

23ème COLLOQUE ANNUEL DU
GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE

BORDEAUX - Octobre 1988

**ENDOMMAGEMENT ET
RHEOLOGIE DES SOLIDES**

**DAMAGE AND RHEOLOGICAL
BEHAVIOURS OF SOLIDS**

Tome 1

Organisé par le Laboratoire de Mécanique Physique , Université de Bordeaux I
avec le concours de l'Association Universitaire de Mécanique, la D.R.E.T.,
le Conseil Général de la Gironde, de la S.E.P.

Textes réunis par A. Gérard, J.L. Lataillade, J. Pouyet

23ème COLLOQUE ANNUEL DU
GROUPE FRANCAIS DE RHEOLOGIE

BORDEAUX - Octobre 1988

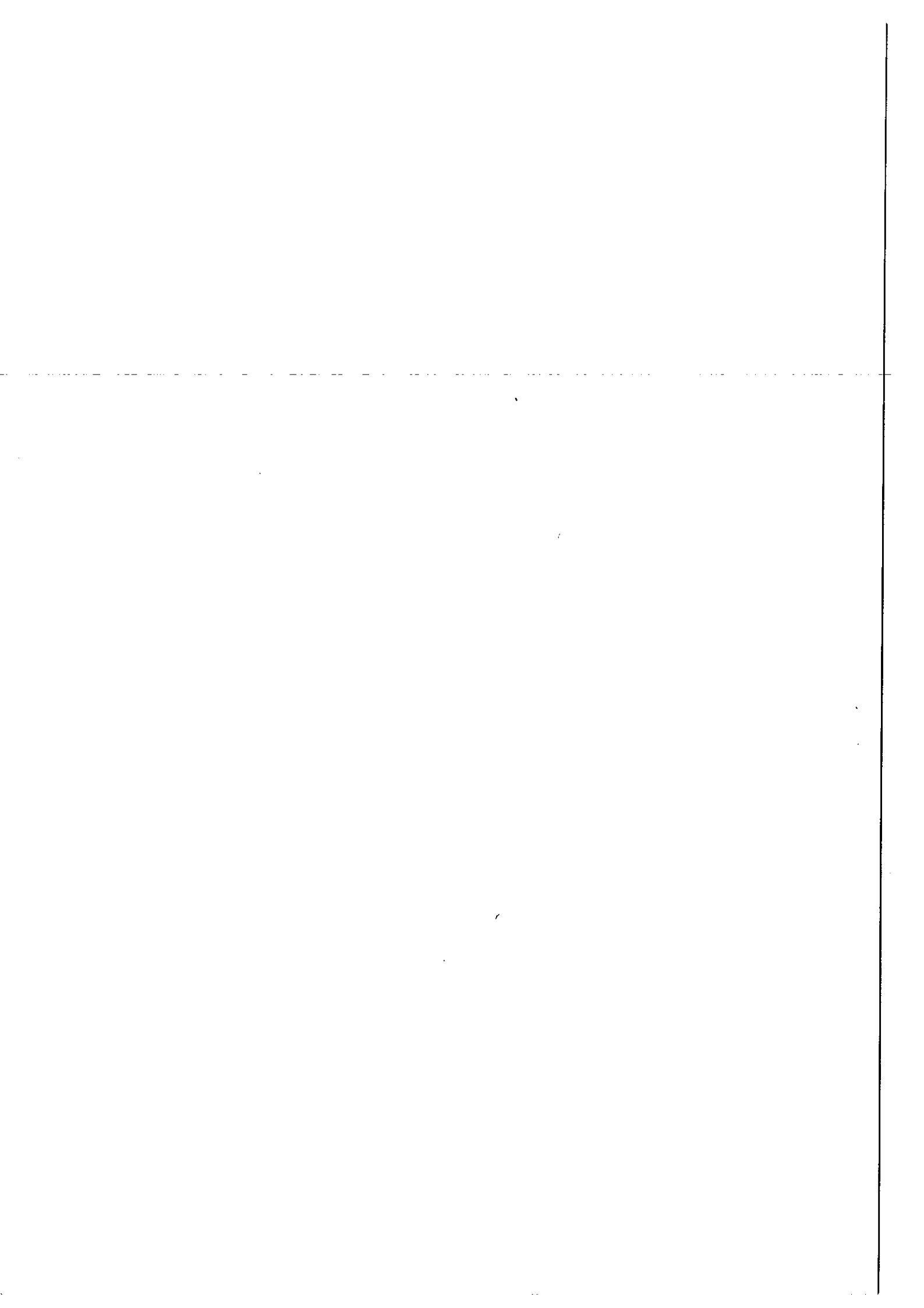
**ENDOMMAGEMENT ET
RHEOLOGIE DES SOLIDES**

**DAMAGE AND RHEOLOGICAL
BEHAVIOURS OF SOLIDS**

Tome 1

Organisé par le Laboratoire de Mécanique Physique , Université de Bordeaux I
avec le concours de l'Association Universitaire de Mécanique, la D.R.E.T.,
le Conseil Général de la Gironde, de la S.E.P.

Textes réunis par A. Gérard, J.L. Lataillade, J. Pouyet



23ème Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie

Avant - propos

Lorsque j'ai demandé à M. Lataillade de proposer un thème pour le 23ème Colloque Annuel du Groupe Français de Rhéologie c'était pour deux raisons. La première était qu'il convenait de rétablir un équilibre entre thèmes de la rhéologie en faisant appel aux solides, les deux précédents colloques ayant été consacrés aux fluides ; la seconde était que je pouvais faire confiance au dynamisme de M. Lataillade et de ses collègues du Laboratoire de Mécanique Physique de l'Université de Bordeaux I pour l'organisation de cette rencontre.

Ces deux objectifs non seulement ont été atteints mais on peut maintenant affirmer qu'ils ont été dépassés dans deux directions. La première a été l'ouverture du Colloque à l'Association Universitaire de Mécanique (A. U. M.) et ceci a été symbolisé en faisant assurer conjointement la Présidence du Colloque par le Président de l'A. U. M. et par celui du G. F. R. . La seconde a été l'établissement d'un record dans les annales du Groupe : la publication du texte des conférences et des communications dès l'ouverture du Colloque.

Revenons aux objectifs initiaux : thème concernant la Rhéologie des Solides et organisation du Colloque. L'idée de focaliser les présentations sur un rapprochement de l'étude des phénomènes d'endommagement, lesquels sont au coeur de l'utilisation industrielle des matériaux solides et de l'incidence de cet endommagement sur leurs propriétés rhéologiques, nous ont amenés à explorer un domaine scientifique passionnant car son contenu est riche et ses frontières sont encore très mal connues.

Quant à l'organisation du Colloque nous ne pouvons que louer nos hôtes pour le respect des horaires de son déroulement dans des conditions qui furent difficiles, pour l'atmosphère cordiale qui a régné entre tous les participants, pour la visite très instructive du Laboratoire de Mécanique Physique et pour les manifestations orientées vers les activités culturelles qui font la renommée de la région bordelaise à savoir : son sens des relations humaines et sa gastronomie couronnée de ses vins fameux.

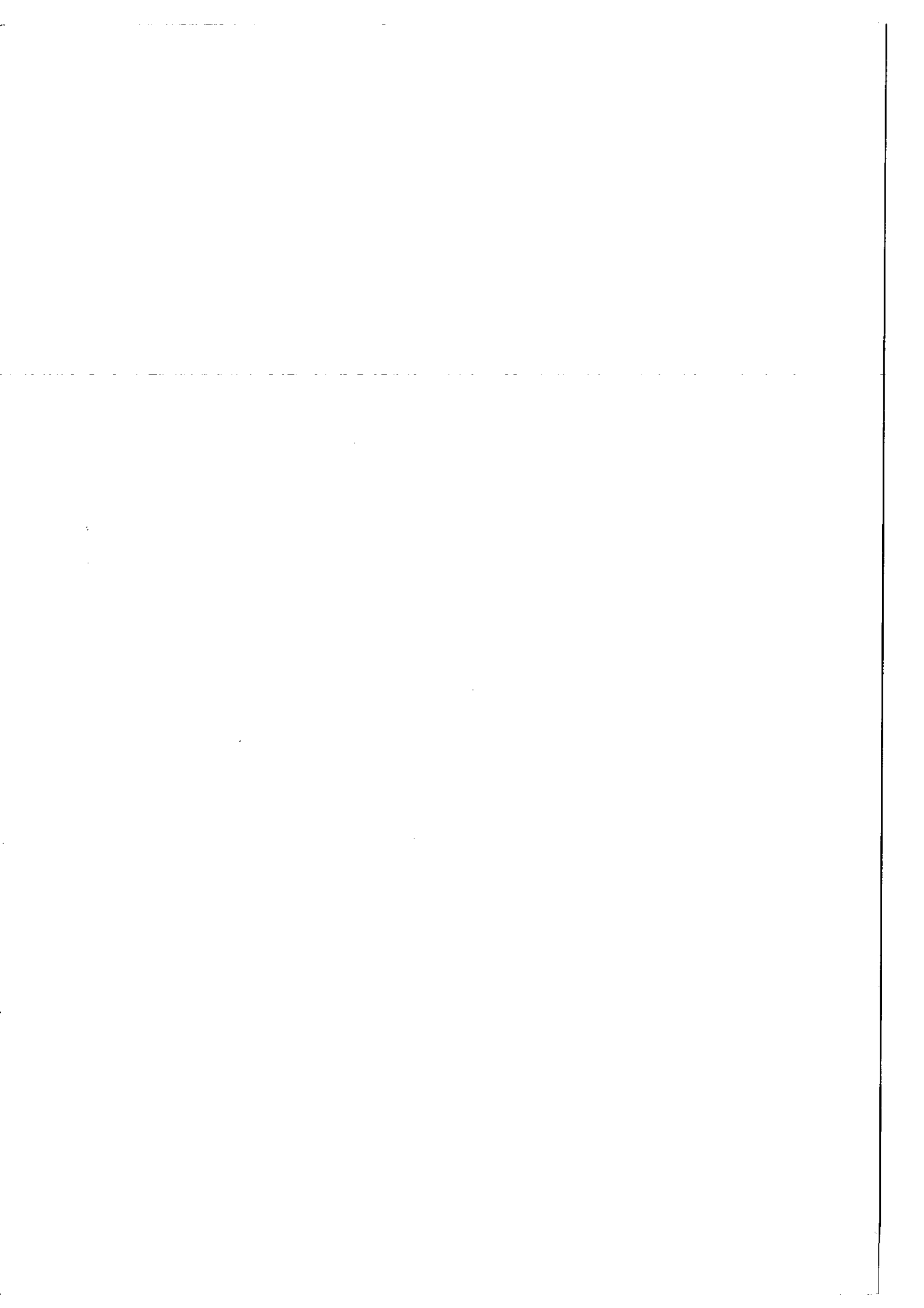
Je ne voudrais pas terminer ces quelques lignes sans remercier chaleureusement tous ceux qui ont collaboré ou concouru à la réussite de ce Colloque. Que se soient tout d'abord MM. les Professeurs Gérard, Pouyet et Lataillade, le personnel du Laboratoire de Mécanique Physique, MM. les Professeurs Lascombe et Ducassou respectivement Présidents des Universités de Bordeaux I et II, la D.R.E.T., le Conseil Général de la Gironde, la Société Européenne de Propulsion et l'Université de Bordeaux I.

Je tiens à remercier avec la même attention tous les Présidents de séances, conférenciers et communicants qui ont rendu si vivant et attrayant ce Colloque, ainsi que les exposants qui ont permis aux participants de connaître ces instruments de mesure grâce auxquels, pour une part, la rhéologie est une science quantitative.

Fait à Paris, le 23 décembre 1988

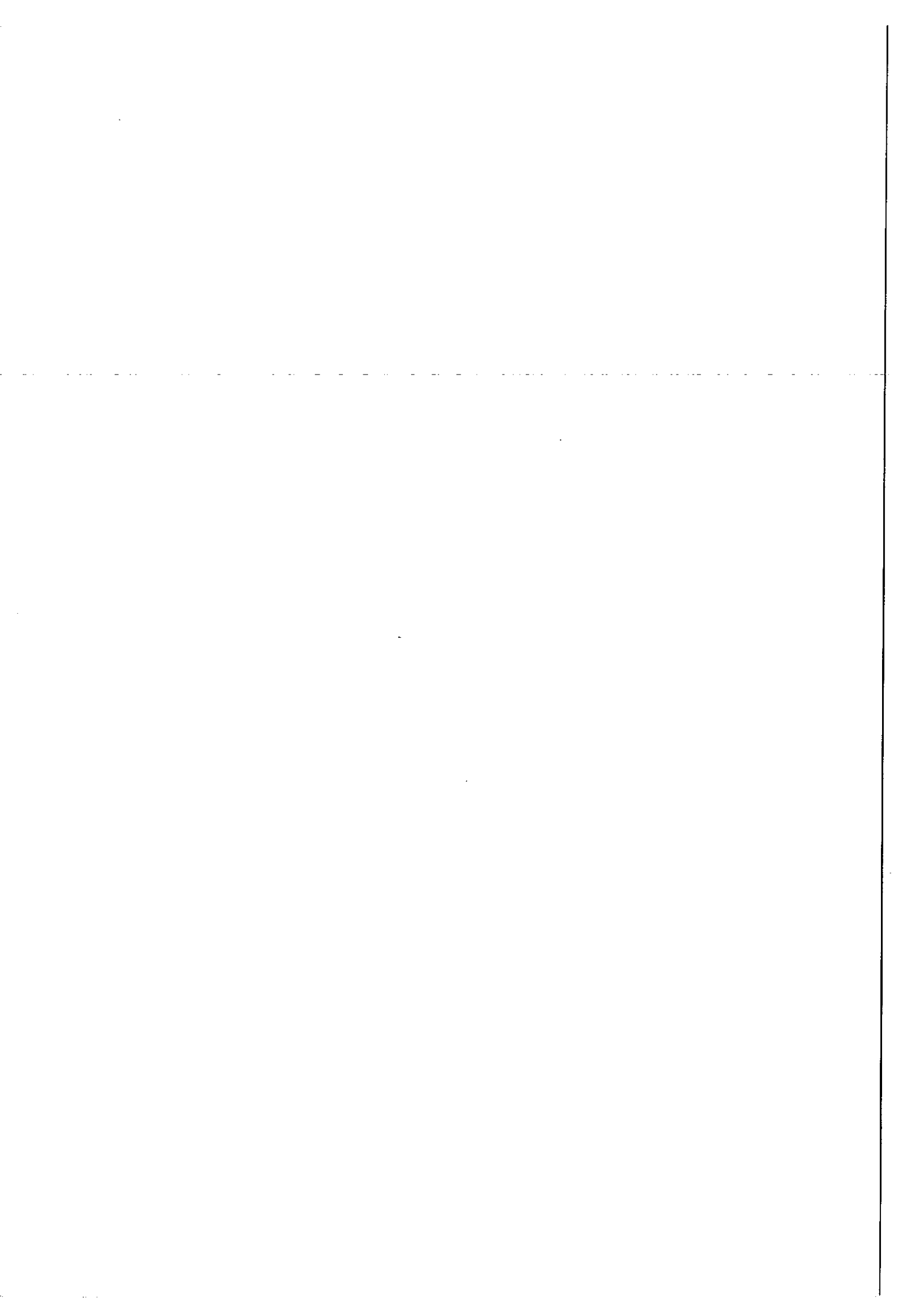
D. BOURGOIN

Président du G. F. R.

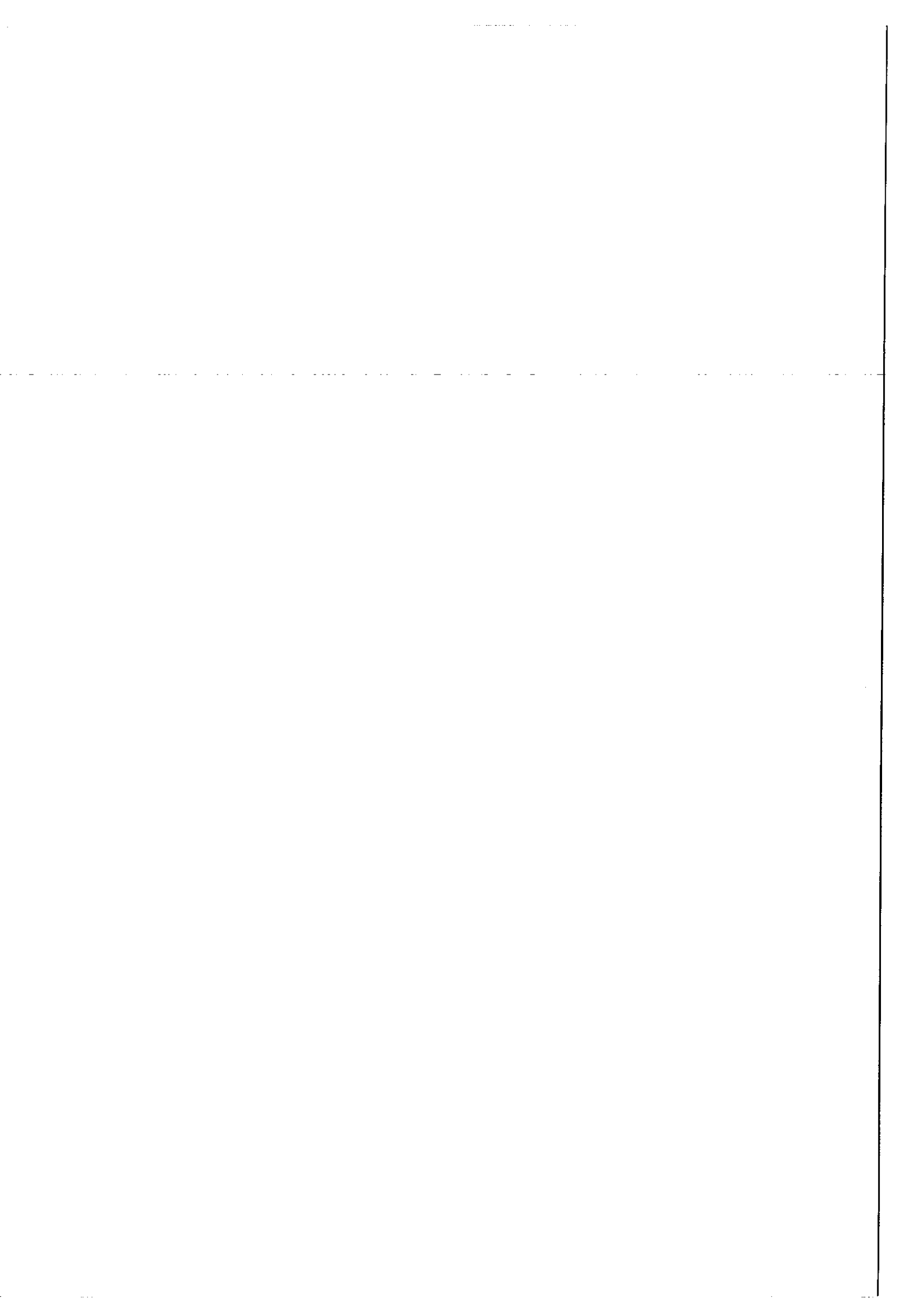


SOMMAIRE

- 1 - 1 Etude in-vivo de l'érosion de matériaux composites carbone-carbone à l'aide d'implants marqués ^{14}C .
MORE N., BAQUEY Ch., et ali. INSERM, Université de Bordeaux II.
- 2 - 1 Evaluation des propriétés mécaniques de matériaux cellulosiques et perspectives d'applications originales de ces matériaux en chirurgie orthopédique.
BARBIE Ch., CHAUVEAUX D. et ali., INSERM, Université de Bordeaux II.
- 3 - 1 Effet du rayonnement γ et de la teneur en soufre sur les propriétés mécaniques du biomatériau "élastine-fibrine".
BARBIE Ch., ANGIBAUD C., et ali., INSERM, Université de Bordeaux II.
- 4 - 1 Détermination des contraintes résiduelles dans un composite métallique.
BOUDET R., et ali., IUT. A de Toulouse.
- 5 - 1 Propriétés mécaniques dynamiques d'un composite unidirectionnel PA66/fibres de verre- influence de l'ensimage des fibres et des additifs introduits dans la matrice.
CHAUCHARD J., CINQUIN J., et ali., Université C. Bernard, Lyon I.
- 6 - 1 Mécanismes d'endommagement en fatigue des matériaux composites à renfort unidirectionnel.
FLORE L., VINCENT L., Ecole Centrale de Lyon.
- 7 - 1 Essai de délaminage en mode I et II sur matériaux composites - Etude des critères G_{IC} et G_{IIC} .
GIRARDOT V., BATHIAS C., UTC Compiègne. } ANNULÉE
- 8 - 1 Influence des charges minérales sur le comportement mécanique d'un joint collé cisailé en traction.
LUKOWIAK W., COLLOT C., et ali., Lab. Science des Matériaux, Reims.
- 9 - 1 Méthode de caractérisation de l'endommagement par choc de matériaux composites à matrice non organique.
MACKÉ T., QUENISSET J. M., IUT. A Bordeaux.
- 10 - 1 Une analyse des effets acousto-élastiques.
EL GUERJOUMA R., Mécanique Physique, Bordeaux I.
- 11 - 1 Comportement du béton endommagé. Modélisation mécanique. Mesures ultrasonores.
BERTHAUD Y., MAZARS J. et ali., ENS Cachan.



- 12 - 1 L'émission acoustique pour l'étude de la corrosion sous contrainte : intérêt de la technique.
ROTHERA R., INSA Lyon.
- 13 - 1 Calcul des contraintes microscopiques dans un barreau composite en flexion trois points - prévision de l'endommagement.
DEVRIES F., LENE F., Université Pierre et Marie Curie, Paris.
- 14 - 1 Endommagement et rupture des composites stratifiés.
ALLIX O., LADEVEZE P. et ali., ENS Cachan.
- 15 - 1 Caractérisation extrême de la répartition des déformations dans un polycristal déformé plastiquement.
ARMINJON M., CEMEF, Sophia Antipolis, Valbonne.
- 16 - 1 Anisotropie du comportement élastoplastique induite en grandes déformations plastiques.
CORVASCE F., KRIER J. et ali., Inst. de Génie Mécanique et Productique, Metz.
- 17 - 1 Modélisation des couplages gonflement-hygrométrie et endommagement, hygrométrie pour un matériau candidat à la barrière ouvragée.
LAHLOU R., BROU D. et ali., CEA et ESME Orléans.
- 18 - 1 Sur l'évolution des matériaux à dissipation simple.
FEDELICH B., EHRLACHER A., CERAM, Ecole des Ponts et Chaussées, Noisy le Grand.
- 19 - 1 Influence de l'environnement sur les propriétés de fissuration par fatigue d'un alliage d'aluminium-lithium le 8090.
GUNET-LESPINASSE G., BATHIAS C., UTC Compiègne.
- 20 - 1 Comportement dynamique des films protecteurs lors de la corrosion sous contrainte.
OLTRA R. et INDRIANJAFYG.M., Université de Dijon.
- 21 - 1 Etude des transitions de faciès de fissuration d'un acier 17-12 Mo dans des solutions de $MgCl_2$.
HASNI L., NOEL D., EDF, Centre des Renardières, Moret-sur-Loing.
- 22 - 1 Contraintes initiales dans le béton.
TORRENTI J.M., ACKER P., BOULAY C., Laboratoire des Ponts et Chaussées, Paris.
- 23 - 1 Problème de l'inclusion hétérogène viscoplastique.
BRULE A., MOLINARI A., Inst. Sup. de Génie Mécanique et Productique, Metz.
- 24 - 1 Comportement des roches à forte susceptibilité de fissuration, grès de Fontainebleau.
IKOGOU S., SHAO J.F. et ali., EUDIL, Villeneuve d'Ascq.



ETUDE IN VIVO DE L'EROSION DE MATERIAUX COMPOSITES
CARBONE-CARBONE A L'AIDE D'IMPLANTS MARQUES AU ¹⁴C

N.MORE*, Ch. BAQUEY*, X. BARTHE*, F. ROUAIS*
J. RIVEL**, M. TRINQUECOSTE***, A. MARCHAND***

* Unité 306-INSERM - Laboratoire de Biophysique

Université de Bordeaux II, 146, rue Léo-Saignat, F33076 BORDEAUX

** Laboratoire d'Anatomie Pathologique

Université de Bordeaux II, 146, rue Léo-Saignat, F33076 BORDEAUX

*** Centre de recherche Paul Pascal - CNRS - Domaine Universitaire
F33405 TALENCE

Résumé

Les travaux accomplis sur l'étude de la biocompatibilité des matériaux carbonés montrent que ces derniers sont en général bien tolérés (1) mais que certaines incertitudes concernant leur érosion in vivo et le devenir des particules résultantes, doivent être éclaircies (2,3).

Nous étudions ces phénomènes à l'aide d'implants en matériaux composites carbone-carbone superficiellement dopés au ¹⁴C.

Ces matériaux sont spécialement préparés en utilisant les processus habituels de fabrication des matériaux composites carbone-carbone. Les échantillons implantés chez des rats présentent des modifications de leur radioactivité mesurable à l'aide d'une méthode de détection appropriée, ce qui prouve l'érosion de ce matériau.

Pour révéler la présence de carbone à distance de l'implant des autoradiographies du corps entier de l'animal sont réalisées ainsi que des histo-autoradiographies des tissus péri-implantaires.

Les premières études semblent montrer que l'essentiel des particules érodées est retenu dans la capsule fibreuse qui entoure l'implant. Des techniques de diffraction d'électrons associées à la microscopie électronique ont été envisagées pour nous permettre de caractériser la nature fibreuse ou pyrolitique du carbone présent dans la capsule.

Des études sont prévues pour tenter d'élucider le mécanisme de cette érosion qui est susceptible, comme dans les expériences qui seront présentées, d'apparaître sans sollicitation mécanique particulière.

STUDY OF THE IN VIVO EROSION OF CARBON-CARBON MATERIALS
USING ^{14}C LABELLED IMPLANTS

Abstract

Many investigations show the good biocompatibility of carbon materials (1) but several uncertainties concerning the in vivo erosion of carbon-carbon composite materials and the outcome of the resulting particles have to be resolved (2,3). We are studying these phenomena with implants superficially doped with ^{14}C , specially prepared using the usual production processes of these materials. The samples implanted in rats present changes in their measured radioactivity which proves erosion. Autoradiographies of the whole animal as well as pathological studies of peri-implanted tissues with histoautoradiographies of the related sections reveal the presence of carbon at a distance from the implant. However the majority of the eroded particles are retained in the fibrous capsule surrounding the implant. The methods of electron diffraction, associated with electron microscopy, seem to be a tool suitable to characterize the nature (fibrous or pyrolytic) of the carbon particles present in the capsule.

Further studies are in progress in an attempt to elucidate the mechanism of erosion which is apt to occur without any particular mechanical stress.

I- INTRODUCTION

Les matériaux implantés dans les organismes vivants sont soumis à une grande variété de contraintes mécaniques, électrochimiques, chimiques, biochimiques, biologiques... Les interactions résultantes peuvent avoir des conséquences à la fois sur les tissus d'accueil (effet local), de manière plus générale sur l'organisme receveur (effet systémique) et enfin sur les matériaux, au détriment de leurs propriétés intrinsèques initiales.

On peut en particulier assister à une perte de matière et dans ce cas, on parle d'usure ou d'érosion, la matière manquante étant transportée et éventuellement métabolisée à distance du site de l'implantation initiale.

La mise en jeu d'échantillons dont une partie des atomes constitutifs est remplacée par leurs équivalents radioactifs offre théoriquement la possibilité de mettre en évidence de manière simple la perte de matière par les échantillons, les voies empruntées par les produits migrants, leurs lieux de stockage éventuel et de métabolisation.

C'est l'emploi de cette stratégie méthodologique que le travail rapporté ici se propose d'illustrer à propos de matériaux composites carbone-carbone. Il s'agit de composites particuliers qui peuvent être rangés sous ce nom générique et il est primordial de savoir si certaines structures particulières sont plus sensibles que d'autres aux phénomènes d'érosion in-vivo.

II- MATERIELS ET METHODES

II-1) Principes

Des échantillons de matériaux composites Carbone-Carbone sont marqués en surface par du Carbone 14 puis implantés chez des rats.

A l'issue de périodes échelonnées dans le temps (15 jours à 6 mois) les animaux sont sacrifiés et la migration du carbone exogène est mise en évidence par autoradiographie du corps entier de l'animal.

Afin d'évaluer l'histocompatibilité des implants, des études d'anatomo-pathologie associées à l'histoautoradiographie sont effectuées sur des biopsies prélevées dans les tissus environnant le site d'implantation.

Enfin des études de microscopie électronique à transmission sont mises en jeu pour étudier le devenir des produits d'érosion du matériau

dans la zone tissulaire la plus proche de l'implant.

II-2- Préparation et caractérisation des échantillons

De petits cylindres de composites Carbone-Carbone ($\emptyset = 2\text{mm}$, $L = 6\text{ mm}$) aux extrémités hémisphériques, sont obtenus par section de baguettes du même diamètre constituées soit par un composite Carbone-Carbone poreux (C-C) soit par un graphite polycristallin recouvert de carbone pyrolytique (GP-C). La forme hémisphérique lisse des extrémités est obtenue par abrasion manuelle des échantillons.

Les "cylindres" de composites C-C sont constitués d'une âme de filaments entourée d'une tresse de fibres, l'ensemble étant densifié par du carbone pyrolytique à l'aide de la procédure classique de Dépôt Chimique en Phase Vapeur (DCPV). C'est par la même procédure que les échantillons de graphite polycristallin sont recouverts de carbone pyrolytique.

II-2-1 - Mode de préparation des échantillons marqués au C^{14}

Le rayonnement β^- issu de la désintégration du Carbone-14 étant très peu pénétrant (environ $30\mu\text{m}$), les atomes radioactifs situés dans la masse sont en pratique, indétectables : seuls importent ceux de la surface des échantillons. Ce sont d'ailleurs ceux-là que concernent l'usure, la corrosion ou les effets du métabolisme. Le marquage qu'il convient de réaliser est donc un "dopage" en surface.

Le matériau de départ subit plusieurs infiltrations de pyrocarbone afin d'obtenir une pièce rigide avec une porosité minimale. Cette densification se fait par un procédé de D.C.P.V. en mode dynamique. Au cours de cette phase, les échantillons sont placés dans un four isotherme et à pression constante que traverse un flux de méthane (fig.1). La réaction de craquage amène à la formation de carbone pyrolytique qui se dépose en particulier sur les échantillons. La nature du dépôt dépend de plusieurs paramètres : la température ($\approx 1000^\circ$), la pression du gaz ($\approx 200\text{ mm Hg}$), le débit choisi ($\approx 5\text{l/heure}$), la durée du dépôt carbone (plusieurs dizaines d'heures).

Dans la phase finale on réalise le dopage radioactif par craquage d'un hydrocarbure précurseur marqué (propane ou acétylène- ^{14}C). Le mode dynamique nécessiterait l'utilisation de grandes quantités d'hydrocarbure marqué, aussi opère-t-on en mode statique après injection dans l'enceinte d'une millimole d'hydrocarbure d'activité totale 185 MBq .

II-2-2- Caractérisation des échantillons

- Mesures de radioactivité : elles permettent de s'assurer de la

qualité du marquage et d'évaluer les variations de radioactivité liées au séjour de l'implant in-vivo. En fait, à cause de la très basse énergie du rayonnement β^- émis et de l'auto-absorption qui en résulte dans le matériau, la radioactivité réelle de l'implant ne peut être connue sans le détruire ; on ne peut donc accéder qu'à une mesure de radioactivité apparente qui correspond à peu près à la radioactivité déposée en surface. Cette mesure est réalisée à l'aide d'un scintillateur plastique (de type Polyvinyltoluène ND 120).

Pour compléter cette évaluation, l'autoradiographie de sections d'échantillons inclus dans une résine époxy permet de visualiser les défauts d'homogénéité du dépôt en surface, ainsi que les infiltrations possibles de carbone pyrolytique à travers les pores de l'implant.

- Caractérisation de la microstructure : L'échantillon est examiné en microscopie optique en lumière polarisée pour déterminer la microstructure et l'épaisseur du dépôt de carbone entourant chaque fibre (fig. 2).

- Description de la surface : Une caractérisation qualitative de la surface de l'implant par microscopie électronique à balayage met en évidence le degré de rugosité et de porosité de la surface des échantillons.

II-3- Implantation du matériau :

Après lavage, passage aux ultra-sons et stérilisation par autoclave les échantillons sont implantés dans le muscle para-vertébral de rats femelles Wistar pesant environ 150 g. Le protocole d'implantation est décrit dans le tableau 1.

II-4- Examens des tissus :

Pour chacun des groupes d'animaux, le plan d'étude est présenté dans le tableau 1. Les méthodes mises en oeuvre comprennent :

- des techniques histologiques (anatomie pathologie et histo-autoradiographie) de biopsies prélevées dans les zones péri-implantaires,
- des autoradiographies de section du corps entier de l'animal congelé,
- des investigations en microscopie électronique par transmission sur la capsule fibreuse qui se forme autour de l'implant après quelques jours d'implantation.
- des techniques de diffraction d'électrons permettant d'identifier la nature de fragments présents dans le tissu fibreux.

III- RESULTATS

III-1- Mesures de radioactivité : Après diverses périodes d'implantation, la radioactivité apparente des échantillons est modifiée. Pour les échantillons poreux du groupe IIa, les variations, exprimées en pourcentage de la radioactivité initiale, sont comprises entre - 7,5 et + 5,5 % \pm 1% (tableau 2). Une diminution de la radioactivité se rapporte logiquement à une perte de matière de l'implant. Une augmentation de radioactivité apparente peut également s'interpréter par une érosion de surface qui mènerait à l'exposition de couches inférieures plus radioactives.

Pour vérifier cette hypothèse, dans le cas des matériaux poreux, les échantillons du groupe IIb ont été recouverts de carbone pyrolytique froid ; l'augmentation de radioactivité constatée (entre 1 et 5 % \pm 1%) confirme une érosion superficielle. Ce résultat est confirmé par la baisse de radioactivité apparente dans le cas des implants non poreux du groupe III.

III-2- Autoradiographies : Après extraction de l'implant, l'autoradiographie de sections du corps entier de l'animal montre la présence de carbone radioactif dans les tissus péri-implantaires. Le carbone semble essentiellement localisé dans la capsule fibreuse qui reste en place (fig.3). Aucun lieu de stockage à distance de l'implant n'est mis en évidence par cette technique.

III-3- Histologie : A distance du lieu d'implantation, les particules de carbone ne sont pas directement observables par des études d'Anatomo Pathologie, mais sont révélées au moyen d'histoautoradiographies. Ces particules ou molécules de carbone sont principalement localisées entre les fibres musculaires et dans la paroi de vaisseaux sanguins.

III-4- Microscopie Electronique à Transmission : Une grande variété de fragments noirs de différentes formes et dimensions a été observée dans la capsule fibreuse par microscopie électronique à transmission. Seules les particules situées au niveau de déchirures présentes dans la coupe ont pu être identifiées comme étant des particules de carbone par une méthode de diffraction d'électrons. Des figures de diffraction obtenues pour des fragments de taille comprise entre 0,1 et 1 μ m ont permis d'identifier soit du carbone pyrolytique (structure isotrope) soit du carbone fibreux (structure anisotrope).

IV- DISCUSSION

Si les résultats des mesures de radioactivité (tableau 2) semblent prouver l'existence d'une érosion in vivo, il n'a pas été possible de relier l'intensité de cette érosion à la durée de l'implantation.

Seuls les implants non poreux radioactifs, masqués ou non, pourraient éventuellement permettre d'établir une telle corrélation à la faveur d'une étude ultérieure qui porterait sur un plus grand nombre d'échantillons.

Dans le cas d'implants composites C-C, poreux et rugueux, l'observation en diffraction électronique de carbone pyrolytique dans la capsule péri-implantaire peut s'expliquer par un phénomène mécanique indirect.

En effet, les micro-frictions lors de l'insertion ou du séjour in vivo de ces implants peuvent facilement briser les fibres émergeant à leur surface et entraîner une fragilisation de la gangue pyrolytique adjacente.

Cependant, les implants en graphite polycristallin GP-C, qui présentent une surface quasiment lisse constituée exclusivement de carbone pyrolytique, connaissent une érosion équivalente. En absence de fibres, cette érosion ne peut s'expliquer par un phénomène mécanique indirect. Le caractère lisse de la surface rend improbable tout effet mécanique direct de cisaillement agissant sur le carbone pyrolytique.

Ainsi d'autres phénomènes d'attaque non mécanique directe du pyrocarbone pourraient intervenir. Leur nature (corrosion, dégradation biologique,...) reste à élucider. La multiplicité des causes possibles d'érosion implique une cinétique complexe, difficile à appréhender.

V- CONCLUSION

Le crédit à apporter aux résultats présentés ici n'est limité que par les différences structurales qui peuvent exister entre la matrice de carbone pyrolytique et le complément radioactif de matrice constitué secondairement. Ne maîtrisant pas la constitution de la première de ces phases carbonées, il est difficile d'utiliser des conditions rigoureusement identiques pour la constitution de la seconde.

En particulier, le méthane précurseur majeur utilisé dans les procédés de DCPV n'a pas été utilisé à l'état radioactif pour préparer la matrice marquée, mais remplacé par des hydrocarbures-¹⁴C (propane ou acétylène).

Néanmoins cette étude préliminaire montre l'érosion in-vivo des matériaux étudiés. L'utilisation d'un marqueur radioactif a permis de déceler la présence de particules de carbone à distance de l'implant. Le processus d'élimination, s'il existe, pourrait se faire par voie sanguine.

Il reste à élucider les mécanismes de l'érosion et de la migration en relation avec les propriétés structurale et physico-chimiques du matériau.

VI- BIBLIOGRAPHIE

- 1- BOKROS J.C. "Carbon-medical devices", Carbon, 15, 355-371, 1977
- 2- JENKINS G.M., "The repair of cruciate ligaments with flexible carbon, fibre", J. Bone Joint Surg., 60-B, 4, 520-522, 1978.
- 3- CHIGNIER E., MONTIES J.R., BUTAZZONI B., DUREAU G., and ELOY R. "Haemocompatibility and biological course of carbonaceous composites for cardiovascular devices." Biomaterials, vol. 8, january, pp. 18-23, 1987.

LEGENDES DES FIGURES

- Fig. 1 : Dispositif expérimental utilisé pour le marquage des implants par D.C.P.V.
- Fig. 2 : Etude d'un composite C-C par microscopie optique en lumière polarisée.
- Fig. 3 : Autoradiographie de sections de corps entier du rat après retrait de l'implant. L'image résulte de la superposition de la coupe anatomique de l'animal avec l'autoradiogramme correspondant. La radioactivité n'est présente que dans la zone d'implantation. P = poumons, C = côtes, MPV = muscle para vertébral.

TABLEAU 1

Lot d'animaux n = nombre d'animaux	Implants	Durée d'implantation	Type d'étude
Animaux témoins	Ia (n = 5) Cylindres en composite C-C (10 échantillons)	$\overline{\quad} = 1$ $\overline{\quad} \quad n = 2$ $\overline{\quad} \quad n = 2$ $\overline{\quad} \quad n = 1$ $\overline{\quad} \quad n = 1$	A.P.
	Ib (n = 2) opération simulée		
Animaux traités	IIa (n = 12) cylindres en C-C recouverts de carbone pyrolytique dopé au ^{14}C + sans autre traitement (24 échantillons)	$\overline{\quad} \quad n = 2$ $\overline{\quad} \quad n = 5$ $\overline{\quad} \quad n = 5$	R.I. A.R. A.P. H.A.R. M.E.T. de la capsule
		$\overline{\quad} \quad n = 4$ $\overline{\quad} \quad n = 1$	R.I. M.E.T. de la capsule
	III (n = 5) cylindres en graphite polycristallin recouverts de Carbone pyrolytique dopé au ^{14}C (5 échantillons)	$\overline{\quad} \quad n = 1$ $\overline{\quad} \quad n = 2$ $\overline{\quad} \quad n = 2$	R.I. H.A.R. M.E.T. de la capsule

A.P. = Anato Pathologie

R.I. = Radioactivité de l'Implant

A.R. = Autoradiographie corps entier

H.A.R. = Histo AutoRadiographie

M.E.T. = Microscopie Electronique par Transmission

Protocole expérimental pour l'étude du comportement in-vivo d'implants en matériaux

composites Carbone-Carbone.

TABLEAU 2

Type d'implant	Lot d'animaux	Durée d'implantation _____ = 1 mois	Variation de radioactivité apparente % \pm 1 %
cylindres en C-C + ^{14}C	Groupe IIa	_____ p = 4	Pas de mesure
		_____ p = 10	- 7.5, - 7.5, - 4.0, - 2.5, - 2.0, - 0.5, + 0.5, + 2.0, + 3.0, + 5.5
		_____ p = 10	- 5.0, - 4.0, - 4.0, - 1.5, - 0.5, - 0.5, + 1.0, + 2.0, + 3.5, + 5.0
Cylindres en C-C + revêtement de Carbone pyrolytique non radioactif	Groupe IIb	_____ p = 4	+ 1.0, + 1.0, + 2.0, + 2.5
		_____ p = 1	+ 5.0
Cylindres en graphite polycristallin + ^{14}C	Groupe III	_____ p = 1	- 2.0
		_____ p = 2	- 4.5, - 1.0
		_____ p = 2	- 10.0, - 0.0

p = nombre d'échantillons implantés

Variation de radioactivité apparente des divers échantillons en fonction de la durée d'implantation

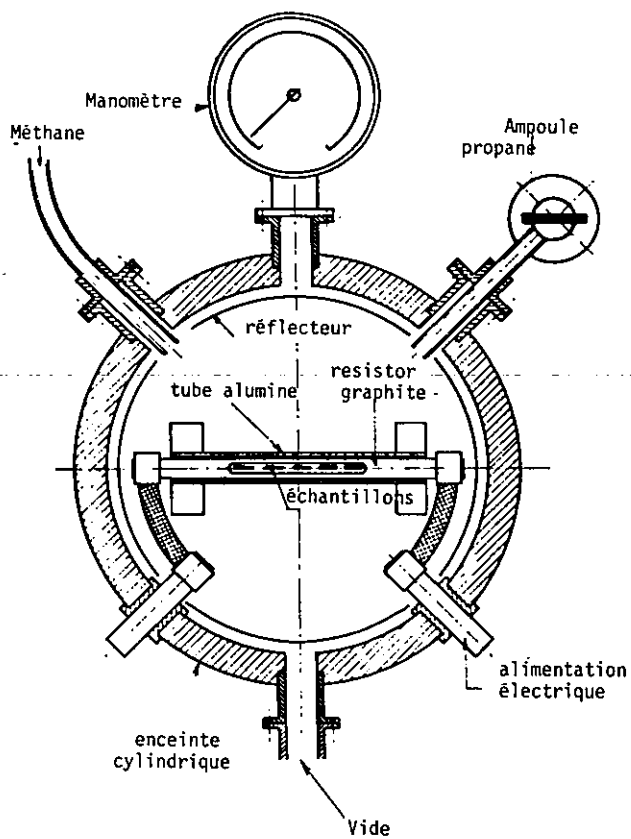


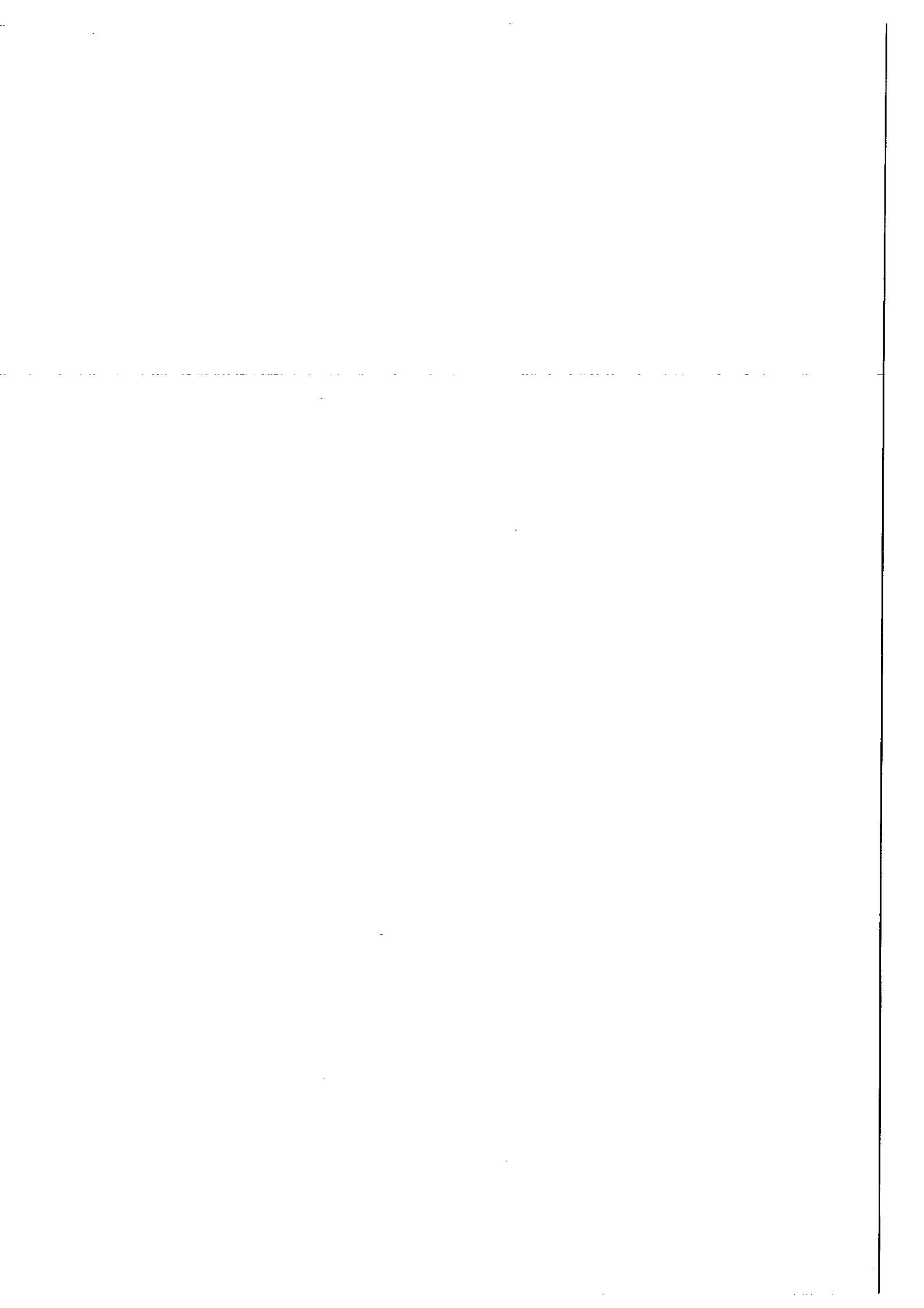
Fig. 1



Fig. 2



Fig. 3



23 ème G.F.R. de BORDEAUX 88

**EVALUATION DES PROPRIETES MECANIQUES DE MATERIAUX CELLULOSIQUES
ET PERSPECTIVES D'APPLICATION ORIGINALES DE CES MATERIAUX
EN CHIRURGIE ORTHOPEDIQUE.**

BARBIE Ch.*, CHAUVEAUX D.*, BAQUEY Ch.*, POUSTIS J.,
POMMIER J.C.**, MORLIER P.***, DUCASSOU D.***

*** INSERM U.306, Université de Bordeaux II,
146, rue Léo Saignat 33076 Bordeaux Cédex.**

**** Cellulose du Pin, Centre de Recherche, Université de Bordeaux I,**

***** IUT A, Département de Génie Civil, Université de Bordeaux I,
351, cours de la Libération, 33405 Talence Cedex.**

Résumé

Les modes actuels d'ancrage des prothèses totales de hanche sont mis en défaut lorsqu'il est nécessaire de retirer l'implant. L'étude de faisabilité d'un concept de scellement-descellement à joint d'effort modulable assuré par un matériau hydrophile a été réalisé. Les propriétés physiques nécessaires à la réalisation de ce concept d'ancrage ainsi que les propriétés mécaniques intrinsèques et in vitro de ce matériau ont été évaluées.

**MECHANICAL PROPERTIES OF CELLULOSIC MATERIAL
AND SUITABLE APPLICATION IN ORTHOPEDIC SURGERY.**

Abstract

Surgical procedures currently used to seal stems of hip prostheses still bring about several problems. The search for a sealing procedure which would be reliable but reversible has generated the new sealing by a strained joint. This paper is aimed at reporting about physical studies undertaken to check the actual suitability of this material in vitro.

I. INTRODUCTION.

L'analyse des pratiques chirurgicales associées à la mise en place des prothèses totales de hanche indique que la pose avec ciment polymérisable in situ, garde la préférence des praticiens en dépit de descellements observés à terme, même par les équipes les plus expérimentées. Contrairement à l'attente de leurs promoteurs, les prothèses dites "sans ciment", pourtant sur le marché depuis plusieurs années, n'ont pas entièrement convaincu les utilisateurs alors même que l'intégration anatomique responsable de l'ancrage biologique recherché, s'effectue dans les conditions attendues, lorsque l'indication de l'emploi de telles prothèses est pertinente.

Paradoxalement, il semble que ce soit l'efficacité de cet ancrage qui soit à l'origine des réticences enregistrées, le chirurgien se trouvant confronté à de sérieuses difficultés techniques lorsque la prothèse doit être déposée.

Dès lors, il apparaît que le procédé idéal de mise en place des prothèses de hanche, et en particulier des queues, doit avoir une meilleure fiabilité que le scellement par des compositions à base de polyméthacrylate de méthyle (PMMA), et être réversible pour mettre le chirurgien en mesure de déposer la prothèse dans de bonnes conditions techniques si elle est cassée ou si l'évolution anatomique du patient impose son remplacement.

Le concept de "scellement à joint d'effort modulable" assuré par un matériau hydrophile biocompatible a fait l'objet d'un dépôt de brevet (1) et tente de répondre à ces contraintes. Les bases théoriques de ce concept sont présentées ici, ainsi que les résultats mécaniques préliminaires justifiant l'emploi d'un matériau cellulosique pour le concrétiser.

II. CONCEPT DU "SCELLEMENT A JOINT D'EFFORT MODULABLE".

Principe général :

Le matériau maintenant solidaire queue de prothèse d'une part et os prothésé d'autre part n'adhère pas sur les surfaces respectives des partenaires de l'assemblage. Il constitue simplement une gaine d'ajustage enfilée sur la queue de prothèse qui remplit le mieux possible l'espace compris entre celle-ci et la paroi interne du canal transdiaphysaire (éventuellement réalésé). L'hydrophilie du matériau utilisé, lui confère un

potentiel d'expansion volumique responsable d'efforts, normaux aux surfaces en regard et opposés à tout mouvement relatif de la pièce prothétique et de l'os prothésé. Ces efforts sont modulables et éventuellement "annulables" en jouant sur la latitude d'expansion volumique effective laissée au matériau. Lorsque cette latitude est maximale, la résistance mécanique du matériau devient minimale, ce qui le rend inopérant (Figure 1).

Choix du matériau hydrophile :

Le matériau choisi doit avoir des propriétés physiques adaptées à la fonction qui vient d'être définie mais également des propriétés de biocompatibilité particulières.

En effet, le matériau doit être suffisamment biocompatible pour ne pas entraîner de lésions des tissus avec lesquels ils sera en contact, mais suffisamment inerte pour ne pas être dégradé ni être colonisé par les cellules osseuses, ce qui hypothéquerait la réversibilité de l'assemblage.

Parmi les matériaux hydrophiles existants et susceptibles de présenter les propriétés requises, les matériaux celluloses, et plus particulièrement la cellulose régénérée selon le procédé "viscose" (2), sont apparus comme de bons candidats. Il était toutefois primordial d'étudier les propriétés physiques et mécaniques de ce matériau afin de vérifier son adaptation à la fonction prescrite dans le cadre conceptuel qui a été défini.

III. PREPARATION DU BIOMATERIAU "VISCOSE".

Le produit utilisé a été obtenu par pressage et deshydratation de cellulose régénérée par le procédé viscose et préalablement solidifiée. Les étapes conduisant à cette obtention sont les suivantes (2) :

- préparation de la pâte cellulosique : elle provient du traitement chimique de fibres de tissus végétaux suivi d'un trempage dans une solution de soude. La pâte est traitée physiquement pour obtenir un composé ayant le degré de polymérisation et la viscosité désirée. Ce composé réagit avec du sulfure de carbone puis il est ensuite décomposé par un acide pour réaliser la régénération de la cellulose.

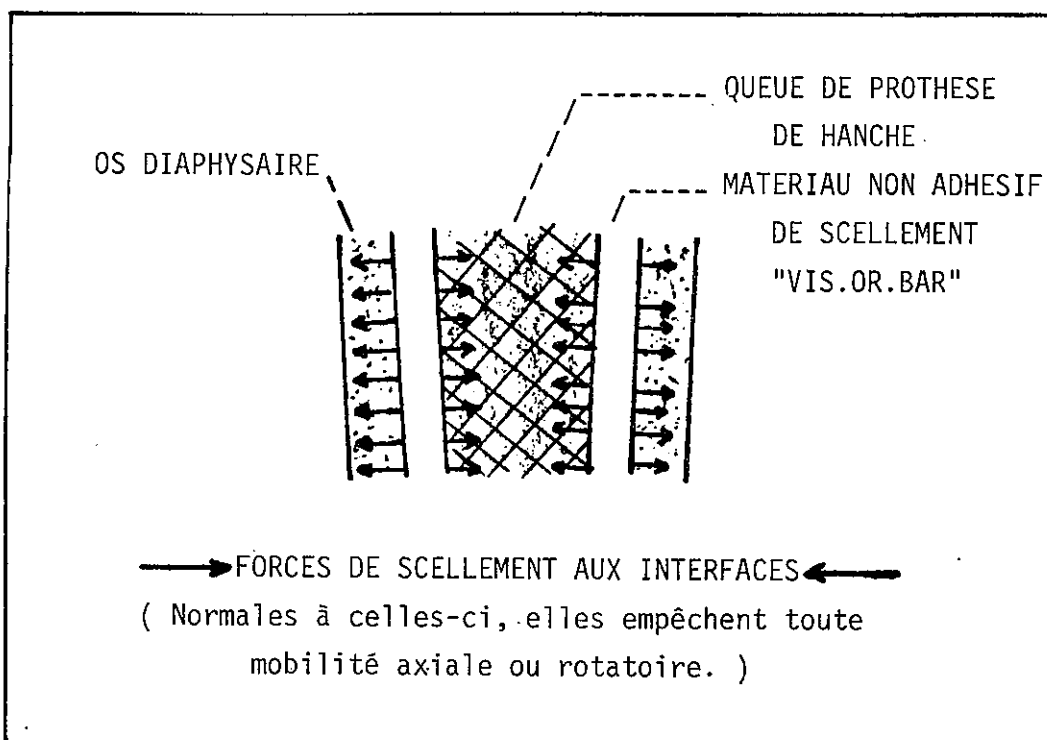


Figure 1 : CONCEPT DU SCellement A JOINT D'EFFORT MODULABLE.

- purification : au cours de la phase de régénération du thiocarbonate de sodium et des composés à base de soufre se forment. Nous les éliminons par purifications chimiques de façon à obtenir des concentrations inférieures à 0,1 % (teneur agréée pour des utilisations alimentaires d'un dérivé cellulosique : la cellophane). Cette opération est suivie de la coagulation de la pâte cellulosique régénérée par le procédé viscose pour fabriquer des échantillons solides.

IV. PROPRIETES PHYSIQUES ET MECANIQUES.

Densité et hydrophilie :

A 20°C et avec un taux d'humidité relative égale à 65 %, ce matériau a une masse volumique égale à 1,45 g/cm³. Le matériau est très hydrophile puisque mis en présence d'eau en dehors de toute contrainte volumique, il reprend 40 % de son poids en eau en 48 heures. Au-delà de cette durée la reprise tend à se stabiliser asymptotiquement à près de 45 %.

Si l'expansion volumique des échantillons est limitée à 5 % par leur maintien dans un étui rigide, la reprise en eau n'excède pas 8 % en poids.

Propriétés mécaniques :

Détermination du module d'Young par méthode ultrasonore.

Equilibré en atmosphère présentant un taux d'humidité relative de 65 % les échantillons démontrent un module d'élasticité égal à 16,7 GN/m², du même ordre de grandeur que celui de l'os cortical, et 3 fois plus grand que celui d'un ciment à base de PMMA classiquement utilisé en orthopédie, si on s'en réfère au Tableau 1.

Comportement en flexion.

Les essais de flexion 3 points ont été effectués à l'aide de montage adapté aux machines de traction compression classique avec des éprouvettes répondants aux dimensions de la norme ISO 178-1972 relative aux matières plastiques rigides.

Le matériau "viscose" présente une résistance à la flexion plus faible que celle du ciment acrylique, mais aussi 5 fois moins importante que celle de l'os cortical fémoral (Tableau 1).

	CELLULOSE REGENEREES	OS CORTICAL	CIMENT ^(b) ACRYLIQUE
DENSITE	1.45	1.86	1.084
MODULE D'YOUNG (GPa)	16.7 ± 0.3	23.4 ± 0.3 ^(a)	5.7 ± 0.2
CONTRAINTES MAXIMALES (FLEXION) (MPa)	42 ± 5	216 ± 24	65 ± 5

a : suivant la direction longitudinale

b : SIMPLEX P de HOWMEDICA

TABEAU 1 : PROPRIETES PHYSIQUES ET MECANIQUES DE CELLULOSE REGENEREES, D'OS CORTICAL FEMORAL ET DE CIMENT ACRYLIQUE.

V. PROPRIETES MECANQUES EN PRESENCE D'EAU EN SITUATION PRATIQUE.

Essais de "push-out" :

Pour évaluer la solidité de l'assemblage "os prothésé - fourreau cellulosique - queue de prothèse" un modèle expérimental extrêmement simple a été conçu (Figure 2). Dans un premier temps des tronçons de diaphyses fémorales humaines de longueur $l = 30$ mm ont été découpés. Des cylindres de hauteur $h = l$ du matériau cellulosique ont été usinés de manière à pouvoir être introduits sans trop d'efforts dans le canal médullaire de ces tronçons, après un éventuel réalésage de ces derniers destiné à éliminer une fraction variable de l'os spongieux. Les tronçons diaphysaires ainsi garnis sont mis à incuber dans du sérum physiologique jusqu'à atteinte d'un poids constant.

Dès lors, la force F_e nécessaire pour expulser le cylindre cellulosique de chaque tronçon diaphysaire est mesurée à l'aide d'une machine d'essais mécaniques. En rapportant la force F_e à l'aire de l'interface matériau-os, 10 cm^2 environ, la contrainte C_e permettant l'expulsion de l'éprouvette cellulosique hors du canal médullaire est calculable (Figure 3).

Il apparaît que la présence d'os spongieux à l'intérieur du canal médullaire nuit sensiblement à la solidité de l'assemblage, vraisemblablement pour deux raisons : (a) la faible résistance mécanique de l'os spongieux, et (b) la difficulté en présence d'os spongieux à déterminer avec précision les dimensions du mandrin cellulosique correspondant à un potentiel minimum d'expansion volumique.

VI. DISCUSSION.

L'objectif de ce travail était d'évaluer les propriétés mécaniques du matériau "viscose" et son comportement dans un assemblage os fémoral cortical-matériau de scellement. Ainsi, en vue d'apprécier les performances de ce matériau in vivo, nous avons défini ces propriétés in vitro ; son élasticité, sa résistance élastique à la flexion et sa déformation.

Tout d'abord, la viscose subit un traitement physico-chimique qui permet de l'utiliser en chirurgie orthopédique (VIS.OR.BAR). Cette purification

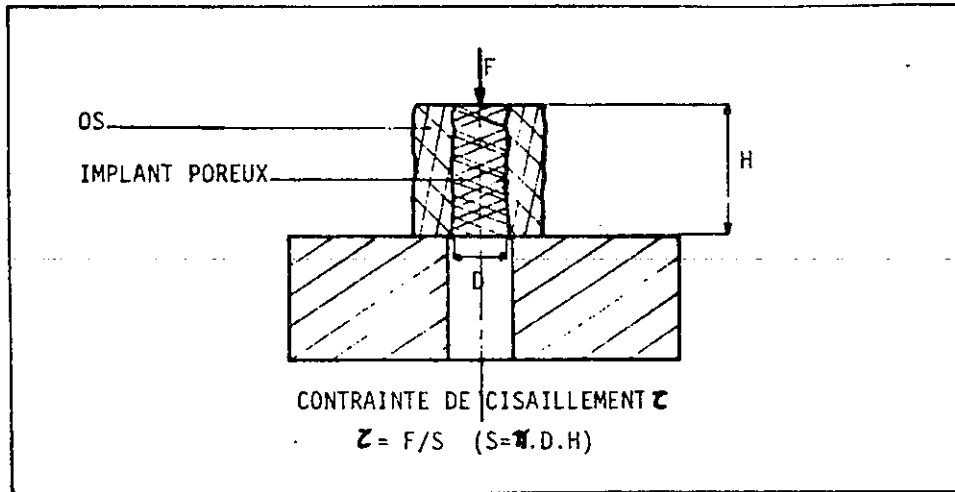


Figure 2 : ESSAI D'EXPULSION ("PUSH-OUT").

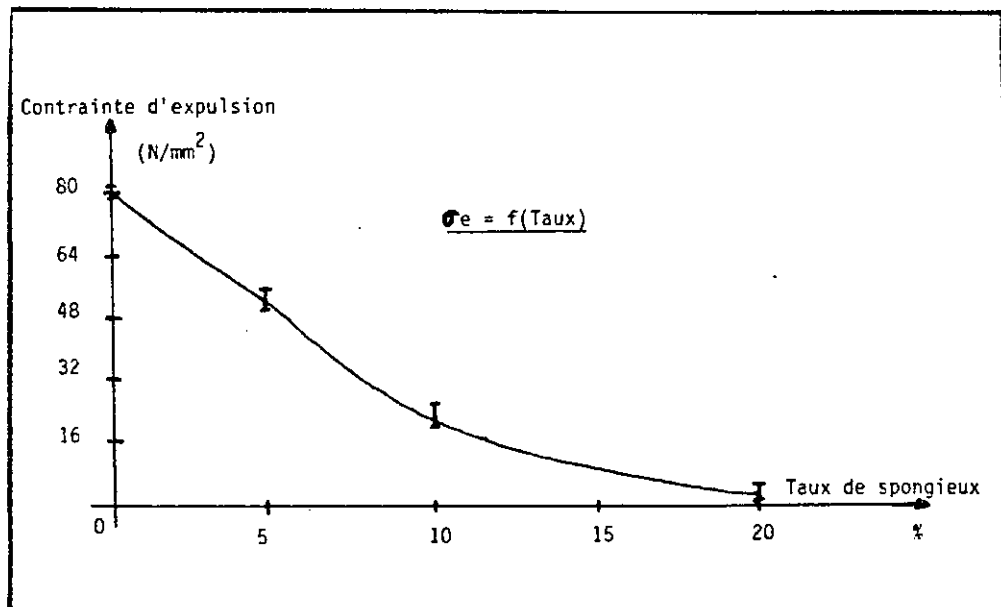


Figure 3 : EVOLUTION DE LA RESISTANCE A L'EXPULSION EN FONCTION DU TAUX D'OS SPONGIEUX A L'INTERFACE.

augmente sa densité et améliore la propriété essentielle du concept envisagé: son hydrophilie.

Les propriétés élastiques du matériau, et en particulier le module d'Young défini par la méthode de propagation des ultrasons, sont nettement supérieures à celles du ciment acrylique (PMMA) actuellement employé dans la plupart des services de chirurgie orthopédique. De plus, ce module ($16,7 \text{ GN/m}^2$) est plus proche de celui obtenu pour l'os fémoral cortical ($23,4 \text{ GN/m}^2$), que le module des alliages en titane des prothèses actuelles (120 GN/m^2).

D'autre part, l'assemblage matériau-os fémoral que nous avons testé présente une excellente résistance aux efforts de dissociation lorsque la plus grande partie de l'os spongieux fémoral a été enlevée lors de la mise en place de l'implant. La contrainte maximale permettant alors l'expulsion du matériau du canal médullaire fémoral est de 80 MN/m^2 alors que les contraintes de cisaillement siégeant à l'interface queue de prothèse-diaphyse fémorale sont d'environ $4,5 \text{ MN/m}^2$ pour un individu de 70 kg.

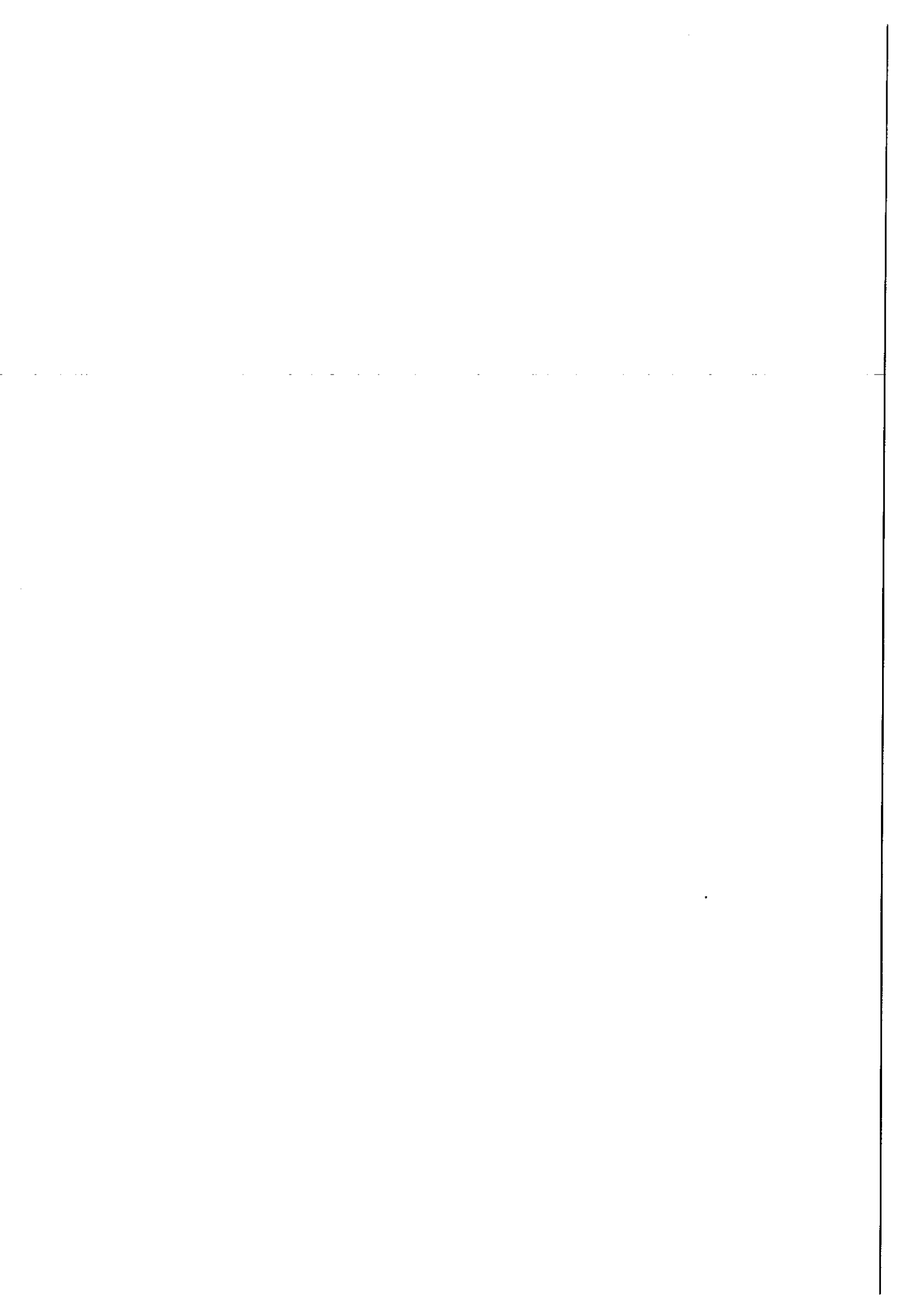
Par l'utilisation du matériau viscosse, les micro-mouvements responsables de nombreux descellements des prothèses de hanche devraient être supprimés et accroître la durée d'implantation des éléments prothétiques.

VII. CONCLUSION.

Du seul point de vue biomécanique, la cellulose régénérée selon le procédé viscosse de type "VIS.OR.BAR", correspond au matériau souhaité pour la confection d'une gaine d'ajustage des queues de prothèse de hanche. Cette gaine sera capable d'assurer in vivo un scellement intrafémoral de la prothèse par "joint d'effort modulable".

VIII. REFERENCES.

- 1 - POMMIER J.C., POUSTIS J., BAQUEY Ch., CHAUVEAUX D.- Brevet Européen n° 87.401.640.5., et Brevet Français n° 86.10.331 (16/7/1986).
- 2 - NEVELL T.P., ZERONIAN S.H.-"Cellulose chemistry and its applications". Ellis Horwood Ed., 457-469, 1985.



23 ème G. F. R. de BORDEAUX 88

**EFFETS DU RAYONNEMENT γ ET DE LA TENEUR EN
SOUFRE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DU
BIOMATERIAU "ELASTINE-FIBRINE".**

**BARBIE Ch., ANGIBAUD C., LEFEBVRE F., RABAUD M.
INSERM U.306 , UNIVERSITE DE BORDEAUX II
146, RUE Léo Saignat , 33076 BORDEAUX Cedex.**

Résumé

Le nouveau biomatériau fabriqué à partir d'élastine et de fibrine possède des propriétés mécaniques qu'il est nécessaire de préciser : l'élasticité, la contrainte apparente élastique à la rupture et les déformations correspondantes. De plus, l'utilisation du rayonnement γ pour stériliser ce produit et l'emploi des dérivés du soufre, utilisé en premier lieu comme antiseptique (merceptyl, thiourée, cystéine), ont une incidence sur ces propriétés, à cause de la formation d'une néo-réticulation.

Suivant l'emploi auquel le matériau est destiné, il devra être solide ou pas, élastique ou pas...., ces deux traitements pouvant intervenir séparément ou en synergie. Ainsi le biomatériau sera prêt à l'emploi dans divers domaines de la chirurgie où il peut être considéré comme un véritable tissu artificiel de renfort ou de substitution.

**ABOUT SOME FACTORS AFFECTING MECHANICAL
PROPERTIES OF THE ELASTIN-FIBRIN BIOMATERIAL.**

Abstract

Some physical properties : elasticity, mechanical strength,... of a new biomaterial made of elastin and fibrin were investigated. It is shown that γ -ray irradiation to sterilize the product and sulfur derivatives (merceptyl, thiourea, cystein...) working as reticulating agent did modify these properties. According as the biomaterial needs to be tense or not, strong or not, elastic or not...both physical process could intervene separately or in synergy. Consequently, the material is ready to use in several surgical domains as a true artificial connective matrix.

I. INTRODUCTION

La reconstitution in vitro d'un tissu conjonctif permet la réalisation d'un biomatériau dont la formation résulte de la réaction covalente du monomère de fibrine avec l'élastine en même temps que le fibrinogène, la qualité du matériau est nettement améliorée, de la même manière que lors de l'addition d'une petite quantité de collagène. Toutes ces réactions avec l'élastine conduisent à l'ébauche d'une matrice conjonctive. Une étude préalable de cette matrice, par microscopie électronique à balayage (Figure 1), révèle que l'addition ultérieure, aux ingrédients constituant la matrice, de dérivés soufrés d'une part et de l'exposition aux rayonnements γ d'autre part, modifient favorablement la structure et donc la cohésion de ce biomatériau. Une nouvelle réticulation est ainsi créée entre les fibrilles d'élastine et les fibres de fibrine polymérique.

La présente étude concerne la détermination des propriétés mécaniques de ces matériaux en fonction des doses de rayonnement γ et des concentrations de dérivés soufrés (thiourée, cystéine).

II. LE BIOMATERIAU "ELASTINE-FIBRINE"

L'élastine est extraite du ligament de la nuque de boeuf, elle est ensuite pulvérisée par broyage et tamisée (400 mesh), puis lavée et équilibrée dans un tampon phosphate à pH 7,4.

La solution du cryoprécipité est constituée de fibrinogène (40 g/l), de fibronectine (10 g/l) et du facteur XIII de la coagulation provenant de sang humain. Ces protéines lyophilisées du plasma sont dissoutes dans le tampon phosphate. La préparation d'élastine (200 mg dans 2 ml de tampon) est mélangée à la solution de protéines du cryoprécipité (1 ml), à laquelle du collagène (0,6 ml) a été rajouté. La réaction de solidification est initiée par la présence d'ion Ca^{++} (2 ml) dans le tampon phosphate et par la thrombine. Le mélange est immédiatement versé dans un moule à 37°C en forme d'haltère dont les dimensions ont été calculées pour obtenir des éprouvettes normalisées après le retrait du matériau dû à sa prise en masse et à sa dessiccation.

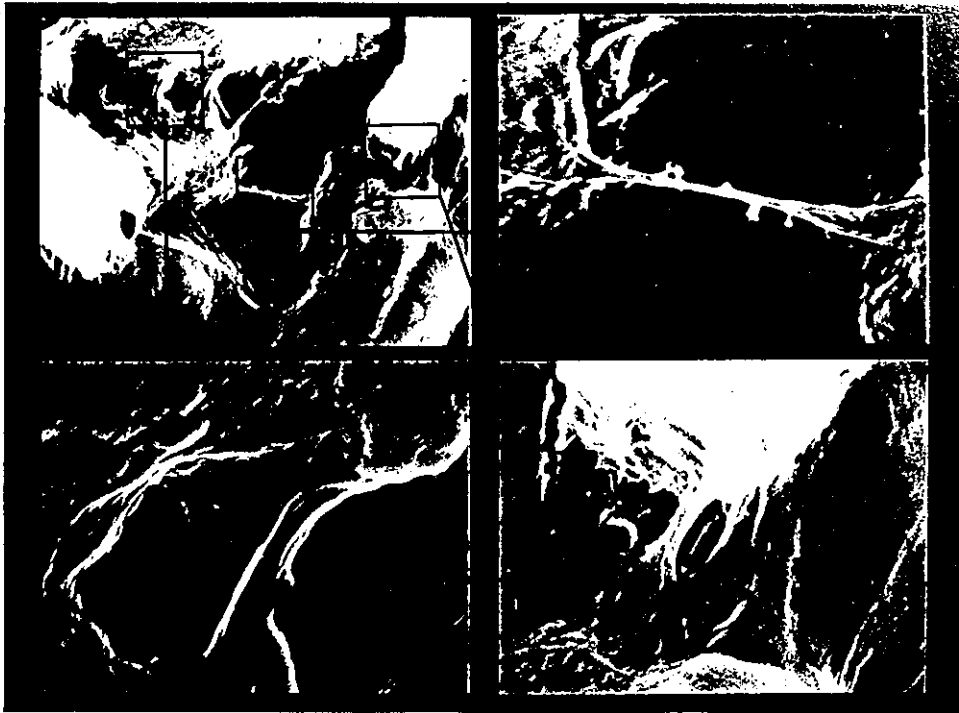


Figure 1 : Néo- réticulation du biomatériau élastine-fibrine due à l'effet synergétique du dérivé soufré (thiourée) et du rayonnement γ .

Agrandissement : x 5.000 - x 20.000

III. EVALUATION DES PROPRIETES MECANIQUES

Essais de traction:

La forme en haltère des éprouvettes de section rectangulaire suit la norme NF-T-51-034 concernant les essais mécaniques en traction des matériaux de type plastique.

Pour évaluer les effets du rayonnements γ , les essais mécaniques sont effectués sur une machine de traction compression de la société LLOYD-INSTRUMENT (modèle T 2K) équipée d'un capteur de traction de 50 N (précision 0,5 %), avec des attaches adaptées à nos éprouvettes. Comme le matériau à base d'élastine a présenté, lors d'essais préliminaires, une déformation élastique importante nous avons maintenu une vitesse d'étirement de 100 mm/mn.

Les conséquences de l'addition de thiourée (soufre) sur le comportement mécanique du matériau ont été déterminées lors d'essais en traction réalisés sur une machine conçue spécialement pour des matériaux de faibles résistance tels que les tendons, la peau et les tissus musculaires. Cet instrument nous a permis la réalisation d'essai plus précis à la vitesse d'étirement de 10 mm/mn.

Les propriétés mécaniques:

Les propriétés liées à la résistance mécanique du matériau ont été établies en mesurant la contrainte et la déformation des éprouvettes jusqu'à leur rupture. Dans chaque cas, six échantillons standards ont été testés sur la machine d'essai qui leur a appliqué une traction constante. La déformation et la contrainte, c'est à dire, l'allongement de la longueur initiale entre les deux attaches, étaient couplés au pont de mesure de la charge appliquée à l'éprouvette et les signaux électriques correspondants recueillis au niveau d'un enregistreur x,y.

Ainsi l'échantillon était étiré jusqu'à sa rupture et la courbe charge-allongement enregistrée. Ces courbes nous ont tout d'abord fourni des paramètres tels que la charge (F_r) et l'allongement à la rupture (Δl_r) ainsi que la contrainte (σ_r) et la déformation à la rupture (τ_r). De plus la

contrainte apparente élastique (σ_e) et le module d'élasticité (E) (module d'Young) sont obtenus par calcul à partir des courbes "charge-allongement" (Figure 2).

Pour chaque paramètre, la moyenne et l'écart type de la moyenne ont été calculés pour effectuer la comparaison des échantillons. Une analyse statistique paramétrique de la variance par la méthode de Fisher a été réalisée, suivie d'un test apparié de Student.

IV. EFFET DU RAYONNEMENT

Les irradiations ont été effectuées dans un irradiateur ORIS de type IBL 137 contenant une source de Cs^{137} dont le débit de dose au centre de la chambre de l'irradiateur est de 3,2 kGray/h lors de cette étude. Chaque série d'éprouvettes destinées aux essais était exposée au rayonnement γ pendant une durée correspondant aux différentes doses:

t_0	=	0 h 00 mn	(0 kGray)
t_{10}	=	3 h 48 mn	(10 kGray)
t_{25}	=	7 h 36 mn	(25 kGray)
t_{50}	=	15 h 12 mn	(50 kGray)

Tous les échantillons subissent ensuite les essais de traction pour définir le comportement à l'étirement du matériau (Tableau 1). Il n'apparaît aucune différence significative ($p < 0,05$) pour l'ensemble contrainte-déformation (σ_r , σ_e et τ_r) jusqu'à une dose d'irradiation de 25 kGray. Par contre, le module d'élasticité du matériau diminue lorsque cette dose dépasse 10 kGray (Figure 3), la différence est significative ($p < 0,05$) entre les groupes 0-10 et 25-50 kGray. Le meilleur résultat élasticité-résistance est donc atteint à la dose d'irradiation de 25 kGray qui sera employée pour la suite de l'étude.

V. EFFET DE L'ADDITION DE DERIVES SOUFRES

Le dérivé soufré employé est de la thiourée qui est ajoutée à différentes quantités lors de la réalisation du mélange des éléments de base du matériau. Les éprouvettes sont ensuite exposées au rayonnement γ et

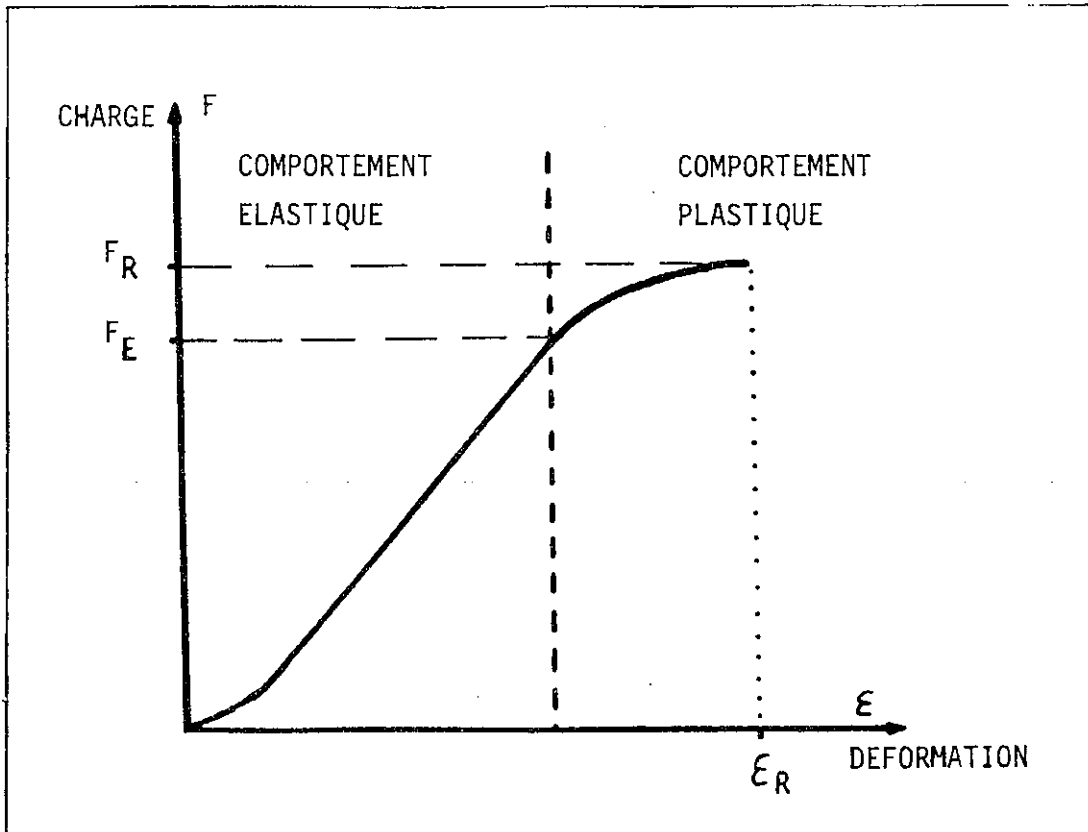


Figure 2 : Courbes charge - allongement du matériau.

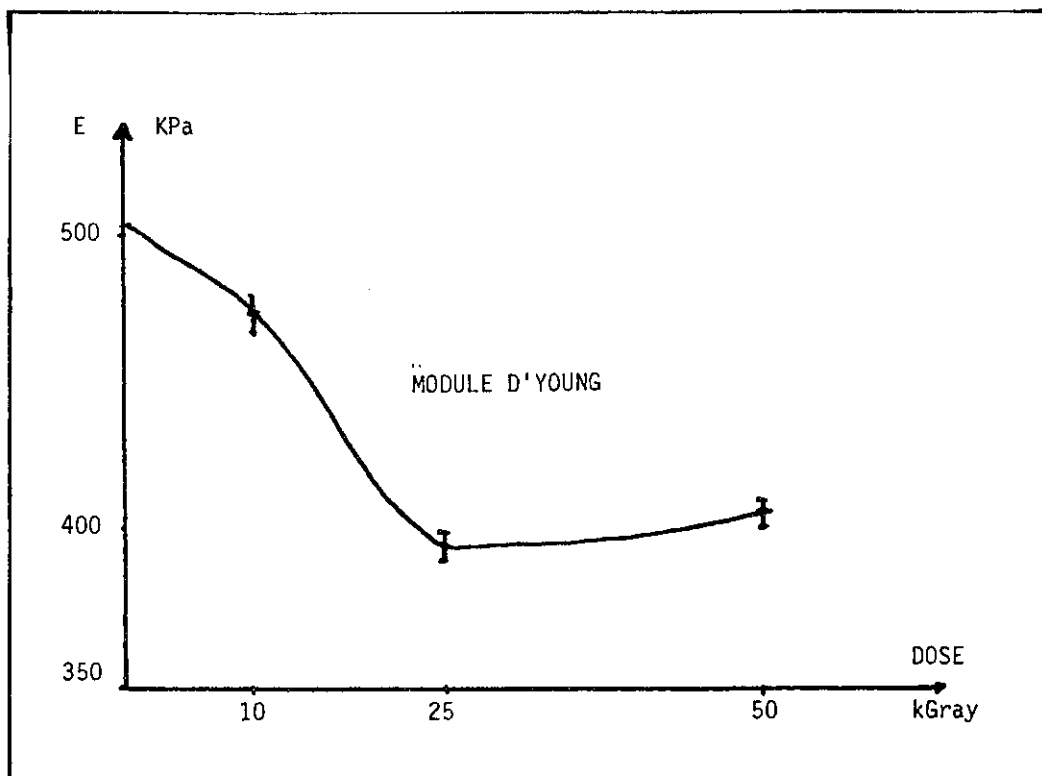


Figure 3 : Variation des propriétés mécaniques en fonction de la dose d'irradiation.

reçoivent une dose de 25 kGray avant d'être étirées.

Au vu des résultats (Tableau 2), la présence de thiourée en quantité supérieure à 0,5 mg provoque une diminution de l'ensemble contrainte-module d'élasticité. Seule la déformation totale augmente jusqu'à une addition de 0,5 mg de thiourée et se stabilise ensuite ; les déformations dues à des doses supérieures à 0,5 mg n'étant pas significativement différentes ($p < 0,05$).

Le module d'élasticité et la contrainte apparente élastique varient de la même façon. L'addition de 0,2 mg de thiourée (0,1 %) ne provoque pas de variation significative de ces deux paramètres par rapport à l'état initial ($p < 0,05$). Il est à noter que pour obtenir un matériau résistant et élastique, la dose de thiourée à administrer sera de 0,1 mg soit 0,05 % en poids du matériau (Figure 4).

VI. DISCUSSION

L'objectif du présent travail était de déterminer les propriétés mécaniques du nouveau matériau "élastine-fibrine" dont la cohésion peut être nettement améliorée par des traitements physiques et chimiques : rayonnement γ et dérivés du soufre, en vue de rendre ce matériau prêt à l'emploi dans n'importe quelle situation chirurgicale.

En vue d'apprécier les performances de ce matériau in vivo, il est nécessaire de définir ses propriétés in vitro: son élasticité, sa résistance élastique apparente, sa résistance à la rupture et sa déformation. Tous ces paramètres peuvent être modulés par les deux traitements.

Tous d'abord, le matériau est rendu stérile par l'exposition aux rayonnements γ qui est le moyen le plus approprié pour ce genre de matériau. Par ailleurs, une observation préalable a montré que l'utilisation du soufre conduisait à une modification de ses propriétés physiques. En fait, l'influence des rayonnements γ sur les propriétés mécaniques du matériau est directement liée à la dose à laquelle celui-ci est exposé. Ainsi son élasticité augmente avec la dose jusqu'à 25 kGray puis demeure constante même si celle-ci augmente. Dans le même temps la résistance diminue à partir de cette dose charnière de 25 kGray. En conséquence, cette dose d'irradiation,