résiduels S, Se, As, les contraintes internes de soudage ou de mise en forme. Les analyses thermiques montrent qu'il y a un pic de désorption à 250°C. Les essais de rupture de disques sous pressions respectives d'hélium et d'hydrogène développés par le CEA sont maintenant normalisés (ISO 11114-4) et ont permis d'étudier l'incidence des impuretés sur la nocivité de l'hydrogène. C'est ainsi que l'élément H<sub>2</sub>S est nocif dès la centaine de ppm alors que c'est



l'inverse pour le résiduel  $O_2$ .  $H_2$  a une faible solubilité et une forte diffusivité dans les aciers de structure ferritique, comme les aciers au carbone ou au chrome molybdène couramment utilisés, alors que c'est l'inverse dans les aciers de structure austénitique comme les aciers inoxydables, mais il existe dans ces derniers un danger vers  $-100^\circ C$  en raison des transformations martensitiques induites par l'abaissement de température. Pour les aciers au carbone, la structure optimale est une martensite homogène revenue, de niveau de résistance inférieur ou égal à 1100 MPa.

Le stockage de l'hydrogène gazeux dans des conteneurs en composite a fait l'objet de deux communications. On assiste au développement des réservoirs sous pression de 700 bars de type IV avec liner polymère obtenu en une seule opération par rotomoulage et extrusion. Il y a une bonne maîtrise de la perméabilité de l'hydrogène dans ces matériaux, malgré la différence de comportement par rapport à l'acier (perméabilité multipliée par  $10^5$  et diffusion multipliée par  $10^3$ ). La diffusion de l'hydrogène dans les polymères se fait en effet sous forme moléculaire (et non atomique) entre les chaînes macromoléculaires. Les composites les plus intéressants pour assurer la tenue mécanique des réservoirs sont constitués de résine époxy renforcée par des fibres de carbone de 5 à 7  $\mu m$  de diamètre. La séquence d'empilement par enroulement filamentaire est optimisée suivant la forme du réservoir entre les états circonférenciel, polaire et hélicoïdal.

Le stockage de l'hydrogène sous forme solide par les hydrures a fait l'objet de quatre communications. L'hydrures de magnésium  $MgH_2$  est un bon candidat pour le stockage car il est abondant, bon marché, avec une densité gravimétrique élevée (7,6%), mais il nécessite des températures d'absorption / désorption de l'ordre de  $300^\circ C$ . La nanostructuration par mécanosynthèse avec des additifs spécifiques (Cr-Ti-V) a permis d'améliorer les cinétiques de réaction. Le mélange de ces poudres avec du graphite naturel expansé a permis d'obtenir un composite manipulable à l'air et de bonne conductivité thermique radiale. La conservation et la gestion de l'énergie thermique liée aux réactions d'hydruration et de déshydruration (30% du PCI de l'hydrogène) sont assurées par l'addition d'un matériau à changement de phase qui restitue l'énergie lors de la déshydruration. Le savoir faire a été transféré au niveau industriel à MacPhy Energy avec un démarrage prévu pour janvier 2010.

Les hydrures font également l'objet de travaux dans l'optique de développer des réactions d'hydruration et de déshydruration dans le domaine  $20-80^\circ C$ . Les travaux sont relatifs aux alliages de structure cubique centrée Ti-V-Cr Ti-V-Mn de capacité massique 2,5% dont la réactivité est améliorée par l'ajout de phases activantes Zr-Ni. D'autres matériaux à base d'éléments légers dans le système Mg-Ca-Ni sont également à l'étude avec une alternative au point de vue fabrication industrielle à la mécanosynthèse, la fusion par induction. Il y a un développement potentiel de ces matériaux dans une chaîne hydrogène sur engins lourds, sous marins, ainsi que dans l'industrie automobile et la valorisation des énergies renouvelables.