HAL open science

Nanoindentation et analyse par éléments finis pour caractériser l'anisotropie du tissu osseux

Hélène Brockaert, Pierre-Emmanuel Mazeran, Mohamed Rachik, Marie-Christine Ho Ba Tho

To cite this version:

Hélène Brockaert, Pierre-Emmanuel Mazeran, Mohamed Rachik, Marie-Christine Ho Ba Tho. Nanoindentation et analyse par éléments finis pour caractériser l'anisotropie du tissu osseux. 9e Colloque national en calcul des structures, CSMA, May 2009, Giens, France. hal-01412109

HAL Id: hal-01412109

https://hal.science/hal-01412109v1

Submitted on 8 Dec 2016

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

Nanoindentation et analyse par éléments finis pour caractériser l'anisotropie du tissu osseux

H. Brockaert[1, 2], P.E. Mazeran[2], M. Rachik[2], M.C. Ho Ba Tho[1]

[1] Biomécanique et Bioingénierie – UTC UMR CNRS 6600
BP 20529 - 60205 Compiègne - FRANCE
{helene.brockaert, hobatho}@utc.fr

[2] Laboratoire Roberval - UTC UMR CNRS 6253
BP 20529 - 60205 Compiègne - FRANCE
{pierre-emmanuel.mazeran, mohamed.rachik}@utc.fr

Résumé – La technique de nanoindentation permet de déterminer le module d'élasticité d'un matériau isotrope en utilisant la méthode d'Oliver et Pharr. En vue d'étendre la technique aux matériaux anisotropes tel que les tissus osseux, on confronte les empreintes résiduelles expérimentales et celles issues d'un modèle d'éléments finis. Les investigations menées montrent que les empreintes résiduelles obtenues par simulation numérique sont similaires à celles obtenues expérimentalement. Ceci permet d'envisager de déterminer l'anisotropie d'un matériau en utilisant la technique de nanoindentation.

Mots clés – os, nanoindentation, anisotropie, éléments finis.

1 Introduction

La connaissance des propriétés mécaniques du tissu osseux à différentes échelles est importante pour comprendre la relation entre son comportement mécanique et sa structure. Néanmoins, peu de techniques existent à l'échelle microscopique. Depuis une dizaine d'années, les propriétés mécaniques de l'os sont étudiées par nanoindentation [1-6] en utilisant la méthode d'Oliver et Pharr [7]. Or celle-ci est adaptée aux matériaux isotropes ce qui n'est pas le cas du tissu osseux. Ceci pose la question de pertinence des valeurs du module de Young obtenues à l'aide de cette technique pour décrire leur comportement mécanique.

Quelques études [8, 9] considèrent le module obtenu par nanoindentation comme le résultat de la combinaison des modules dans différentes directions. Elles proposent ainsi des corrections s'appuyant sur la forme théorique de l'empreinte réalisée avec une pointe conique. D'autres études comme celle de Biocciarelli et al. [10] proposent une méthode d'identification par confrontation des courbes d'indentation et celles obtenues par éléments finis.

L'objectif de ce papier est de caractériser l'influence du comportement anisotrope de l'os à l'échelle macroscopique sur les mesures effectuées à l'échelle microscopique. La comparaison entre la géométrie de l'empreinte résiduelle expérimentale et celle obtenue par simulation numérique permettra de valider cette approche.

2 Matériels et méthodes

2.1 Expérimentation

2.1.1 Les échantillons

L'expérimentation est réalisée sur deux matériaux : le PMMA et l'os humain. Le PMMA a été choisi comme matériau de référence en raison de ses propriétés élastiques isotropes. L'os, qui est anisotrope, provient du fémur d'un homme âgé de 70 ans. L'échantillon osseux est un parallélépipède de 5 x 4 x 4 mm de côté. Il a été poli aux papiers de verre puis aux grains d'alumine.

2.1.2 Nanoindentation

Les tests sont effectués à température ambiante jusqu'à une profondeur de 3 µm avec un nanoindenteur XP (MTS System, Etats Unis), par la technique « Continuous Stiffness Measurement ». La pointe utilisée est en diamant et de forme conique dont l'angle au sommet est de 140,7° avec un rayon au sommet de 27 nm. Sur chaque échantillon, 49 indentations (matrice de 7*7) sont réalisées. Pour l'os, l'indentation est faite selon l'axe longitudinal (Axe 3, Figure 1).

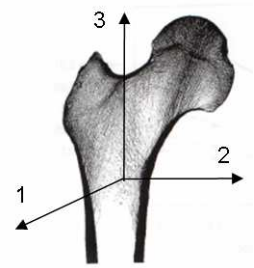


Figure 1 – Orientation du fémur

(1: axe radial; 2: axe tangentiel; 3: axe longitudinal)

2.1.3 Analyse des empreintes

Sur les indentations réalisées, 10 empreintes pour le PMMA et cinq pour l'os ont été choisies réparties uniformément dans la matrice en évitant celles observées au MEB environnemental [11].

Pour chaque empreinte, une image topographique est acquise à l'aide d'un microscope à force atomique (Dimension 3100, Veeco instruments) en mode « tapping ». Les dimensions des images sont de 50*50 µm et 80*80 µm pour le PMMA et l'os respectivement avec une définition de 512*512 pixels.

Pour chaque image, l'empreinte est extraite et reconstruite sous Matlab afin de calculer la différence entre la géométrie de l'empreinte à la fin du chargement, considérée équivalente à celle de la pointe, et sa géométrie après déchargement. On accède ainsi au retour élastique du matériau (Δz).

2.2 Modélisation par éléments finis

Un modèle a été créé pour simuler l'essai de nanoindentation avec une pointe conique en utilisant Abaqus/Standard version 6.6-2. La zone affectée par l'indentation est représentée par un cylindre de 200 µm de diamètre et de 100 µm de long (Figure 2) et est discrétisée à l'aide de 30570 éléments hexaédriques et 32052 noeuds. La pointe est un corps rigide contrôlé en déplacement jusqu'à 3 µm. Le contact entre la pointe et l'échantillon est défini par la méthode de pénalité sans frottement. Pour le comportement de l'os, les propriétés élastiques

correspondent aux données obtenues par ultrasons c'est-à-dire E_1=11,6 GPa, E_2=12,2 GPa et E_3=19,9 GPa [12]. Pour le PMMA, le module de Young est fixé à 3300 MPa. L'hypothèse d'un comportement plastique parfait est retenue pour les deux matériaux avec σ_e=150 MPa pour l'os et σ_e=74,5 MPa pour le PMMA.

La simulation numérique est effectuée pour les deux cas réalisés expérimentalement soit indentation de l'os selon l'axe longitudinal et indentation du PMMA.

L'exploitation aura lieu dans un premier temps au niveau de l'ensemble de l'échantillon et dans un deuxième temps au niveau de l'empreinte résiduelle.

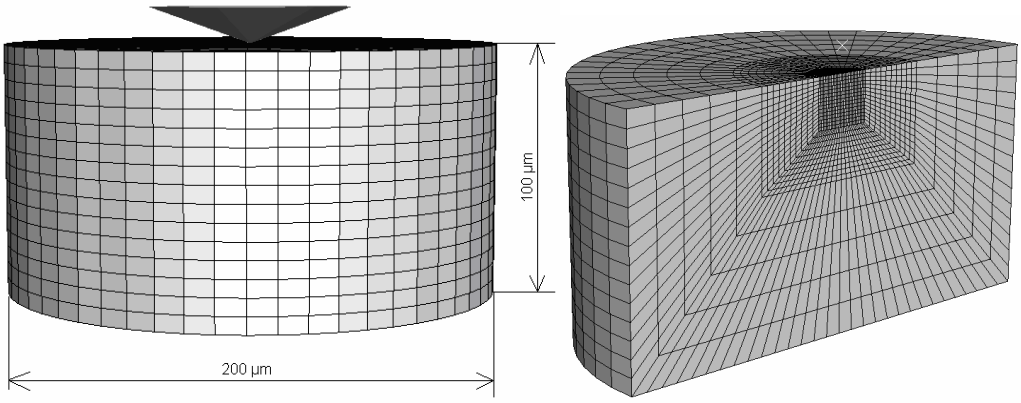


Figure 2 – Modèle éléments finis de l'essai d'indentation

3 Résultats et discussion

3.1 Expérimentation

Les empreintes expérimentales montrent que la nanoindentation est sensible à l'anisotropie du matériau (Figure 3). En effet, les résultats expérimentaux montrent que pour le PMMA la forme de l'empreinte est quasiment isotrope alors qu'elle est anisotrope pour l'os. De plus, pour l'os, l'empreinte présente une forme géométrique particulière composée de 4 lobes (Figure 4).

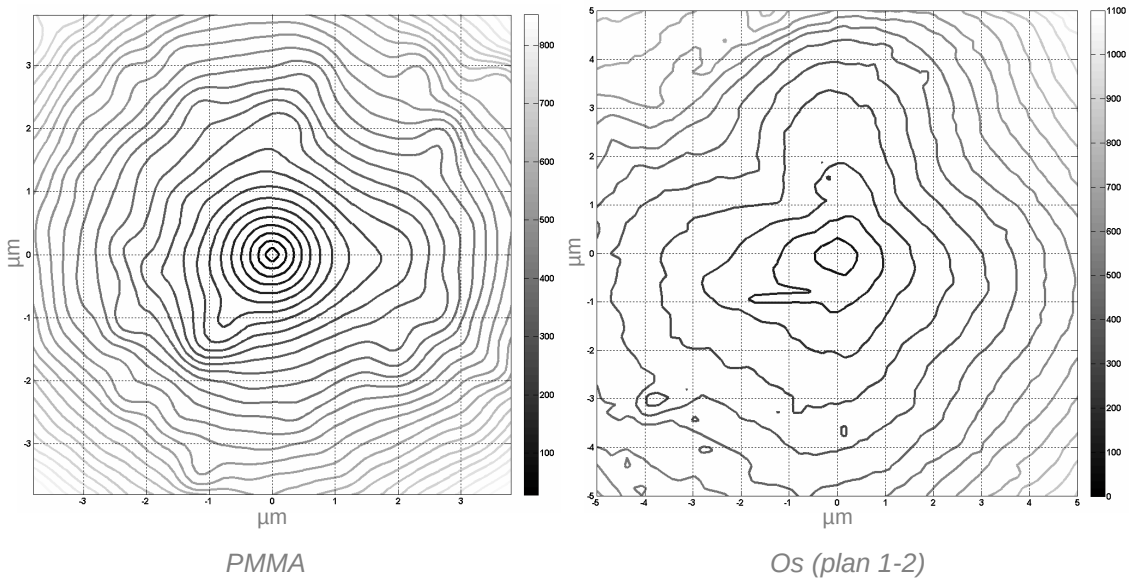


Figure 3 – Retours élastiques expérimentaux représentatifs (en nm)

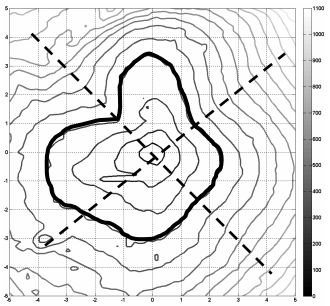
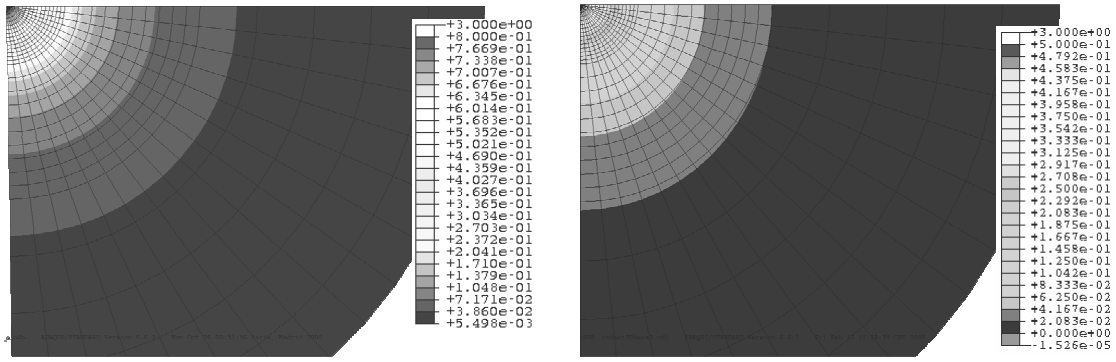


Figure 4 – Forme composée de 4 lobes

3.2 Modélisation

3.2.1 Analyse de l'ensemble de l'échantillon

Le reflet de l'anisotropie dans les empreintes de nanoindentation est confirmé par la simulation numérique puisque les iso valeurs du retour élastique Δz du PMMA sont circulaires alors que celles de l'os sont elliptiques.



PMMA *Os (plan 1-2)*

Figure 5 – Retours élastiques numériques

3.2.2 Analyse de l'empreinte résiduelle

Les retours élastiques numériques pour le PMMA et l'os (plan 1-2) sont montrés respectivement Figure 6 et

Figure 7. Ces résultats sont donc comparables à la Figure 3.

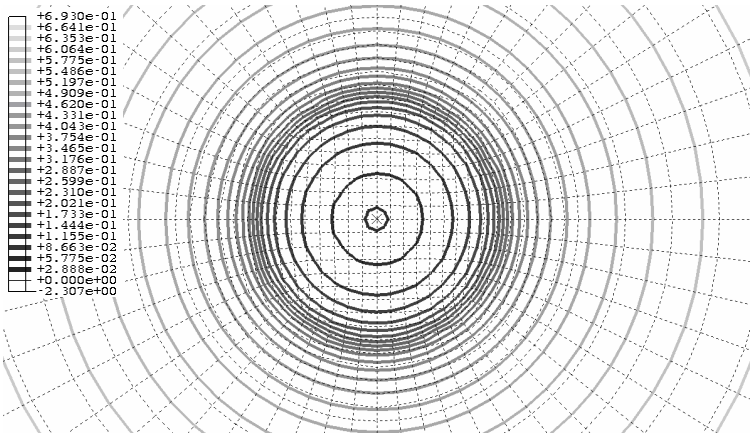


Figure 6 – Retour élastique obtenu numériquement pour le PMMA

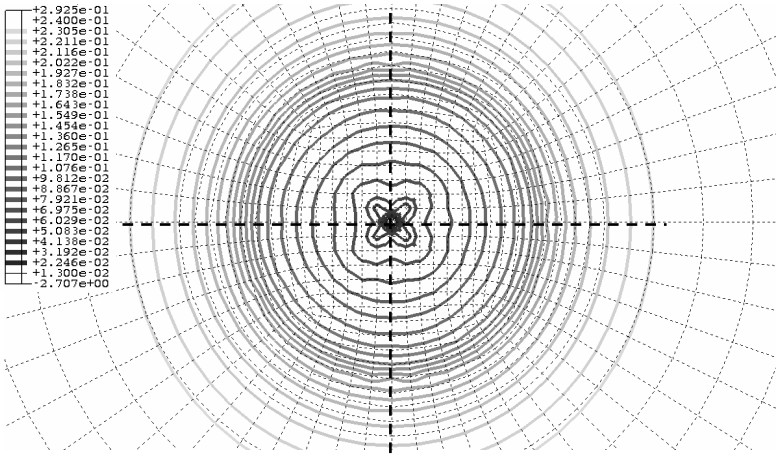


Figure 7 – Retour élastique obtenu numériquement pour le plan 1-2 de l'os

Cependant, les retours élastiques Δz expérimentaux ne coïncident pas parfaitement avec les résultats numériques. Cela s'explique facilement par le fait de l'hétérogénéité de l'os à l'échelle microscopique, comme illustrée sur la Figure 8, influence les résultats expérimentaux. Or, dans le modèle numérique, le matériau est considéré homogène. De plus, l'expérimentation n'est pas sans défauts. En effet, les défauts d'alignement entre l'axe de l'indenteur et l'axe d'anisotropie du matériau et d'autre part le défaut de perpendicularité entre l'axe de l'indenteur et la surface sont également à considérer.

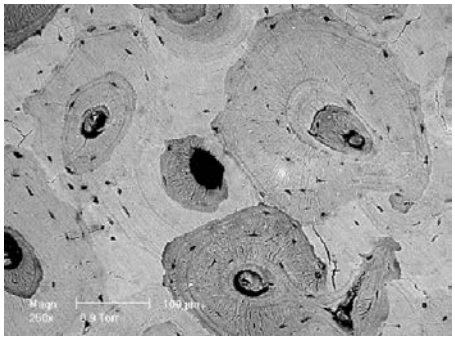


Figure 8 – Image MEB environnemental de la coupe transversale de l'échantillon osseux démontrant les hétérogénéités à l'échelle de la microstructure

4 Conclusion

L'empreinte résiduelle de nanoindentation est sensible à l'anisotropie du matériau. Ainsi, l'analyse des empreintes résiduelles peut donc permettre l'identification des propriétés de l'os à l'échelle de la lamelle. Néanmoins, il est important de quantifier l'influence de tous les paramètres tels que l'orientation des propriétés avant de pouvoir identifier les propriétés.

Références

[1] J.Y. Rho, T.Y. Tsui, G.M. Pharr. Elastic properties of human cortical and trabecular lamellar bone measured by nanoindentation. *Biomaterials*, Vol.18 (20), p.1325-1330, 1997.

[2] Z. Fan, J.G. Swadener, J.Y. Rho, M.E. Roy, G.M. Pharr. Anisotropic properties of human tibial cortical bone as measured by nanoindentation. *Journal of Orthopaedic Research*, Vol.20 (4), p. 806-810, 2002.

[3] P.K. Zysset, X.E. Guo, C.E. Hoffler, K.E. Moore, S.A. Goldstein. Elastic modulus and hardness of cortical and trabecular bone lamellae measured by nanoindentation in the human femur. *Journal of Biomechanics*, Vol.32 (10), p. 1005-1012, 1999.

[4] S. Hengsberger, A. Kulik, P. Zysset, Nanoindentation discriminates the elastic properties of individual human bone lamellae under dry and physiological conditions. *Bone*, Vol.30 (1), p.178-184, 2002.

[5] M. Vanleene, P.E. Mazeran, M.C. Ho Ba Tho, Influence of strain rate on the mechanical behavior of cortical bone interstitial lamellae at the micrometer scale. *Journal of Materials Research*, Vol.21 (8), p.2093-2097, 2006.

[6] S.F. Bensamoun, Z. Fan, B. Ilharreborde, J.Y. Rho, M.C. Ho Ba Tho, Assessment of mechanical properties of human osteon lamellae exhibiting various degrees of mineralization by nanoindentation. *Journal Muscoskeletal Research*, Vol.11 (3), p.1-3, 2008.

[7] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments. *Journal of Materials Research*, Vol.7, p. 1564-1583, 1992.

[8] J. Swadener, G. Pharr, Indentation of elastically anisotropic half-spaces by cones and parabolas of revolution, *Philosophical Magazine*, Vol. 8, p. 1447-1466, 2001.

[9] J.J. Vlassak, M. Ciavarella, J.R. Barber, X. Wang, The indentation modulus of elastically anisotropic materials for indenters of arbitrary shape. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 51(9), p.1701-1721, 2003.

[10] M. Bocciarelli, G. Bolzon, G. Maier, Parameter identification in anisotropic elastoplasticity by indentation and imprint mapping. *Mechanics of Materials*, p.855- 868, 2005.

[11] H. Brockaert, P.E. Mazeran, M. Rachik, M.C. Ho Ba Tho. Can the nanoindentation be used to characterize the bone mechanical properties? 8th International Symposium on Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering, CMBBE, Porto, Portugal, February, 2008 (Oral)

[12] M.C. Ho Ba Tho, J.Y. Rho, R.B. Ashman, Atlas of mechanical properties of human cortical and cancellous bone. In: Van der Perre, G., Lowet, G., Borgwardt, A. (Eds.), *In Vivo Assessment of Bone quality by Vibration and Wave Propagation Techniques. Part II*. ACCO Publishing Leuven, p.7-32, 1991.