



## Nanoindentation applied to the study of biomaterials

La nanoindentation appliquée à l'étude des biomatériaux

**Samir HABIBI<sup>a,b,\*</sup>, Noureddine MAHMOUDI<sup>b</sup>, Abdenour ZAIM<sup>a</sup>, Mohammed Mokhtar BOUZIANE<sup>a</sup>**

<sup>a</sup> *Département de génie mécanique, Faculté des sciences et Technologie, Université Mustapha Stambouli, 29000 Mascara*

<sup>b</sup> *Laboratoire de Génie Industriel et du Développement Durable, Centre Universitaire Ahmed Zabana, 48000 Relizane*

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 12 May 18

Received in revised form 18 June 18

Accepted 01 July 18

#### Keywords:

Nanoindentation; biomaterial;  
 microstructure; characterize; Young's  
 modulus; hardness

#### Mots clés:

Nanoindentation; biomatériau;  
 microstructure; caractériser; module  
 de Young; dureté

### ABSTRACT

A biomaterial is a material used and adapted for medical applications. In order to extend the life of the human body, the biomaterial is the alternative most considered by doctors. Metals used as biomaterials have high yield strengths and tensile strengths. In order to characterize the mechanical properties of biomaterials, such as Young's modulus, hardness, contact stiffness, nanoindentation tests have been conducted. In the field of biomechanics, this new non-destructive technique tends to miniaturize specimens experimentally tested, at very small sizes, and reach penetration depths in the impression residual induced by the indentation force, at the nanometer scale. The hardness scale factor values are compatible with absolute hardness. This means that the density of dislocations participates in the deformation process; hence the plastic deformation capacity is dependent on the microstructure.

### RÉSUMÉ

Un biomatériau est un matériau utilisé et adapté pour les applications médicales. Dans l'objectif d'allonger la durée de vie du corps humain, le biomatériau est l'alternative la plus envisagée par les médecins. Les métaux utilisés comme biomatériaux ont des limites d'élasticité et des résistances à la rupture élevées. Afin de caractériser les propriétés mécaniques des biomatériaux, tels que le module de Young, la dureté, la raideur de contact, des essais par nanoindentation ont été menés. Dans le domaine de la biomécanique, cette nouvelle technique non destructive à tendance à miniaturiser les spécimens testés expérimentalement, à des tailles très réduites, et atteindre des profondeurs de pénétration dans l'empreinte résiduelle provoquée par la force d'indentation, à l'échelle du nanomètre. Les valeurs du facteur d'échelle en dureté, sont compatibles avec les duretés absolues. Ceci signifie que la densité de dislocations participe au processus de déformation, d'où la capacité de déformation plastique serait dépendante de la microstructure.

\* *Corresponding author. Tel.: +213771693309.*

E-mail address: [habibismr@yahoo.com.x](mailto:habibismr@yahoo.com.x)

## 1 Introduction

La science des biomatériaux est un domaine de la Science des matériaux qui repose sur la relation entre les propriétés, la morphologie structurale et la mise en œuvre des matériaux qui constituent les différents objets. Elle est au cœur des grandes révolutions techniques. Particulièrement depuis un siècle: mécanique, énergétique, énergies renouvelables, nanosciences, nanotechnologies,...etc [1,2]. Le cuivre et ses alliages (laiton, bronze, cupro-aluminium, etc.) ont la propriété naturelle d'éliminer les germes. En quelques minutes, une surface en cuivre peut éradiquer 90 à 100 % des bactéries, y compris les plus résistantes (E. Coli, listeria, staphylocoques dorés, etc.). Il faut rappeler que la transmission par contact est à l'origine de 80 % des cas d'infections. Mettre à profit cette propriété dans la lutte contre les maladies nosocomiales est le défi que se sont lancés les industriels qui fabriquent aujourd'hui les produits labellisés Antimicrobial Copper. Il faut pour cela être en mesure d'une expérience menée aux USA par le Dr M. G. Schmidt [3] dans trois hôpitaux où les éléments fréquemment touchés dans les services de soins intensifs comme les barres de lit, les plateaux des tables roulantes, les boutons d'appels et les pieds à perfusion ont été remplacés par des équivalents en cuivre antibactérien. Un progrès important quand on sait que les maladies nosocomiales tuent chaque année en France 4000 personnes, pratiquement autant que les accidents de la route. La caractérisation mécanique confère aux scientifiques et aux industriels la possibilité d'élaborer des matériaux aux propriétés et aux performances voulues. D'où, on peut, augmenter la dureté d'un métal et ainsi accroître sa résistance à l'usure tout en conservant une bonne malléabilité. Cette caractérisation nécessite la maîtrise de l'essai d'indentation utilisé pour déterminer les propriétés mécaniques locales des matériaux examinés [4,5]. La méthode la plus exploitée pour déterminer le module d'élasticité et la dureté par nanoindentation a été proposée par Oliver et Pharr [6]. L'objectif de cet article est l'étude comparative des propriétés mécaniques de trois biomatériaux métalliques par nanoindentation.

## 2 Échantillon et protocole expérimental

Les essais expérimentaux d'indentation ont été réalisés sur des films de trois matériaux déposés sur des lames de verre et qui sont respectivement: le Bronze, le Laiton et le Cuivre, à l'aide d'un nanoindenteur instrumenté MHT S/N: 02-0107. Pour chaque échantillon, au moins 24 essais ont été réalisés dans l'intervalle de charge [20-3000] mN. La charge et décharge d'indentation sont appliquées avec un indenteur Vickers à une vitesse de 40 mN/s. Dans un essai d'indentation instrumentée, la pointe en diamant est enfoncée à la surface de l'échantillon jusqu'à une valeur de charge maximale donnée comme en indentation conventionnelle. On enregistre simultanément la charge ainsi que le déplacement de l'indenteur [7-10] comme le montre la Fig. 1. Cette figure est intéressante car elle visualise en des endroits clés la position de l'indenteur dans le matériau selon la méthode d'Oliver et Pharr [11].

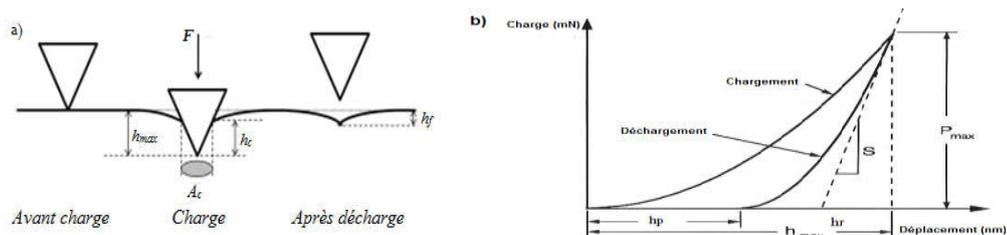


Fig. 1 – Illustration schématique a) la position de l'indenteur dans le matériau [12] b) courbe caractéristique typique [13].

## 3 Aspect théorique

### 3.1 Estimation des modules du Young des biomatériaux

Elle prévoit que la pente au début du déchargement peut s'écrire en fonction de l'aire de contact et le module réduit sous la forme [6]:

$$S_u = \left( \frac{dP}{dh} \right)_{h=h_{\max}} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_R \sqrt{A_{cp}} \quad (1)$$

où  $S_u$  est la rigidité de contact entre l'indenteur et le matériau lors du déchargement, mesuré au maximum de la pénétration,  $h_{\max} \cdot A_{cp}$  est l'aire de contact projetée et  $E_R$  est le module d'élasticité réduit.

Le module d'élasticité réduit tient compte des propriétés élastiques de l'indenteur, donc du diamant ou du carbure de chrome selon le cas. La relation qui donne le module réduit et qui permet d'obtenir le module d'élasticité du matériau est la suivante :

$$\frac{1}{E_R} = \frac{(1-\nu_m^2)}{E_m} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad (2)$$

où les indices i et m font référence aux caractéristiques de l'indenteur et du matériau.

Dans ces conditions, le module d'élasticité du matériau se déduit des relations (1) et (2) de la manière suivante :

$$E_m = (1 - \nu_m^2) \cdot \left[ \frac{2}{\sqrt{\pi}} \frac{1}{S_u} \sqrt{A_{cp}} - \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \right]^{-1} \quad (3)$$

où  $E_i$  et  $E$  sont respectivement les modules de Young de la pointe d'indentation et du matériau, tandis que  $\nu_i$  et  $\nu$  sont leurs coefficients de Poisson.

Le module élastique du matériau est ensuite déduit du module réduit en tenant compte des propriétés élastiques du diamant constituant l'indenteur.

Donc, à partir des pentes expérimentales comme celle montrée sur la figure 2, il est possible de calculer le module d'élasticité du matériau.

### 3.2 Estimation des duretés des biomatériaux

La dureté calculée selon la méthode d'Oliver et Pharr : est aussi appelée dureté de contact, tient compte des déformations de l'empreinte car elle se calcule avec la profondeur de contact. La relation qui permet de calculer cette dureté tient compte de l'aire de contact projeté d'où le coefficient plus faible de 24,5 au lieu de 26,43 :

$$H_{OP} = \frac{P}{24,5 \cdot h_c^2} \quad (4)$$

Pour représenter l'effet de charge, nous utilisons la relation de Nix et Gao qui lie le carré de la dureté à l'inverse de la profondeur d'indentation. D'un point de vue général, cette relation est applicable qu'il s'agisse de la dureté Martens ou de la dureté d'Oliver et Pharr. Pour mémoire, nous rappelons la relation dans laquelle aucun indice n'est volontairement précisé :

$$\left(\frac{H}{H_0}\right)^2 = 1 + \left(\frac{h^*}{h}\right) \quad (5)$$

Il est préférable d'utiliser le facteur d'échelle en indentation qui apparaît si la relation (5) est modifiée comme suit :

$$H^2 = H_0^2 + \frac{H_0^2 \cdot h^*}{h} \quad (6)$$

### 3.3 Résultats et analyse

#### 3.3.1 Apport du modèle de Gao et Nix

Le modèle de Gao et Nix est exploité par la méthode d'Oliver et Pharr [11] pour la comparaison de ces trois biomatériaux. Les courbes relatives aux 72 essais considérés montrent une bonne reproductibilité des essais. Suite à la régression linéaire, estimée par l'équation 7 :

$$\frac{1}{S} = \alpha * \frac{1}{\sqrt{A}} \quad (7)$$

Les valeurs des coefficients caractéristiques  $\alpha$  et  $\beta$  sont montrées dans le tableau 2.

Sachant que  $\alpha$  est la pente, à savoir que  $\alpha = \frac{d\left(\frac{1}{S}\right)}{d\left(\frac{1}{\sqrt{A}}\right)}$  tels que  $\alpha$  est exprimé en (nm<sup>2</sup>/mN).

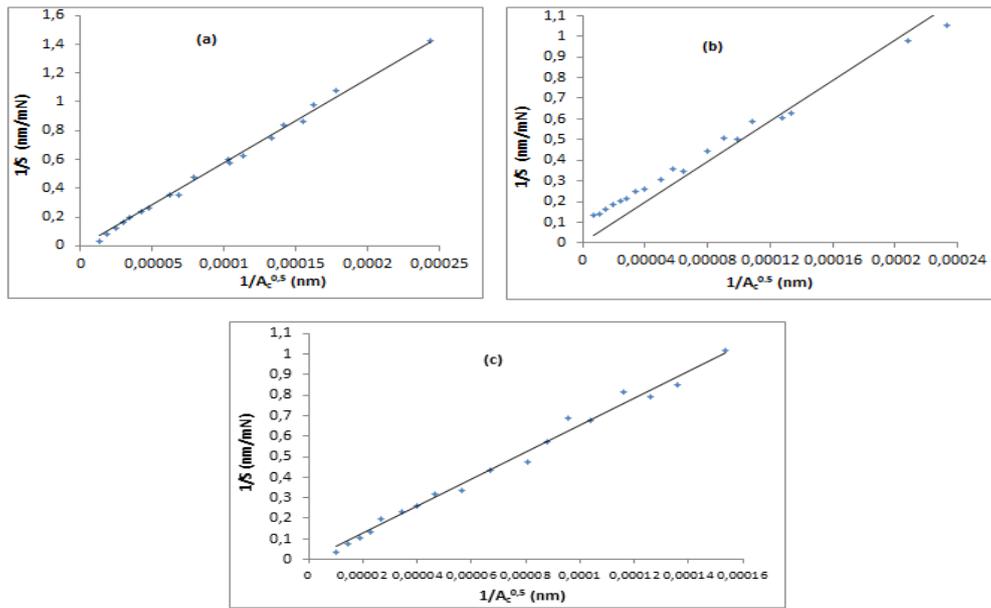


Fig. 2 – Représentation de l’inverse de la raideur de contact en fonction de l’inverse de la racine carrée de l’aire de contact pour exprimer les modules de Young (E) par nanoindentation des matériaux a) Bronze, b) Cuivre et c) Laiton.

Donc, à partir des pentes expérimentales comme celle montrée sur la figure 2, il est possible de calculer le module d’élasticité du matériau. Les valeurs trouvées pour chaque échantillon sont regroupées dans le tableau 1. Ces résultats sont intéressants, dans la mesure où on peut constater que les valeurs des modules trouvées pour chaque échantillon est logique et compatible avec la théorie. Cela confirme aussi que la méthodologie est reproductible et que l’on peut être confiant des valeurs moyennes trouvées du cuivre, bronze et laiton et qui sont respectivement 203GPa, 173GPa et 153GPa.

Table 1 - Valeurs du module d’élasticité déduites de la pente des courbes; (1/Su) vs (1/hc) pour chaque échantillon.

Référence	Matériaux	$\alpha$	R <sup>2</sup> (%)	E ou $\frac{10^6}{\alpha}$ (GPa)
a	Bronze (Cu + Sn)	5799,2	99,52 %	173
b	Cuivre (Cu)	4927	98,08 %	203
c	Laiton (Cu + Zn)	6531	99,01 %	153

3.3.2 Apport du facteur d’échelle en dureté HLSF

Le facteur d’échelle noté HLSF (Hardness Length-Scale Factor) correspond à la racine carrée de la pente, a savoir la profondeur caractéristique, qui est exprimé comme suit :

$$HLSF = H_0 \cdot \sqrt[2]{h^*} \tag{8}$$

Qui s’exprime en MPa.m<sup>1/2</sup>, cette unité étant équivalente à celle d’une ténacité.

La figure. 3 ci-dessous, relative à l’échantillon (2-(a,b,c)), montre que le modèle de Nix et Gao est parfaitement applicable à la méthode d’Oliver et Pharr [11]. Cette figure montre les modalités de calcul relatives à la dureté absolue par extrapolation à l’origine du carré de la dureté et aussi HLSF en prenant la racine carrée de la pente de ces droites.

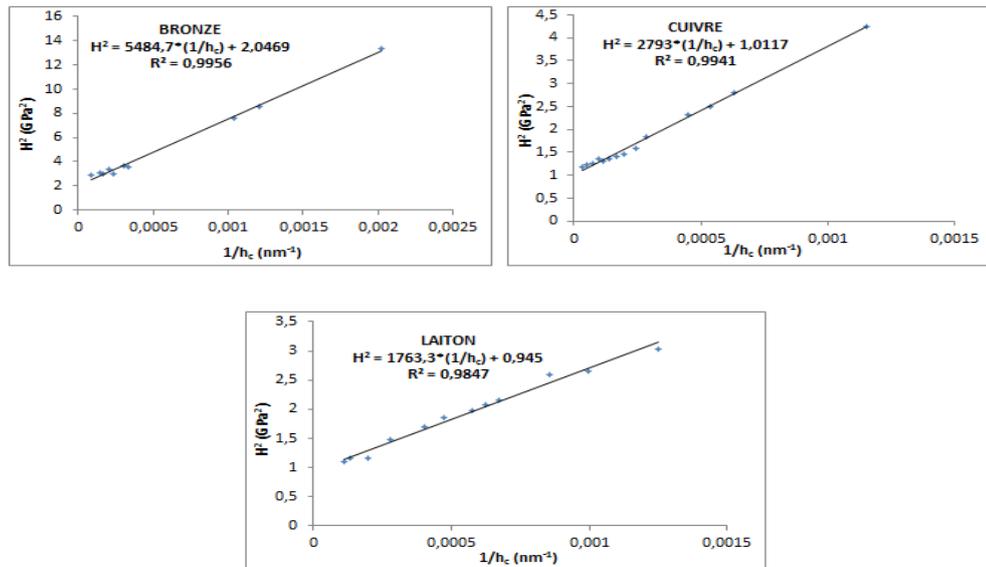


Fig. 3 – Modèle de Nix et Gao appliqué aux duretés vs l’inverse de la profondeur des matériaux Bronze, Cuivre et Laiton.

**Table 2 - Valeurs de  $H_0$ ,  $h^*$  et HLSF pour chaque échantillon testé.**

Echantillons	$H_0$ (GPa)	$h^*$ ( $\mu\text{m}$ )	HLSF (MPa.m <sup>1/2</sup> )
(a) : Bronze	1,430699	5484,7	105,904
(b) : Cuivre	1,00583	2793	53,15536
(c) : Laiton	0,9721	1763,3	40,82

Au vu des résultats indiqués dans le tableau 2, la variation de la dureté absolue semble suivre logiquement ce qui est attendu pour ces types de biomatériaux  $H_0(a) > H_0(b) > H_0(c)$ . La structure plus fine de l’échantillon semble conduire à une dureté plus élevée ce qui aurait pu être attendu du fait d’une densité plus élevée de dislocations localisées dans les joints de grains. Concernant  $h^*$  la tendance semble suivre une évolution en rapport avec le type de microstructure. Les valeurs de HLSF, sont compatibles avec les  $H_0$ . Ceci pourrait signifier que la densité de dislocations participe au processus de déformation. La capacité de déformation plastique serait donc dépendante de la microstructure. D’autre part, à partir de la valeur du HLSF, nous pouvons calculer le vecteur de Burgers,  $b$ , qui est lié au facteur d’échelle, HLSF, et au module de cisaillement,  $\mu$ , qui vaut 42 GPa, 48GPa et 42GPa pour le Bronze, le cuivre et le Laiton respectivement, par la relation :

$$\text{HLSF} = 1,14 \mu^2 \sqrt{b} \tag{9}$$

Pour chaque échantillon, les valeurs du vecteur de Burgers ont été calculées et rassemblées dans le tableau .3:

**Table 3 - Valeurs du facteur de Burgers trouvées à partir du facteur d’échelle.**

Référence	Module de cisaillement (GPa)	Vecteur de Burgers $b$ ( $\text{\AA}$ )
(a)	42	4,892
(b)	48	0,944
(c)	42	0,727

L'ordre de grandeur des valeurs des vecteurs de Burgers est cohérent et il confirme la pertinence des valeurs de dureté déduites de la méthodologie d'Oliver et Pharr.

Dans tous les cas, tout ceci ne constitue bien évidemment que des pistes de réflexion sur la conception de biomatériaux selon des exigences techniques spécifiques dans le cadre de faisabilité biomécanique.

#### 4. Conclusions

- Grace à la pertinence de l'outil de nanoindentation, la caractérisation mécanique confère aux scientifiques et aux industriels la possibilité d'élaborer et de développer des biomatériaux aux propriétés et aux performances voulues.

- Nix et Gao définissent la théorie du gradient de plasticité qui tient compte des dislocations géométriquement nécessaires pour assurer la continuité de la déformation à l'échelle locale. Leurs travaux sont très intéressants car ils permettent de bien décrire l'évolution de la dureté en fonction de la profondeur d'empreinte avec des coefficients liés à cette densité de dislocations ainsi qu'au module de cisaillement et au vecteur de Burgers du biomatériau.

- L'outil d'indentation est incontournable dans la caractérisation des biomatériaux, d'où, son expansion sans limite et son exploitation dans les différentes applications biomécanique.

- Ce domaine de la science des matériaux étant en évolution constante, il nécessite la formation continue de spécialistes ayant à la fois une grande connaissance du corps humain et de ses exigences mais aussi celle des matériaux.

#### Références

- [1] S. Habibi, N. Mahmoudi, B. Aour, L. Aminallah, B. Ould Chikh, Characterization of thermally affected steels by nanoindentation. *Recueil de mécanique*. Vol. 2 N°4 (2017) pp. 168-174.
- [2] S. Kherris, D. Zebbar, B. Mebarki, S. Mekroussi, K. Mostefa, L. Saidi, Efficiency analysis of solar chimney power plant in Tissemsilt city. *Recueil de mécanique*. Vol. 2 N°4(2017) pp. 175-180.
- [3] N. Chohan, Antimicrobial copper is the most effective antimicrobial touch surface material. *Works Manager, Instinct Hardware*, 2012. <http://www.antimicrobialcopper.com>.
- [4] S. Habibi, Statistical methods for the analysis of the characteristic curve of brass by Vickers indentation. *Mechanika*. Vol. 22 N°6 (2016) pp. 478-482.
- [5] D. Chicot, P. de Baets, M.H. Staia, E.S. Puchi-Cabrera, G. Louis, Y. Perez Delgado. Influence of tip defect and indenter shape on the mechanical properties determination by indentation of a TiB<sub>2</sub>-60% B<sub>4</sub>C ceramic composite. *Inter J Refract Met Hard Mater*. Vol. 38 (2013) pp.102-110.
- [6] W.C. Oliver and G.M. Pharr, An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic Modulus using Load and Displacement Sensing Indentation measurements. *Journal of Materials Research*. Vol. 7 (1992) pp.1564-1583.
- [7] S. Kossman, D. Chicot et A. Iost, Indentation instrumentée multi-échelles appliquée à l'étude des matériaux massifs métalliques. *Journal de Matériaux et Techniques*. Vol. 105 N°1 (2017).
- [8] Y.T. Cheng, C.M. Cheng, Scaling, dimensional analysis, and indentation measurements. *Mater Sci Eng R*. Vol. 44 (2004) pp. 91-149.
- [9] D. Chicot, D. Mercier, Improvement in depth-sensing indentation to calculate the universal hardness on the entire loading curve. *Mech Mater*. Vol. 40 (2008) pp.171-182.
- [10] O. Sahin, O. Uzun, U. Kolemen and N. Uçar, Analysis of ISE in dynamic hardness measurements of  $\beta$ -Sn single crystals using a depth-sensing indentation technique. *Mater Charact*. Vol. 59 (2008) pp.729-736.
- [11] W.C. Oliver and G.M. Pharr, Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology. *Journal of materials research*. Vol. 19 N°1(2004) pp. 3-20.
- [12] M.R. Van Landingham, Review of instrumented indentation, *J Res Nat Inst Stand Techn*. Vol. 108 (2003) pp. 249-265.
- [13] J. Gong, H. Miao, Z. Peng, Analysis of the nanoindentation data measured with a Berkovich indenter for brittle materials: effect of the residual contact stress. *Area mater*. Vol. 52 N°3 (2004) pp. 785-793.