



**HAL**  
open science

# L'état de surface du titane et de ses alliages en implantologie. Comparaison des implants dentaires de marques différentes

Ayham Mousa

## ► To cite this version:

Ayham Mousa. L'état de surface du titane et de ses alliages en implantologie. Comparaison des implants dentaires de marques différentes. Sciences du Vivant [q-bio]. 2012. hal-01738966

**HAL Id: hal-01738966**

<https://hal.univ-lorraine.fr/hal-01738966v1>

Submitted on 20 Mar 2018

**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.



## AVERTISSEMENT

Ce document est le fruit d'un long travail approuvé par le jury de soutenance et mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact : [ddoc-thesesexercice-contact@univ-lorraine.fr](mailto:ddoc-thesesexercice-contact@univ-lorraine.fr)

## LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

[http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\\_droi.php](http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php)

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>



**ACADEMIE NANCY METZ**

---

**UNIVERSITE DE LORRAINE  
FACULTE DE CHIRURGIE DENTAIRE**

Année 2012

N° 3981

**THESE**

POUR LE

**DIPLOME D'ETAT DE DOCTEUR EN**

**CHIRURGIE DENTAIRE**

PAR

**Ayham MOUSA**

Né le 23 Novembre 1982 à Damas (SYRIE)

**L'ETAT DE SURFACE DU TITANE ET DE SES ALLIAGES EN  
IMPLANTOLOGIE  
COMPARAISON DES IMPLANTS DENTAIRES DE MARQUES DIFFERENTES**

Présenté et soutenue publiquement le : 29 Juin 2012

Membres du jury :

Pr. J.P ARTIS

Dr. P. BRAVETTI

Dr. J.M. MARTRETTE

Dr. N. TRAN

Dr. B. PHULPIN

Professeur 1<sup>er</sup> grade

Maître de Conférences des Universités

Maître de Conférences des Universités

Maître de Conférences des Universités

Assistante Hospitalier Universitaire

Président

Juge

Juge

Juge

Juge

Vice-Doyens : Pr Pascal AMBROSINI – Pr Francis JANOT - Dr Céline CLEMENT

Membres Honoraires : Dr L. BABEL – Pr. S. DURIVAUX – Pr A. FONTAINE – Pr G. JACQUART – Pr D. ROZENCWEIG - Pr M. VIVIER

Doyen Honoraire : Pr J. VADOT

<b>Sous-section 56-01</b> Odontologie pédiatrique	Mme M. M. Mme Mlle	<u>DROZ Dominique (Desprez)</u> PREVOST Jacques BOCQUEL Julien JULHIEN-COSTER Charlotte PHULPIN Bérengère	Maître de Conférences* Maître de Conférences Assistant Assistante Assistante
<b>Sous-section 56-02</b> Orthopédie Dento-Faciale	Mme M. M. Mlle	<u>FILLEUL Marie Pierryle</u> BOLENDER Yves EGLOFF Benoît PY Catherine	Professeur des Universités* Maître de Conférences Assistant Assistante
<b>Sous-section 56-03</b> Prévention, Epidémiologie, Economie de la Santé, Odontologie légale	Mme M.	<u>CLEMENT Céline</u> JANOT Francis	Maître de Conférences* Professeur Contractuel
<b>Sous-section 57-01</b> Parodontologie	M. Mme M. M. M. M.	<u>AMBROSINI Pascal</u> BISSON Catherine MILLER Neal PENAUD Jacques GALLINA Sébastien JOSEPH David	Professeur des Universités* Maître de Conférences* Maître de Conférences Maître de Conférences Assistant Assistant
<b>Sous-section 57-02</b> Chirurgie Buccale, Pathologie et Thérapeutique Anesthésiologie et Réanimation	M. M. M. M. M. M. M. Mme	<u>BRAVETTI Pierre</u> ARTIS Jean-Paul VIENNET Daniel WANG Christian BALLY Julien BAPTISTA Augusto-André CURIEN Rémi GUILLET Julie	Maître de Conférences Professeur 1er grade Maître de Conférences Maître de Conférences* Assistant Assistant Assistant Assistante
<b>Sous-section 57-03</b> Sciences Biologiques (Biochimie, Immunologie, Histologie, Embryologie, génétique, Anatomie pathologique, Bactériologie, Pharmacologie)	M. M. M.	<u>WESTPHAL Alain</u> MARTRETTE Jean-Marc YASUKAWA Kazutoyo	Maître de Conférences* Maître de Conférences* Assistant Associé
<b>Sous-section 58-01</b> Odontologie Conservatrice, Endodontie	M. M. M. M. M. M. Mlle	<u>ENGELS-DEUTSCH Marc</u> AMORY Christophe MORTIER Eric BALHAZARD Rémy CUNY Pierre PECHOUX Sophie	Maître de Conférences Maître de Conférences Maître de Conférences Assistant Assistant Assistant Assistante
<b>Sous-section 58-02</b> Prothèses (Prothèse conjointe, Prothèse adjointe partielle, Prothèse complète, Prothèse maxillo-faciale)	M. M. M. M. M. M. M. Mlle Mlle	<u>LOUIS Jean-Paul</u> ARCHIEN Claude DE MARCH Pascal SCHOUVER Jacques BARONE Serge LACZNY Sébastien MAGNIN Gilles MONDON-MARQUES Hélène RIFFAULT Amélie	Professeur des Universités* Maître de Conférences* Maître de Conférences Maître de Conférences Assistant Assistant Assistant Assistante Assistante
<b>Sous-section 58-03</b> Sciences Anatomiques et Physiologiques Occlusodontiques, Biomatériaux, Biophysique, Radiologie	Mlle M. Mme M. Mme	<u>STRAZIELLE Catherine</u> RAPIN Christophe (Sect. 33) MOBY Vanessa (Stutzmann) SALOMON Jean-Pierre JAVELOT Cécile (Jacquelin)	Professeur des Universités* Professeur des Universités* Maître de Conférences* Maître de Conférences Assistante Associée

*Par délibération en date du 11 décembre 1972,  
la Faculté de Chirurgie Dentaire a arrêté que  
les opinions émises dans les dissertations  
qui lui seront présentées  
doivent être considérées comme propres à  
leur auteurs et qu'elle n'entend leur donner  
aucune approbation ni improbation.*

A NOTRE PRESIDENT DU JURY

**Professeur ARTIS Jean-Paul**

Chevalier de l'Ordre National du Mérite  
Docteur en Chirurgie Dentaire  
Docteur en Sciences Odontologiques  
Docteur de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg  
Habilité à diriger des Recherches  
Professeur 1<sup>er</sup> grade-Praticien Hospitalier  
Sous-section : Chirurgie Buccale, Pathologie et thérapeutique, Anesthésiologie  
et Réanimation.

*Vous nous avez fait un grand honneur en acceptant la présidence de ce jury.*

*Nous vous remercions de nous avoir transmis votre passion de la profession à travers vos enseignements de qualité.*

*Travailler à vos côtés nous a donné un remarquable exemple de générosité et de bienveillance auprès nos patients.*

*Veillez trouver ici l'expression de notre sincère gratitude et de notre profond respect.*

A NOTRE JUGE ET DIRECTEUR DE THESE

**Docteur BRAVETTI Pierre**

Docteur en Chirurgie Dentaire  
Directeur du Collégium Santé de l'Université de Lorraine  
Docteur de l'Université René Descartes de Paris V  
Maitre de Conférences des Universités- Praticien Hospitalier  
Responsable de la Sous-section : Chirurgie Buccale, Pathologie et  
thérapeutique, Anesthésiologie et Réanimation.

*Nous sommes très sensibles au fait que vous ayez  
accepté de diriger ce travail.*

*Vous avez su nous guider grâce à l'étendue de vos  
connaissances et à votre ouverture d'esprit. Nous nous  
souviendrons toujours de la sympathie dont vous avez  
fait preuve à notre égard.*

*Veillez trouver ici l'expression de nos sincères  
remerciements et de notre profond respect.*

A NOTRE JUGE

**Docteur MARTRETTE Jean Marc**

Docteur en Chirurgie Dentaire  
Doyen de la Faculté d'Odontologie de Nancy  
Chef de Service du CSERD de Nancy  
Docteur en Sciences Pharmacologiques  
Maitre de Conférences des Universités- Praticien Hospitalier  
Habilité à diriger des Recherches  
Sous-section : Sciences biologiques (Biochimie, Immunologie, Histologie,  
Embryologie, Génétique, Anatomie pathologique, Bactériologie,  
Pharmacologie)

*Vous nous remercions d'avoir accepté de  
participer à ce jury et de l'intérêt que vous avez porté à  
notre travail.*

*Veillez trouver ici l'expression de notre sincère  
gratitude et de notre profond respect.*

A NOTRE JUGE

**Docteur TRAN Nguyen**

Maitre de Conférences des Universités  
Directeur Opérationnel, Ecole de Chirurgie, Faculté de Médecine de Nancy  
Directeur Adjoint du Collégium Santé de l'Université de Lorraine  
Docteur en Sciences Pharmacologiques

*Vous nous avez fait l'honneur et le grand plaisir de participer à ce jury de thèse.*

*Nous vous remercions d'avoir sympathiquement encadré ce travail, qui a développé notre esprit de recherche et nous a permis de découvrir d'autres disciplines scientifiques.*

*Veillez trouver ici l'expression de notre sincère gratitude et de notre profond respect.*

A NOTRE JUGE

**Docteur PHULPIN Bérangère**

Docteur en Chirurgie Dentaire  
Assistant hospitalier Universitaire  
Sous-section : Pédodontie.

*Nous vous remercions d'avoir accepté de participer à ce jury, et de nous avoir aidés dans ce travail.*

*Nous avons su apprécier votre disponibilité et les précieux conseils que vous nous avez prodigués pendant ce travail*

*Veillez trouver ici l'expression de notre sincère gratitude et de notre profond respect.*

Je dédie ce travail,

A celui qui m'a donné la passion, la volonté de toujours avancer et le respect dans ma vie, mon père.

Professeur Marwan MOUSA

A celle qui m'a porté pendant neuf mois, qui m'a appris à être la personne que je suis aujourd'hui, ma mère.

Hayat HINDAWI

A celui qui a passé toutes ces années à mes côtés, notre enfance, notre adolescence et en espérant le reste de notre vie, mon frère.

Ahmad

A mes deux anges sur cette terre, mes sœurs.

Alaa et Israa

A ma petite puce né le 1<sup>er</sup> avril de cette année, et ma femme qui m'a supporté tout le long, et qui va me supporter encore et encore.

Noha et Jérémie

A mes amis qui me soutienne dans ma vie, Tarek, Muhannad, Laith, Hassan, Bassem, Iyad.

A toute la bande de ma promo. Que je suis content de vous avoir connu. Que de bon moment. Vous avez fait de ce passage à la faculté dentaire de Nancy une étape mémorable de bonheur de ma vie. Thibault, Clément, Mathieu, Thomas, Rodolphe et tous ceux que n'ai pas cité.. Encore merci

Je tiens à remercier également toute l'équipe de la scolarité de la faculté de chirurgie dentaire pour leur grand compréhension et gentillesse à mon égard, en particulier : Mlle. Laetitia SABY et Mme Viviane THIEBAUT.

Et finalement, je dédie ce travail à tous les victimes de violence dans ce monde, en espérant que la guerre s'arrêtera un jour.

## **Introduction :**

Dans nos pratiques de tous les jours en tant que chirurgien-dentiste, nous sommes confrontés à un problème majeur qui est le remplacement des dents manquantes sur l'arcade dentaire afin de restaurer les fonctions de l'appareil dentaire, telles que la mastication, l'esthétique et la phonation.

L'avancé de l'implantologie nous a permis d'améliorer nos restauration prothétiques, ainsi, les technique conventionnelles de prothèses cèdent, petit à petit, la place aux prothèses sur implants grâce à un confort et à une esthétique améliorés pour nos patients.

De ce fait, la demande de ce type de prothèses a explosé et le nombre d'implants posés chaque année n'a cessé d'augmenter durant ces 10 dernières années.

Le succès clinique des implants dentaires à court terme est basé sur leurs ostéointegration dans le tissu osseux, ce qui est obtenu par un protocole chirurgicale rigoureux et un une prothèse sur implant conforme avec les règles de l'occlusion.

Après la chirurgie, l'implant interagit avec les fluides biologiques et le tissu osseux. La vitesse d'apposition de tissu osseux sur l'implant est primordiale pour un ostéointegration et une mise en fonction plus rapide de la prothèse. Pendant la période écoulée entre la pose et l'ostéointegration, le patient garde sa prothèse conventionnelle, reste édenté ou profite d'une prothèse provisoire sur l'implant. La durée d'attente dépend de la qualité d'os du patient et de la forme géométrique, de l'état de surface et du matériau de l'implant.

Afin de raccourcir le délai de la mise en fonction définitive de l'implant, les fabricants d'implants essayent d'améliorer la réponse biologique à leurs implants par différents procédés de traitement de surfaces.

Dans la premier partie cette étude, nous allons détailler les méthodes de traitement de surface les plus utilisées en implantologie. Ensuite, nous comparerons les états de surface de six marques d'implants vendus en France.

**Première partie**

***LES TRAITEMENTS DE SURFACE DU  
TITANE ET DE SES ALLIAGES***

## I. Généralités :

### 1. Le titane et ses alliages :

Le titane a été découvert pour la première fois en Angleterre en 1790 par William GREGOR. Il tient son nom des premiers enfants des dieux sur terre dans la mythologie grecque, les titanes, par l'allemand Martin Heinrich KLAPROTH en 1795.

Il a fallu attendre l'année 1939 pour que le Professeur luxembourgeois Wilhelm Justin KROLL dépose un brevet pour un procédé de réduction par carbo-chloruration de l'oxyde de titane ce qui a permis la production du titane à des coûts raisonnables.

C'est un métal de transition du groupe IV, période 4 dans le tableau périodique des éléments, avec un numéro atomique 22. Comme tous les métaux de transition, le titane remplit progressivement une sous-couche électronique ( d ) en dessous d'une sous-couche ( s ) saturé conformément à la règle de Klechkowski (Ti :Titane :  $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 4s^2 3d^2$  ). Il peut ainsi former des ions avec une grande variété d'états d'oxydation (Monoxyde de titane TiO, trioxyde de dititane  $Ti_2O_3$ , dioxyde de titane  $TiO_2$ , trioxyde de titane  $TiO_3$ )

Le titane dit commercialement pur, est en réalité un alliage avec un maximum de 1% d'autres atomes. Son point de fusion est de  $1668^\circ C$  à l'état pur, il est siège de transformation allotropique de type martensitique au voisinage de  $882^\circ C$  (température de transition  $\alpha \rightarrow \beta$ , appelée transus  $\beta$ ) :

- En dessous de cette température, la structure cristallographique est hexagonale pseudo-compacte, elle est appelée  $\alpha$ .
- Au-dessus de cette température la structure cristallographique est cubique centrée, elle est appelée  $\beta$ .

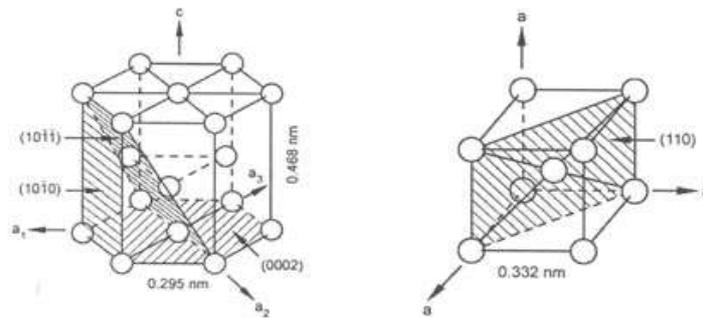


Figure 1 : Structure cristallographique des mailles  $\alpha$  et  $\beta$  du titane.

La température exacte de transformation est largement influencée par les éléments alliés au titane :

- éléments d'additions qui stabilisent la phase  $\alpha$  (éléments alphagènes comme : Aluminium, gallium, germanium, carbone, bore, oxygène et nitrogène)
- éléments d'additions qui stabilisent la phase  $\beta$  (éléments betagènes : Molybdène, vanadium, niobium, fer, cobalt, nickel, cuivre)
- éléments d'additions qui sont neutre par rapport à la structure cristallographique du titane (comme le zirconium Zr).

Les propriétés de l'alliage dépendent de sa composition, des proportions relative des phases  $\alpha$  et  $\beta$ , du traitement thermique et des conditions des processus thermo-mécaniques. Par exemple, les alliages  $\beta$  ont un faible module d'élasticité et une résistance supérieure à la corrosion.

L'alliage Nickel-Titanium, souvent appelé NITINOL (Ni: Nickel, Ti Titanium, NOL: National Ordnance Laboratory, le laboratoire où Buehler a découvert cet alliage), est un alliage composé de 55% de Nickel et de 45% de Titane. Il possède la propriété de mémoire de forme grâce à la transformation martensitique thermoélastique.

L'ASTM (American Society for Testing and Materials) a classé les alliages de titane selon la composition chimique, leurs propriétés physiques et leurs propriétés mécaniques, en plusieurs grades. (Tableau 1)

Les grades de 1 à 4 sont considérés comme un titane commercialement pur.

## **Tableau 1 : Classification ASTM pour les alliages de titane :**

Grade 1—Unalloyed titanium, low oxygen,  
Grade 2—Unalloyed titanium, standard oxygen,  
Grade 2H—Unalloyed titanium (Grade 2 with 58 ksi minimum UTS),  
Grade 3—Unalloyed titanium, medium oxygen,  
Grade 4—Unalloyed titanium, high oxygen,  
Grade 5—Titanium alloy (6 % aluminum, 4 % vanadium),  
Grade 6—Titanium alloy (6 % aluminum, 7% Nb7),  
Grade 7—Unalloyed titanium plus 0.12 to 0.25 % palladium, standard oxygen,  
Grade 7H—Unalloyed titanium plus 0.12 to 0.25 % palladium (Grade 7 with 58 ksi minimum UTS),  
Grade 9—Titanium alloy (3 % aluminum, 2.5 % vanadium),  
Grade 11—Unalloyed titanium plus 0.12 to 0.25 % palladium, low oxygen,  
Grade 12—Titanium alloy (0.3 % molybdenum, 0.8 % nickel),  
Grade 13—Titanium alloy (0.5 % nickel, 0.05 % ruthenium),  
Grade 14—Titanium alloy (0.5 % nickel, 0.05 % ruthenium),  
Grade 15—Titanium alloy (0.5 % nickel, 0.05 % ruthenium),  
Grade 16—Unalloyed titanium plus 0.04 to 0.08 % palladium, standard oxygen,  
Grade 16H—Unalloyed titanium plus 0.04 to 0.08 % palladium (Grade 16 with 58 ksi minimum UTS),  
Grade 17—Unalloyed titanium plus 0.04 to 0.08 % palladium, low oxygen,  
Grade 18—Titanium alloy (3 % aluminum, 2.5 % vanadium) plus 0.04 to 0.08 % palladium,  
Grade 19—Titanium alloy (3 % aluminum, 8 % vanadium, 6 % chromium, 4 % zirconium, 4 % molybdenum),  
Grade 20—Titanium alloy (3 % aluminum, 8 % vanadium, 6 % chromium, 4 % zirconium, 4 % molybdenum) plus 0.04 to 0.08 % palladium,  
Grade 21—Titanium alloy (15 % molybdenum, 3 % aluminum, 2.7 % niobium, 0.25 % silicon),  
Grade 23—Titanium alloy (6 % aluminum, 4 % vanadium with extra low interstitial elements, ELI),  
Grade 24—Titanium alloy (6 % aluminum, 4 % vanadium) plus 0.04 % to 0.08 % palladium,  
Grade 25—Titanium alloy (6 % aluminum, 4 % vanadium) plus 0.3 to 0.8 % nickel and 0.04 to 0.08 % palladium,  
Grade 26—Unalloyed titanium plus 0.08 to 0.14 % ruthenium,  
Grade 26H—Unalloyed titanium plus 0.08 to 0.14 % ruthenium (Grade 26 with 58 ksi minimum UTS),  
Grade 27—Unalloyed titanium plus 0.08 to 0.14 % ruthenium,  
Grade 28—Titanium alloy (3 % aluminum, 2.5 % vanadium) plus 0.08 to 0.14 % ruthenium,  
Grade 29—Titanium alloy (6 % aluminum, 4 % vanadium with extra low interstitial elements, ELI) plus 0.08 to 0.14 % ruthenium,  
Grade 32—Titanium alloy (5 % aluminum, 1 % tin, 1 % vanadium, 1 % zirconium, 0.8 % molybdenum),  
Grade 33—Titanium alloy (0.4 % nickel, 0.015 % palladium, 0.025 % ruthenium, 0.15 % chromium),  
Grade 34—Titanium alloy (0.4 % nickel, 0.015 % palladium, 0.025 % ruthenium, 0.15 % chromium),  
Grade 35—Titanium alloy (4.5 % aluminum, 2 % molybdenum, 1.6 % vanadium, 0.5 % iron, 0.3 % silicon),  
Grade 36—Titanium alloy (45 % niobium),  
Grade 37—Titanium alloy (1.5 % aluminum), and  
Grade 38—Titanium alloy (4 % aluminum, 2.5 % vanadium, 1.5 % iron).

## **2. L'alliage Ti6Al4V ou Grade 5.**

L'alliage de titane grade 5 (aussi appelé TA6V ou Ti 6Al 4V ou Ti6-4, alliage de Titane, Aluminium, Vanadium, avec : O <0,20 ; Fe <0,40 ; H <0,015 ; C <0,10 ; N <0,05 / Al = 5,5 – 6,75 / V = 3,5 – 4,5), est un alliage biphasé, avec une structure cristalline alpha-béta. La présence de l'aluminium, élément aphasé, donne une meilleure résistance mécanique à l'alliage. Le vanadium, élément bêtagène, facilite l'usinage et les différents processus de fabrication.

L'application du titane dans le domaine médical a commencé grâce aux avancées technologiques, dans les processus de fabrication des équipements militaires et aérospatiales, après la deuxième guerre mondiale. Les premiers alliages utilisés dans ce domaine étaient les alliages issus de l'industrie aérospatiale, qui était en pleine croissance au début des années 1960, permettant de mieux étudier les différents alliages de titane.

Parmi les différents alliages connus à l'époque, le titane grade 5 était un des premiers à être introduit dans le domaine médical en tant que matériau implantable. Sa biocompatibilité et sa résistance à la corrosion ont été largement étudiées et documentées, ce qui a donné un grand intérêt à ce grade de titane dans l'industrie médicale.

## **3. Les applications biomédicales de titane et ses alliages :**

Les propriétés physico-chimiques du titane et de ses alliages (telle que la biocompatibilité, la légèreté, une faible densité, une excellente résistance à la corrosion et un faible module d'élasticité) ont rendu ce matériau très intéressant pour plusieurs applications technologiques et médicales. En plus de ses applications médicales, le titane est largement utilisé dans plusieurs domaines comme : les Turboréacteurs, les turbines à gaz, les réacteurs chimiques, les moteurs de véhicules de sport ou de course, les articles de sport, l'horlogerie, la lunetterie et le bâtiment.

Les premières applications du titane dans le domaine médical, chirurgical et dentaire, ont été basées sur les avancées des procédés de fabrication induits par les exigences de l'industrie

aérospatiale et militaire après la deuxième guerre mondiale. Les applications du titane et de ses alliages peuvent être classées selon leurs fonctions biomédicales.

### A. Le remplacement du tissu dur :

Grâce aux propriétés biologique et mécanique, le titane et ses alliages sont largement utilisés dans le remplacement des tissus durs de l'organisme : les prothèses articulaire (genou, hanche), les os longs, les implants dentaires.

Le faible module d'élasticité du titane et de ses alliages est généralement vu comme un avantage biomécanique pour la répartition du stress dans l'os.



Figure 2 : Remplacement de l'articulation coxo-fémorale par une prothèse en titane



Figure 3 : Remplacement des dents par des implants en titane

## B. les applications cardiaques et cardio-vasculaires :

Le titane est utilisé dans les implants cardiovasculaires en raison de ses propriétés biologiques. Les premiers exemples d'applications étaient dans les prothèses valvulaires, les enveloppes de protection des stimulateurs cardiaques, les cœurs artificiels et les dispositifs vasculaires.

Récemment, l'utilisation de l'alliage nickel-titane (NITINOL), avec mémoire de forme, dans des dispositifs intravasculaires, comme les stents a reçu une attention considérable. Ils servent à maintenir les parois d'une artère endommagée ou occluse. Leur introduction, en forme comprimée à froid, est facilitée et ils reprennent la forme désirée à température corporelle.



Figure 4 : Prothèse de valve aortique en titane .

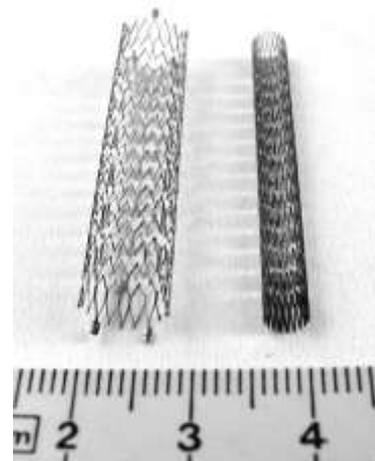


Figure 5 : Stent vasculaire en titane

Les avantages du titane dans les applications cardiovasculaires sont sa résistance, son inertie et son non-magnétisme. Il produit ainsi peu d'artefacts sous l'imagerie par résonance magnétique (MRI), qui est un outil diagnostique très puissant. Les cœurs artificiels faits entièrement de titane n'ont pas donné des résultats satisfaisants cliniquement, principalement

en raison des problèmes de coagulation sanguine sur la surface du dispositif (T.C. Rintoul, K.C. Bulter, D.C. Thomas et al. 1993)

### **C. Autres applications :**

En plus des os artificiels, des articulations et des implants dentaires, le titane et ses alliages de titane sont souvent utilisés dans la chirurgie orthopédique, essentiellement dans l'ostéosynthèse. Les agrafes à mémoire de forme, froides ou chaudes, sont utilisées en chirurgie de la main et du pied. Pour l'épaule, les ancrs à mémoire de forme permettent la réinsertion musculo-tendineuse.

En ORL, les implants ossiculaires super élastiques améliorent la reconstruction de la chaîne ossiculaire qui relie le tympan à l'oreille interne. Cette prothèse doit à la fois rester suffisamment rigide pour transmettre les vibrations, mais aussi assez souple pour éviter les risques de déplacements indésirables et faciliter la pose.



Figure 6 : Prothèses d'oreille moyenne en titane

En endodontie, les instruments titane-nickel, par leur super élasticité et flexibilité, permettent d'atteindre les zones apicales pour des actes de désinfection et de mise en forme.



Figure 7 : Exemple d'instruments pour mise en forme canalaire avec un alliage nickel titane.

L'alliage Nickel-Titane (NITINOL) est largement utilisé en orthodontie grâce sa mémoire de forme.



Figure 8 : Arcs orthodontiques en alliage NITINOL

## II- Les propriétés du Titane :

Un nombre considérable d'études ont été publiées sur la structure, la composition et les propriétés du titane et de ses alliages. Une grande partie des propriétés favorables résultent de la présence de la couche d'oxyde superficiel. Cette couche d'oxyde grandit spontanément sur la surface pendant l'exposition à l'air. L'excellente inertie chimique, la résistance à la corrosion et la biocompatibilité du titane et de la plupart de ses alliages sont due à la stabilité chimique et à la structure du film d'oxyde de titane à sa surface.

Cette couche d'oxyde est une couche amorphe, et est typiquement de 3 à 7 nanomètres d'épaisseur. Elle est composée principalement de dioxyde de titane  $TiO_2$ , qui est l'oxyde le plus stable.

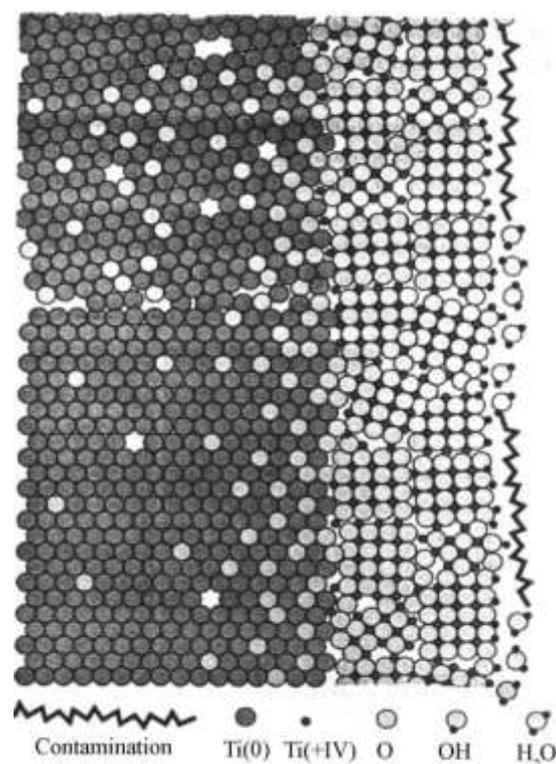
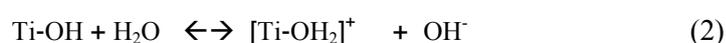


Figure 9 : Une représentation schématique de la couche d'oxyde sur la surface du titane pur exposée à l'air ambiant.

## 1. Les charges de surface pour une surface d'oxyde de titane hydratée :

Les ions hydroxydes (OH) liés aux cations métalliques possèdent des propriétés d'acide/base selon le type des cations métalliques et les liens avec ces cations. Les hydroxydes ou les hydro-complexes des cations polyvalents (par exemple.  $Ti^{IV}$ ) sont généralement "amphotériques", c'est-à-dire une molécule qui peut servir d'acide ou de base.

On peut montrer les équations d'hydrolyse de titane dans une solution aqueuse comme suit :



La réaction (1) mène à la formation de charges négatives sur la surface et la réaction (2) des charges positives. Un certain nombre d'études ont été publiées suggérant que la surface d'oxyde de titane possède deux groupes d'hydroxyde : acides et base.

Le point d'isoélectrique (IEP) est souvent utilisé comme mesure quantitative pour examiner les charges superficielles. Les valeurs d'IEP d'oxyde de titane varient de 5 à 6.7. Dans l'eau avec un pH neutre, une petite charge négative se forme sur la surface de titane du fait d'une fraction d'hydroxydes acides déprotonnés, tandis que presque tous les groupes basiques et une grande partie des groupes acides sont toujours présents au point neutre. Dans une solution aqueuse basique, la charge négative sur la surface de titane augmente avec l'augmentation du pH.

## 2. Propriétés corrosives :

Les matières implantées in vivo entrent initialement en contact avec les liquides extracellulaires de l'organisme, comme le sang et le liquide interstitiel. La concentration d'ion chlorure dans le plasma sanguin est de 113 mEq/l et dans le liquide interstitiel est de 117 mEq/l. C'est une concentration suffisamment élevée pour corroder les matériaux métalliques.

Les liquides corporels contiennent aussi des acides aminés et des protéines qui ont tendance à accélérer la corrosion (R.L. Williams, S.A. Brown, K. Merritt 1988). Le pH normal du sang et

du liquide interstitiel est physiologiquement compris entre 7.35 et 7.45. Cependant, le pH diminue à environ 5.2 dans le tissu dur après l'implantation et remonte à 7.4 à deux semaines.

Le pH du liquide corporel à la surface des matières peut changer selon les points isoélectriques des biomolécules adhérent à cette surface, comme les protéines. Indépendamment de la cause, la toxicité et l'allergie surviennent in vivo si les matériaux métalliques sont corrodés par les liquides corporels, menant à la libération d'ions métalliques dans ces liquides pendant une période prolongée de temps. Ces ions se combinent avec des biomolécules, comme les protéines et les enzymes. De ce fait, la résistance des biomatériaux métalliques à la corrosion est très importante.

À la différence de beaucoup d'autres types de matériaux, le titane et ses alliages se corrodent soit très rapidement ou extrêmement lentement selon les conditions environnementales. Quand il est en contact avec les liquides corporels (pH quasiment neutre), le titane a un taux de corrosion extrêmement bas et difficile à mesurer expérimentalement.

La résistance à la corrosion du titane résulte du film de dioxyde de titane qui protège le métal d'autre oxydation. Il est généralement accepté que le titane a une haute stabilité et une bonne résistance à la corrosion in vitro, bien qu'il y ait eu des rapports montrant l'accumulation de titane dans des tissus adjacents à l'implant (M. Browne, P.J. Gregson 2000), ce qui signifie une libération des ions métallique et un certain degré de corrosion in vivo.

### **3. propriétés mécaniques :**

Les propriétés mécaniques du titane et ses alliages sont récapitulées dans la Tableau 2 (M. Lomg, H.J. Rack, 1998).

Le titane est très prometteur dans l'orthopédie en raison de sa haute force spécifique et de son faible module d'élasticité. Cependant, le titane a une faible résistance à l'usure et à l'abrasion à cause de sa faible dureté.

Tableau 2 : les propriétés mécaniques du titane et de ses alliages.

Le nom de l'alliage	microstructure	module d'élasticité (Gpa)	Résistance à la rupture (Mpa)	Limite élastique (Mpa)
Ti	alpha	105	692	785
Ti-6Al-4V	alpha/beta	110	850-900	960-970
Ti-6Al-7Nb (protasul-100)	alpha/beta	105	921	1024
Ti-5Al-2.5Fe	alpha/beta	110	914	1033
Ti-12Mo-6Zr-2Fe (TMZF)	Metastable beta	74-85	1000-1060	1060-1100
Ti-15Mo-5Zr-3Al	Metastable beta	82	771	812
	Aged beta+alpha	100	1215	1310
Ti-Zr	Cast alpha/beta	N/A	N/A	900
Ti-13Nb-13Zr	alpha/beta	79	900	1030
Ti-15Mo-3Nb-0.3O (21SRx)	Métastable beta+silicides	82	1020	1020
	Métastable beta	55	530	590
Ti-35Nb-5Ta-7Zr (TNZT)	Métastable beta	66	976	1010
Ti-35Nb-5Ta-7Zr-0.4O (TNZTO)				
Os humain	Composite Viscoélastique	10-40	-	90-140

Les faibles propriétés tribologiques du titane ont incité le développement de traitements de surface afin d'augmenter la dureté et la résistance à l'usure abrasive.

Des procédures diverses incluant le PVD (le dépôt physique en phase vapeur), l'implantation d'ion ( $N^+$ ), des traitements thermiques et au laser ont été suggérées. Plusieurs rapports ont montrés des résultats cohérents avec une amélioration de la résistance à l'abrasion (H.A. McKellop, T.V. Röstlund, 1990).

#### **4. Propriétés biologiques:**

La Biocompatibilité est la capacité d'un biomatériau à induire une réponse appropriée de l'hôte dans une application spécifique. Le titane et les alliages de titane sont généralement considérés comme biocompatibles. Ils sont relativement inertes et ont une bonne résistance à la corrosion grâce à la fine couche d'oxyde formée à leur surface.

Les surfaces de titane peuvent aussi favoriser la croissance cellulaire et la différenciation. Beaucoup de travaux ont été consacrés à l'enquête d'interactions cellulaires avec des surfaces de titane. Après l'implantation du titane dans le corps humain, les étapes de l'ostéointégration sont presque les mêmes étapes que celle de la réparation osseuse faisant suite à un traumatisme. L'acte de forage et de pose de l'implant active un processus inflammatoire où les neutrophiles et les macrophages sont d'abord observés à la surface de l'implant, puis il y a une formation de cellules géantes par les macrophages activés. La deuxième phase est la phase de réparation osseuse où des cellules ostéoprogénitrices migrent au niveau du site implantaire et se différencient en ostéoblastes pour former du tissu osseux.

La première étape dans la réaction avec la surface du titane (après l'interaction avec l'eau et les ions dans le liquide interstitiel) est l'adsorption de protéines non spécifiques. Ensuite, les neutrophiles et les macrophages viennent au contact de l'implant. Il est probable que l'interaction des macrophages et les cytokines secrétées qu'ils secrètent sont responsables de l'attraction des fibroblastes, ce qui conduit à un processus d'encapsulation d'un corps étranger. (B.D Ratner, D.M. Brunette et al. 2001).

In vivo, le titane se trouve à proximité des tissus minéralisés qui cicatrisent favorablement dans les bonnes conditions. Toutefois, le titane et l'os sont généralement séparés par une mince couche non-minérale et une vraie adhérence entre le titane et l'os n'a pas été observée (B.D Ratner, D.M. Brunette et al. 2001). Par contre, l'ostéointégration est due au verrouillage mécanique des aspérités de surface du titane et de pores dans l'os.

Afin d'améliorer cette ostéointégration, plusieurs méthodes de traitement de surface du titane ont été proposées.

### **III- Le traitement de surface du titane :**

Les méthodes de modification de surface, telles que l'usinage, le meulage, le mordantage et le polissage, impliquent un traitement physique et /ou chimique de la surface implantaire.

L'objectif de ce traitement de surface est d'obtenir une topographie et une rugosité de surface spécifique et d'éliminer la contamination de surface, et/ou d'améliorer l'adhérence dans les étapes ultérieures de l'ostéointégration.

#### **1. Les méthodes chimiques :**

Ce sont les méthodes de traitement de surface où la modification de la surface est réalisée grâce à des réactions chimiques soit entre le titane et la solution utilisée, soit entre les différents composants de la solution. Les méthodes chimiques que nous allons détailler sont : le traitement chimique, le revêtement par procédés sol-gel, le traitement électrochimique (oxydation anodique) et le dépôt chimique en phase vapeur CVD.

#### **A. Par traitements Chimiques :**

Les traitements chimiques du titane et ses alliages sont principalement basés sur les réactions chimiques qui se produisent entre le titane et une solution. Les traitements les plus connus sont : le traitement à l'acide, le traitement au peroxyde d'hydrogène et le traitement alcalin.

##### ***i. Traitement à l'acide.***

Le traitement à l'acide est souvent utilisé pour enlever l'oxyde et la contamination afin d'obtenir des finitions de surface propres et uniformes. Les acides forts sont souvent utilisés, (comme le HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub> et HF) afin de créer des micro-porosités de l'ordre de 0,2 à 2 micron de diamètre.

Une combinaison d'acides est fréquemment utilisée pour pré-traiter le titane. Une solution composée de 10 à 30% de volume d'acide nitrique (HNO<sub>3</sub>), 1 à 3 % de volume d'acide

fluorhydrique (HF) et de l'eau distillée est recommandée comme solution standard pour le traitement à l'acide.

L'acide fluorhydrique qui attaque facilement le dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>), réagit avec le titane (Ti) et forme un mélange de fluorures de titane sous forme soluble et d'hydrogène. L'incorporation d'hydrogène dans le titane peut causer la fragilisation de la couche superficielle, mais un rapport d'acide nitrique à l'acide fluorhydrique de 10 à 1 peut minimiser la formation d'hydrogène libre (ASTEM).

Takeuchi et al (M. Takeuchi, Y. Abe, Y. Yoshida et al. 2003), ont étudié l'efficacité de la décontamination de trois acides : le persulfate de sodium Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>, l'acide sulfurique H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et l'acide chlorhydrique HCl, à la surface du titane et ils ont constaté que l'acide chlorhydrique est un excellent agent de décontamination, car il peut facilement dissoudre les sels de titane et ne pas affaiblir sa surface.

Le mordantage à l'acide conduit généralement à la formation d'une couche d'oxyde mince (<10 nm). Ces couches d'oxyde augmentent lentement au contact de l'air, de 3 à 6 nm au cours d'une période de 400 jours (C. Sittig, M. Textor, N.D. Spencer et al. 1999).

L'oxyde formé est principalement le TiO<sub>2</sub>, mais des résidus de la solution de mordantage sont fréquemment observés, notamment des produits chimiques contenant du fluor. Il est également connu que certains traitements peuvent conduire à l'incorporation d'hydrogène dans les couches de la surface en dessous de la couche d'oxyde.

Ces résidus peuvent rester même après un post-traitement thermique des surfaces mordancées. De plus, le traitement à l'acide est souvent utilisé combiné avec d'autres méthodes de traitement pour améliorer les propriétés du titane et ses alliages.

Une autre technique de mordantage à l'acide est l'immersion des implants dans un mélange de HCL et H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, chauffé à plus de 100°C pendant plusieurs minutes. Ce type de surface favorise une ostéo-intégration plus rapide tout en conservant le succès à long terme (plus de 3 ans selon Cho SA, Park KT.2003). Il a été constaté que le mordantage de surface avec les deux acides améliore le processus d'ostéoconduction grâce à la fixation de la fibrine et des cellules ostéogéniques, ce qui mène à la formation d'os directement sur la surface de l'implant (Park JY, Davies JE. 2000).

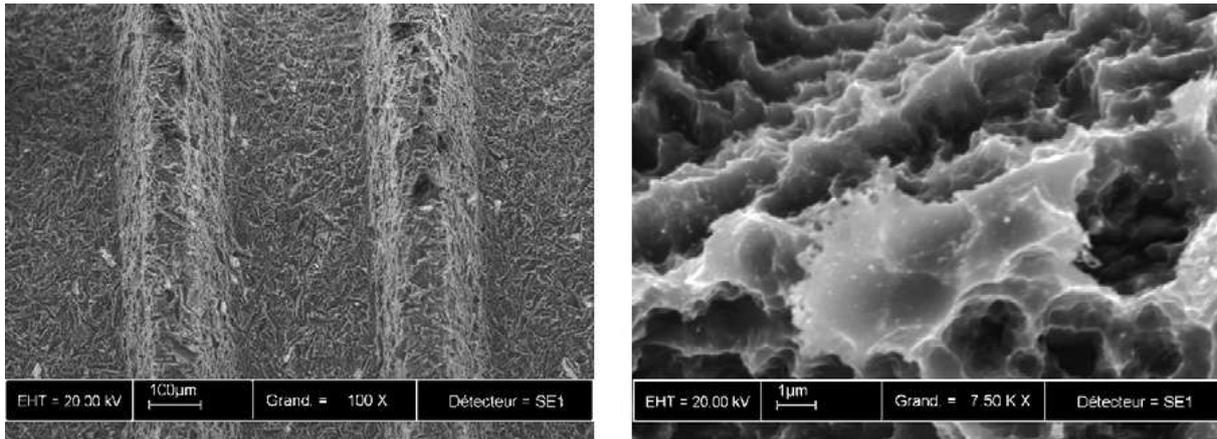


Figure 10 : Surface d'implant avec un mordantage aux deux acides. Images en microscopie électronique à balayage, à gauche grossissement X100, à droite X50 000 (Courtesy of Straumann AG, Switzerland).

## ***ii. Traitement au peroxyde d'hydrogène :***

La couche de Titania (dioxyde de titane) peut améliorer la bioactivité des implants en titane car ils peuvent inciter la formation d'apatite quand ils sont baignés dans un liquide corporel simulé (Simulated Body Fluid SBF) (T. Peltola, M. Patsi, H. Rahiala et al. 1998)

Il a été montré que les surfaces de titane réagissent avec le peroxyde d'hydrogène  $H_2O_2$  produisant ainsi le Ti-peroxy gel (P. Tengvall, I. Lundström, 1992)

D'un point de vue d'ingénierie de surface, l'interaction d' $H_2O_2$ -titane est une méthode pour la dissolution et l'oxydation chimique de surface du titane, c'est aussi un prétraitement qui facilite la précipitation de l'apatite.

Une couche de titania gel amorphe peut être formée en traitant le titane dans une solution de  $H_2O_2/0.1$  mol HCl à  $80^\circ C$ . La réaction entre le titane et la solution  $H_2O_2$  aboutit à la formation d'une couche de titania gel amorphe sur la surface de titane. Un temps de traitement chimique plus court donne une couche de gel plus mince avec une porosité supérieure. L'épaisseur de la couche de titania gel dépend presque linéairement de la durée du traitement chimique (X. Wang, S. Hayakawa, K. Tsurub, et al. 2002).

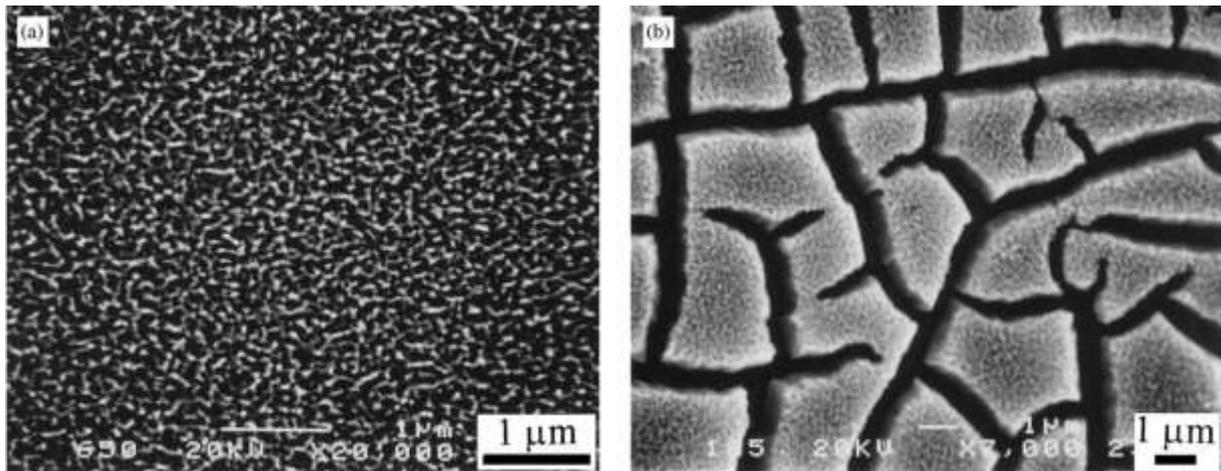


Figure 11 : Les images de MEB pour les couches de titania gel formées à la surface de titane après un traitement dans une solution  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{HCl}$  à  $80^\circ\text{C}$  pendant : (a) 20 min. grossissement X20 000. (b) 60 min grossissement X 7000. (X. Wang, S. Hayakawa, K.Tsuru, et al 2002)

Un traitement thermique ultérieur au-dessus de  $300^\circ\text{C}$  transforme progressivement le gel amorphe en une structure cristalline anatase (une structure tétraédrique allongée avec des octaèdres d'oxygène irréguliers), la rutile (un réseau tétraédrique de cations avec des octaèdres d'oxygène entourant les cations) commence à apparaître après un traitement thermique à  $600^\circ\text{C}$ . Pendant ce temps, la densification de la couche de titania gel survient de manière significative après le traitement thermique au-dessus de  $700^\circ\text{C}$ .

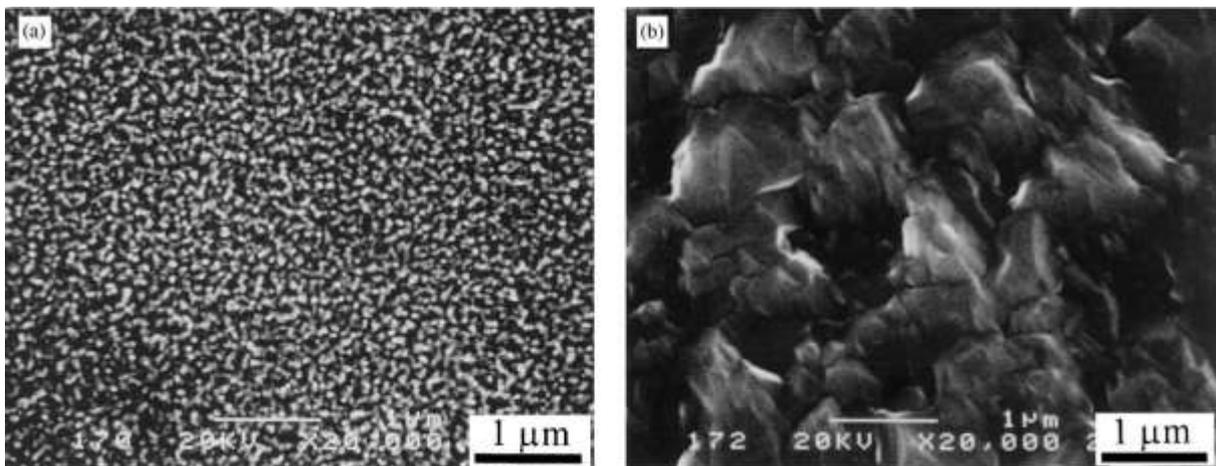


Figure 12 : Les image de MEB pour les couches de titania gel formées à la surface de titane après un traitement dans une solution  $\text{H}_2\text{O}_2/\text{HCl}$  à  $80^\circ\text{C}$  pendant 30 min, suivi d'un traitement thermique à  $700^\circ\text{C}$  pour (a) et  $800^\circ\text{C}$  pour (b) pendant une heure. Grossissement X 20 000 (X. Wang, S. Hayakawa, K.Tsuru, et al 2002)

### **iii. Traitement alcalin :**

Cette méthode permet la formation d'une couche d'apatite, semblable à l'os (bone-like apatite), active biologiquement sur la surface des céramiques bioactives, comme Biogalss1, hydroxyapatite et glass ceramics A/W. Dans le traitement alcalin, le titane est d'abord immergé dans une solution de 5-10 mol de NaOH ou KOH à 60°C pendant 24 h. Il est possible d'améliorer la surface traitée en faisant suivre le traitement alcalin par un traitement thermique ou le titane est chauffé jusqu'à 600°C pendant une heure.

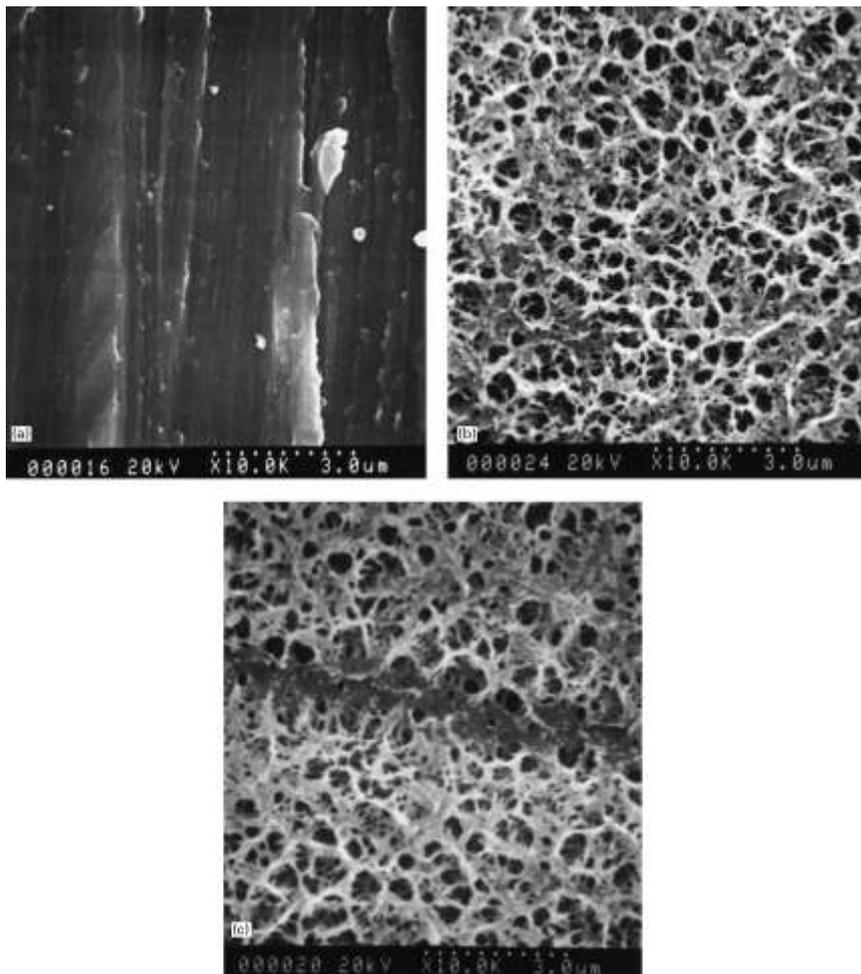


Figure 13 : Les images en MEB des surfaces de titanes: (a) la surface témoin lisse. (b) la surface avec un traitement alcalin et thermique. (c) la surface avec un traitement alcalin et thermique. Grossissement X10 000 (S. Nishiguchi, T. Nakamura, M. Kobayashi et al 1999)

À cause de la forte tendance du titane à s'oxyder, le traitement thermique est réalisé sous une pression de  $10^{-4}$  à  $10^{-5}$  Torr. Après ce traitement, une surface poreuse se forme sur la surface du titane.

Un examen TF-XRD (Thin-Film X-Ray Diffraction) des modèles issus du titane traité révèle la formation d'hydrogel de titanate de sodium sur le titane. Une plus grande quantité de titanate de sodium cristalline, de rutile (Forme cristalline du dioxyde naturel de titane) et d'anatase précipitent pendant le traitement thermique à  $800^{\circ}\text{C}$  pendant 1 h.

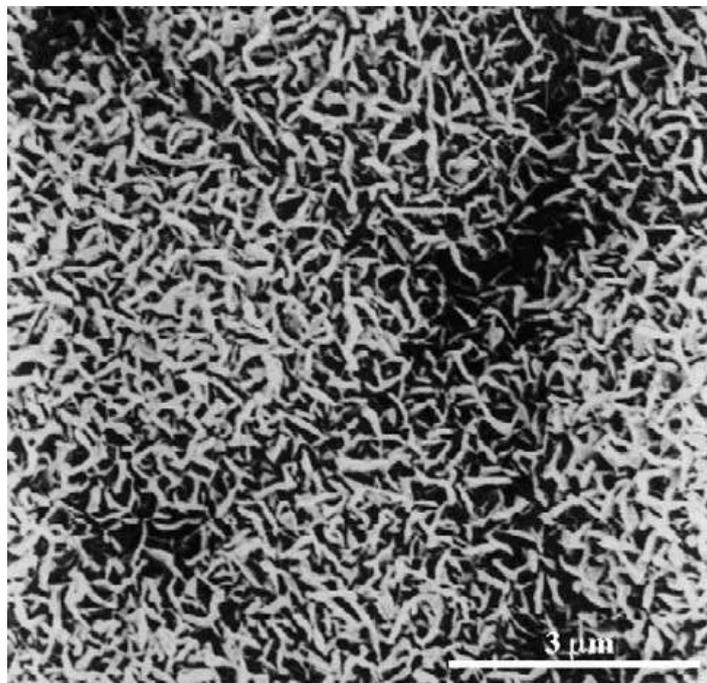


Figure 14 : Surface de titane, avec un traitement alcalin et thermique, trempée dans un SBF pendant 4 semaines (T. Himeno, M. Kawashita, H.M. Kim et al. 2001)

Après ce traitement le titane a été trempé dans un liquide corporel simulé (Simulated Body Fluid SBF) pendant 4 semaines, et des formes d'apatite semblables à l'os se forment sur la surface, indiquant que le titane possède une bonne bioactivité après le traitement alcalin et thermique (Alkali and Heat Treatment AHT).

## **B. Revêtement par les procédé de sol-gel (sol-gel coating) :**

Le procédé sol-gel est une technique chimique largement utilisée dans le domaine de la science des matériaux. Cette méthode est utilisée essentiellement pour la fabrication de matériaux (oxydes métalliques généralement) à partir d'une solution colloïdale (sol) qui agit en tant que précurseur pour un gel, soit de particules discontinues ou des réseaux de polymères. Les précurseurs typiques pour ce type de revêtement sont les sels métalliques (tels que les chlorures, les nitrates et les acétates), qui subissent diverses formes de réactions d'hydrolyse et de polycondensation.

### ***i. Revêtement au TiO<sub>2</sub> :***

Le revêtement au Titania (dioxyde de titane) synthétisé par le procédé de sol gel est largement utilisé dans les domaines de l'optique, l'électrique et le catalytique.

Le revêtement au titania par la méthode de sol gel est capable de stimuler la formation d'apatite. Ce type de revêtement est utilisé pour les implants dentaire et orthopédique. Cependant, le processus qui mène à la formation d'apatite reste inconnu.

Pour déposer le titania sur le titane, un sel standard peut être préparé en mélangeant du tétraisopropyl orthotitanate, de l'éthanol, de l'éthylenglycol monoéthylether, de l'acide hydrochlorique et de l'eau. Le sel est mélangé pendant 1 h avant l'immersion des plaques de titane. Le conteneur de sel est gardé à 0°C pour ralentir la réaction de condensation. L'acide pentanoïque (acide valérique) est alors ajouté au sel et les conteneurs sont gardés à température ambiante.

Les films sont déposés sur le titane par immersion (dip coating) avec une vitesse de retrait de 0.30 mm.s<sup>-1</sup> et chauffés ensuite à 600°C pendant 10 min. Après le traitement thermique, les spécimens sont nettoyés dans un bac à ultrason dans l'acétone et l'éthanol pendant 5 minutes. Ces étapes (immersion, chauffage et lavage) sont répétées cinq fois séquentiellement pour compléter le processus (T. Peltola, M. Patsi, H. Rahiala, et al 1998).

Le titania déposé à la surface a la capacité de fixer le phosphate de calcium et former ainsi une couche d'apatite à la surface de l'implant.

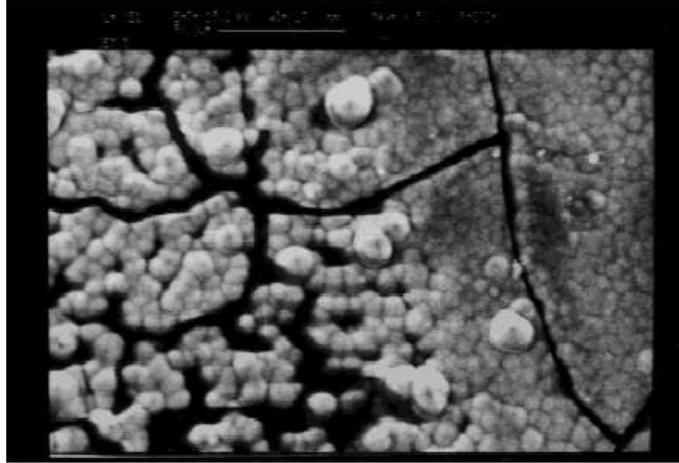


Figure 15 : Image en microscopie électronique de la surface de titanium avec un revêtement au titania après immersion dans un SBF pendant 2 semaines. Grossissement X500 (T. Peltola, M. Patsi, H. Rahiala, et al 1998).

## ***ii. Revêtement au phosphate de calcium***

Les revêtements au phosphate de calcium, particulièrement à l'hydroxyapatite, sont généralement utilisés dans des applications orthopédiques. Le procédé de sol gel est une façon relativement simple de déposer des couches d'hydroxyapatite sur des alliages de titane, car les couches d'oxyde se forment aisément à basse température. Cependant, la sélection d'un précurseur de phosphore est un problème majeur, ainsi que la force d'adhésion du phosphate de calcium au substrat.

## ***iii. Revêtement au composite de Titania/hydroxyapatite.***

Les couches d'hydroxyapatite synthétisées par le procédé sol gel sont typiquement bioactives, mais ont une faible force d'adhésion au substrat. D'autre part, le dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) adhère fortement au titane mais sa bioactivité est limitée. De là, un composé de titania/hydroxyapatite peut profiter de la haute force d'adhérence de  $\text{TiO}_2$  et de la bioactivité du phosphate de calcium. Milella et al. ont préparé des couches composites  $\text{TiO}_2/\text{HA}$  comme illustré schématiquement dans l'image ci-dessous.

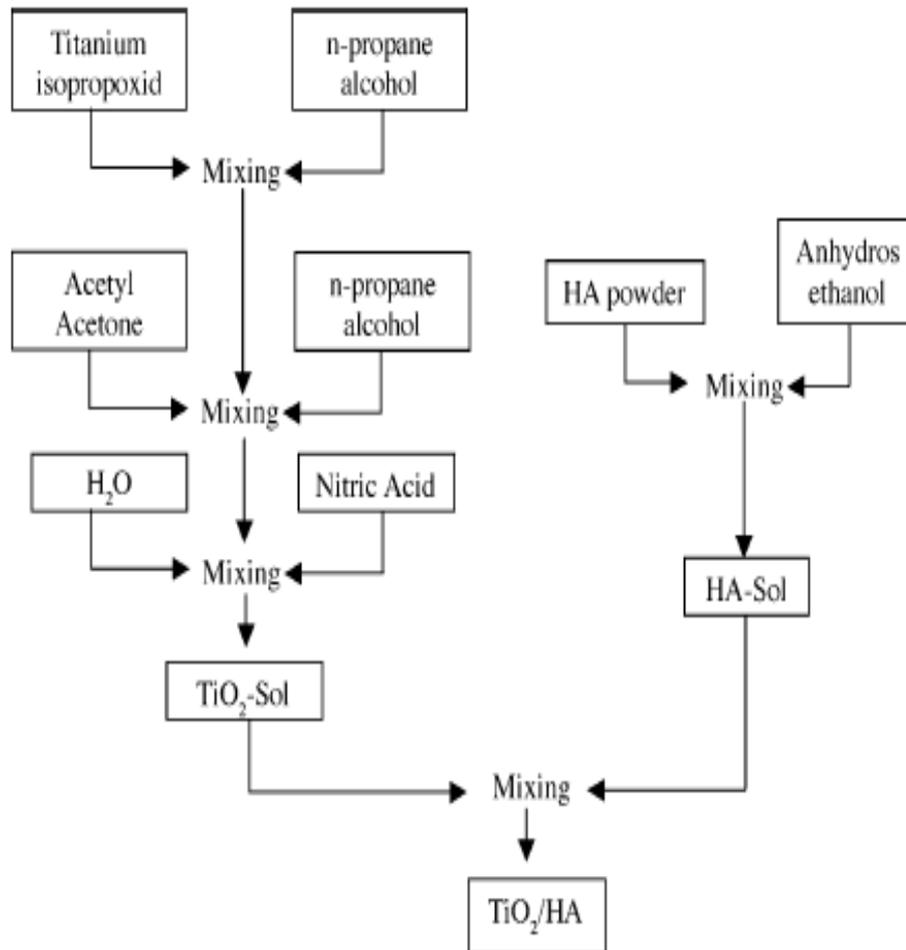


Figure 16 : Processus de préparation de TiO<sub>2</sub>/HA par procédé sol gel (E. Milella, F. Cosentino, A. Licciulli, et al.2001)

Le Titania sel (TiO<sub>2</sub>) a été préparé en mélangeant de l’isopropoxyde de titane, de l’acétylacétone, de l’acide nitrique, du n-propanol et de l’eau déminéralisée. Des poudres d’hydroxyapatite ont été alors ajoutées à l’éthanol anhydre avec le même ratio que pour préparer le sel d’hydroxyapatite (HA). Deux solutions de sel pourraient être mélangées dans des ratios différents. Une couche composite TiO<sub>2</sub>/HA homogène, rugueuse et poreuse a été produite sur la surface de titane et des groupes hydroxyliques comme Ti-OH ont été détectés sur la surface de ces couches. La force d’adhésion du film déterminée utilisant le test de traction était de 39.8 (+/- 3.75) MPA.

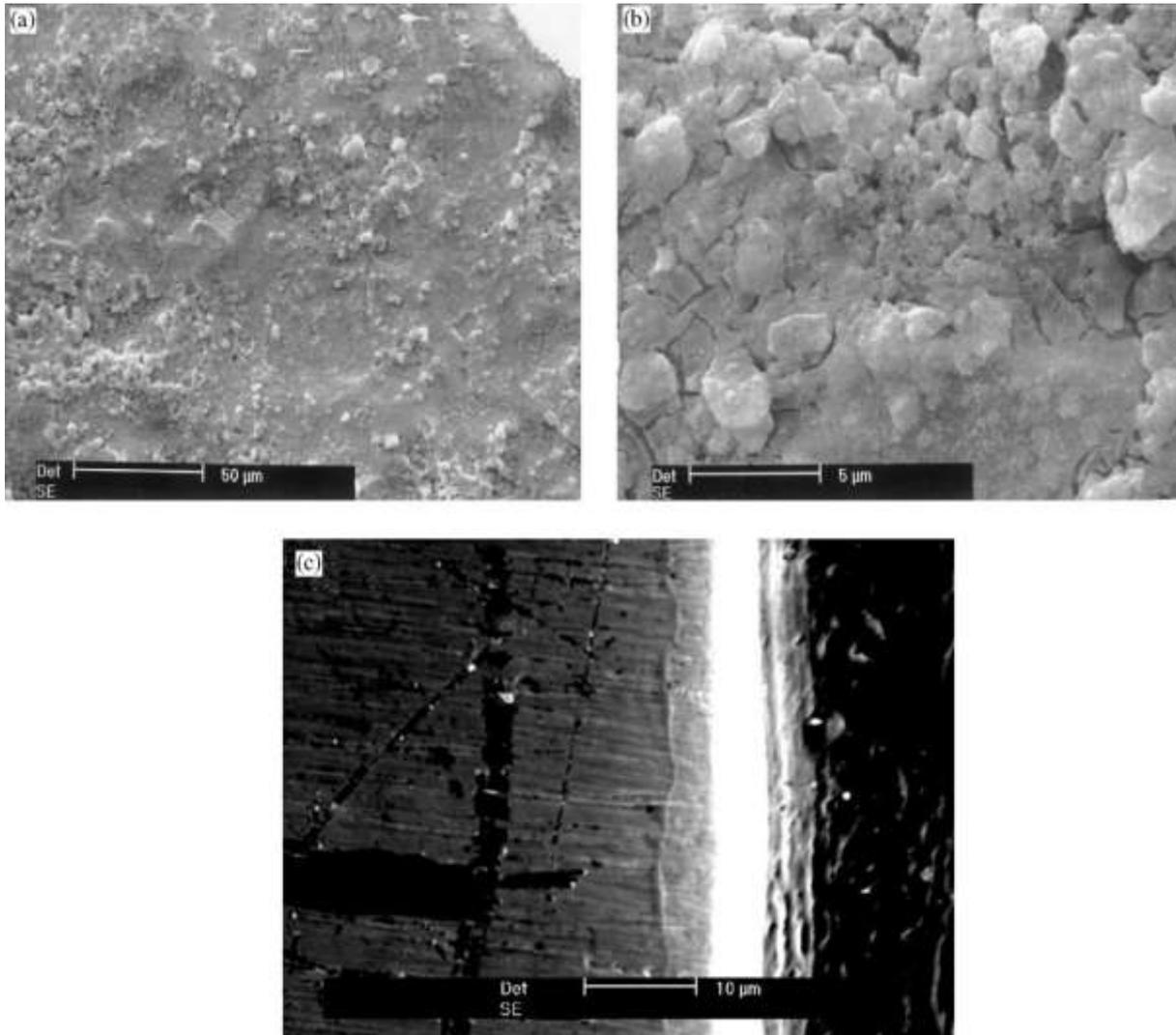


Figure 17 : Images en microscopie électronique de revêtement au  $\text{TiO}_2$  (a) grossissement X50, (b) grossissement X5000 (c) une coupe grossissement X1000. (E. Milella, F. Cosentino, A. Licciulli, et al.2001)

Kim et al. (H.W. Kim, Y.H. Koh, L.H. Li, S. Lee et al. 2004) ont déposé l'hydroxyapatite sur le titane à l'aide d'un titania ( $\text{TiO}_2$ ) utilisant le procédé sol gel. La couche HA a montré une phase d'apatite typique à  $400^\circ\text{C}$ . L'intensité de la phase a augmenté au-dessus de  $450^\circ\text{C}$ . Les films HA et  $\text{TiO}_2$  ont des épaisseurs d'environ 800 et 200 nm, respectivement, et ont adhéré fermement l'un à l'autre et à la surface de Ti. La force d'adhérence de la double couche HA/ $\text{TiO}_2$  a été manifestement améliorée comparée à celle de la couche d'hydroxyapatite HA seule sur la surface du titane. La force d'adhérence maximale après le revêtement avec une double couche, qui est de 55 MPA, a été atteinte après un traitement thermique à  $500^\circ\text{C}$ .

### C. Le revêtement par oxydation anodique :

L'oxydation anodique englobe des réactions d'électrode combinée à un champ électrique qui conduisent à la diffusion d'ion d'oxygène et du métal, menant à la formation d'un film d'oxyde à la surface de l'anode.

L'oxydation anodique, ou l'anodisation, est une méthode bien établie pour produire différents types de films protecteurs d'oxyde sur des métaux. Ce traitement de surface permet en général de protéger ou de décorer une pièce en métal. Différents acides dilués (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, l'acide acétique et d'autres) peuvent être utilisés comme des électrolytes dans le processus. L'avantage technologique principal de l'anodisation de titane est d'améliorer l'adhésion et le collage, ce qui est particulièrement approprié dans l'industrie aéronautique. Il peut aussi être utilisé pour augmenter l'épaisseur d'oxyde afin d'augmenter la protection à la corrosion et de diminuer la libération d'ions. Les propriétés structurales et chimiques de l'oxydation anodique peuvent être variées en changeant les paramètres de processus, comme le potentiel d'anode, la composition d'électrolyte, la température et le courant.

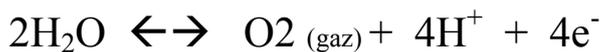
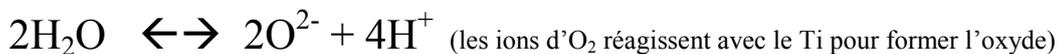
L'appareil anodisant est illustré schématiquement dans la figure 18.

Les réactions principales menant à l'oxydation à l'anode sont comme suit :

À l'interface Ti/Ti oxyde:



À l'interface Ti oxyde/électrolyte :



Aux deux interfaces:



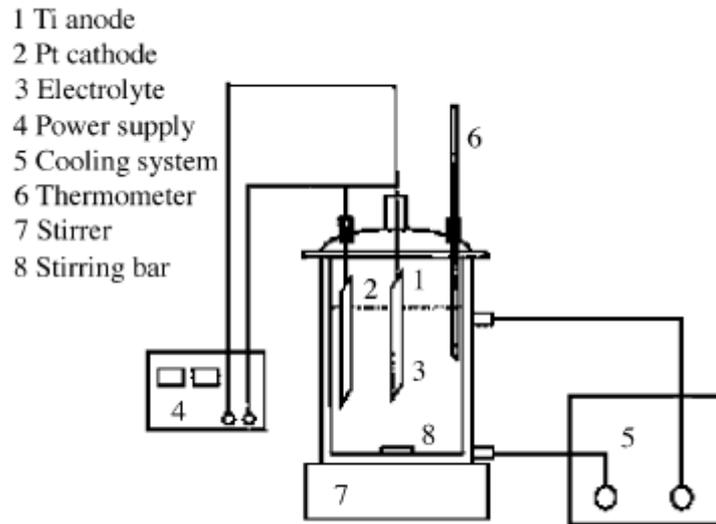


Figure 18 : Présentation schématique d'un appareil anodisant (Y.T. Sul, C.B. Johansson, Y. Jeong, et al. 2001)

#### **D. Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD):**

Le dépôt chimique en phase vapeur est un processus impliquant des réactions chimiques entre des produits chimiques dans la phase gazeuse et la surface type aboutissant à la déposition d'un composé non volatile sur le substrat. Il diffère de la déposition physique en phase vapeur (PVD), qui emploie typiquement des techniques n'impliquant aucune réaction chimique.

Le CVD est largement adopté dans l'industrie pour produire des films organiques et inorganiques sur des métaux, des semi-conducteurs et d'autres matières.

Beaucoup de processus de CVD, comme le dépôt chimique en phase vapeur à pression atmosphérique (APCVD), le dépôt chimique en phase vapeur à basse pression (LPCVD), le dépôt chimique en phase vapeur amélioré par le plasma (PECVD), le dépôt chimique en phase vapeur assisté par le plasma (PACVD) et le dépôt chimique en phase vapeur amélioré par le laser (LECVD) ont été développés, d'autres processus hybrides combinant les caractéristiques de déposition de vapeur physique et chimique sont aussi apparus (M. Ohring, 1991)

## **2. Les Méthodes physiques :**

Certains processus de modification de surface, comme le sablage abrasif, la pulvérisation thermique et le dépôt physique en phase vapeur (PVD), n'impliquant pas de réactions chimiques. Dans ce cas, la formation de la couche modifiée, des films ou des revêtements sur le titane et ses alliages est principalement attribuée à l'énergie thermique, cinétique et électrique.

### **A. Le sablage :**

Le sablage abrasif (ou le décapage abrasif) est un traitement de surface qui utilise la propulsion d'un flux de matériau abrasif sous haute pression sur une surface donnée. Généralement, le sablage est utilisé pour : lisser une surface rugueuse, rendre une surface lisse plus rugueuse, façonner une surface, ou éliminer les contaminants de surface. Un fluide sous pression, typiquement de l'air, ou d'une roue centrifuge est utilisé pour propulser le matériau abrasif.

Le premier procédé de sablage abrasif a été breveté par Benjamin Chew Tilghman le 18 Octobre 1870.

En implantologie, des particules de céramique sont projetés à grande vitesse sur l'implant à l'aide d'air comprimé. En fonction de la taille des particules de céramique, différentes rugosités de surface peuvent être produites sur les implants en titane. Le matériau de sablage doit être chimiquement stable, biocompatible et ne doit pas entraver l'ostéo-intégration des implants.

Divers particules de céramique ont été utilisées, tels que l'alumine, l'oxyde de titane et des particules de phosphate de calcium.

L'alumine ( $Al_2O_3$ ) est fréquemment utilisé comme matériau de sablage et produit une rugosité de surface qui varie selon la granulométrie des médias de sablage. Toutefois, le matériel de sablage est souvent intégré dans la surface de l'implant et le résidu reste même après le nettoyage par ultrasons, la passivation acide et la stérilisation.

L'alumine est insoluble dans l'acide et est donc difficile à enlever de la surface de titane. Dans certains cas, ces particules ont été libérées dans les tissus environnants et ont interféré avec l'ostéo-intégration des implants. En outre, cette hétérogénéité chimique de la surface de l'implant peut diminuer la résistance à la corrosion du titane dans un environnement physiologique (C. Aparicio, F.J. Gil, C. Fonseca, et al. 2003).

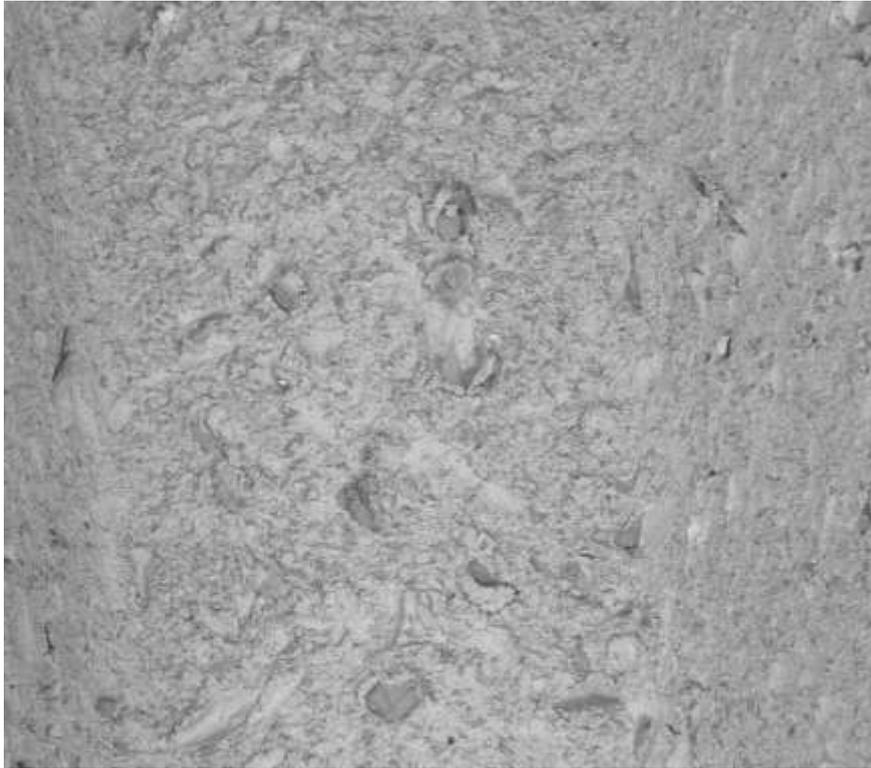


Figure 19 : Une surface de titane sablée à l'alumine, des traces de  $Al_2O_3$  sont visibles à la surface. Grossissement X09. (image de notre étude)

Straumann propose une technique de sablage à l'alumine appelé SLA (Sand-blasted Large-grit Acid-etched) qui utilise des grains d'alumine de 0,25 à 0,50 mm de diamètre suivie d'un mordantage avec un mélange d'acide à haute température pour éviter l'incorporation de l'alumine dans la surface du titane.

En raison des inconvénients de l'alumine, l'oxyde de titane est également utilisé pour le sablage des implants dentaire en titane. Une étude expérimentale, à l'aide de micro-implants chez l'homme, a montré une amélioration significative du contact os-implant (BIC : Bone to Implant Contact) pour les surfaces sablées avec le  $TiO_2$  en comparaison avec les surfaces usinées (Ivanoff CJ, Hallgren C, Widmark G, et al. 2001). D'autres études expérimentales ont

également confirmées l'augmentation du contact os-implant pour les surfaces de titane sablées. Des études cliniques ont rapporté un taux élevé de réussite pour les implants sablés en titane, allant même jusqu'à 10 ans après l'implantation (Rasmusson L, Roos J, Bystedt H. 2005). D'autres études cliniques comparatives ont donné des niveaux plus élevés d'os autour de l'implant et un taux de survie plus élevé pour les implants sablés avec le TiO<sub>2</sub> comparés aux implants usinés.

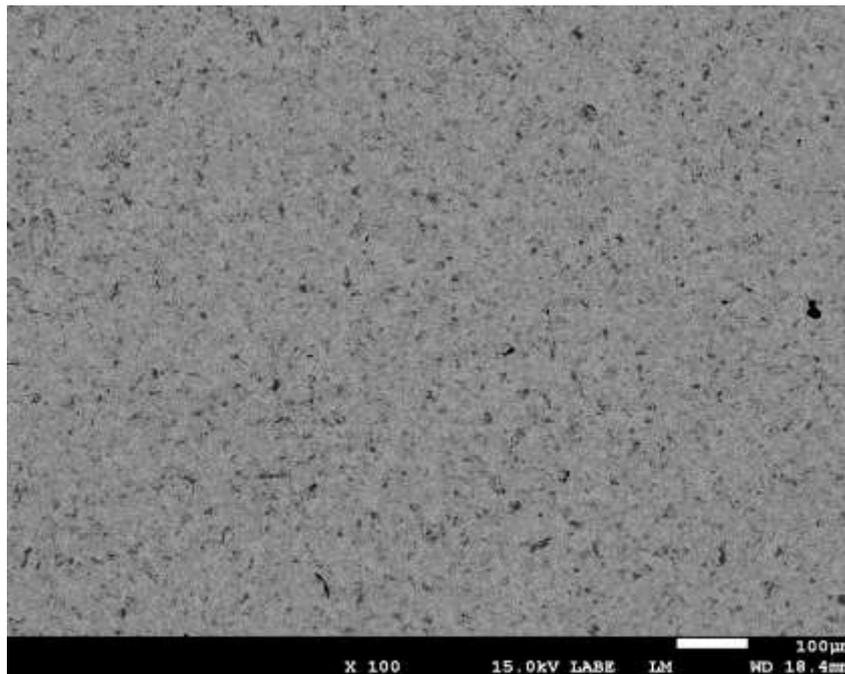


Figure 20 : Une surface de titane sablée aux TiO<sub>2</sub>, des impuretés de TiO<sub>2</sub> incrustées dans la surface. Grossissement X100.

Wennerberg et al. (Wennerberg A, Albrektsson T, Albrektsson B et al. 1996) ont démontré avec un modèle de lapin que le sablage avec des particules de TiO<sub>2</sub> ou de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a donné des valeurs similaires de contact os-implant, mais dans les deux cas, la stabilité biomécaniques des implants a été considérablement augmentée par rapport au titane usiné. Ces études ont montré que le couple augmente avec la rugosité de surface de l'implant tandis que des valeurs comparables d'apposition d'os ont été observées (Abron A, Hopfensperger M, Thompson J, 2001). Ces études corroborent le fait que la rugosité des implants dentaires en titane augmente leur fixation mécanique dans l'os, mais pas leur fixation biologique.

Une autre possibilité du milieu de sablage pour les implants dentaires en titane consiste à utiliser un matériau biocompatible, ostéoconducteur et résorbable. Les phosphates de calcium, tels que l'hydroxyapatite, les phosphates de calcium biphasés, le bêta-phosphate tricalcique et d'autres mélanges ont été jugés utile en tant que matériaux de sablage. Ces matériaux sont résorbables, conduisant à une surface de titane rugueuse et propre. Des études expérimentales ont démontré un contact os/implant (BIC) plus élevé pour les implants sablés aux phosphates de calcium par rapport aux surfaces usinées (Novaes A, Souza S, de Oliveira P, et al. 2002). D'autres études expérimentales ont démontré un contact os-implant similaire à celui observé avec d'autres surfaces sablées lorsque l'ostéo-intégration est atteinte (Mueller WD, Gross U, Fritz T, et al. 2003).

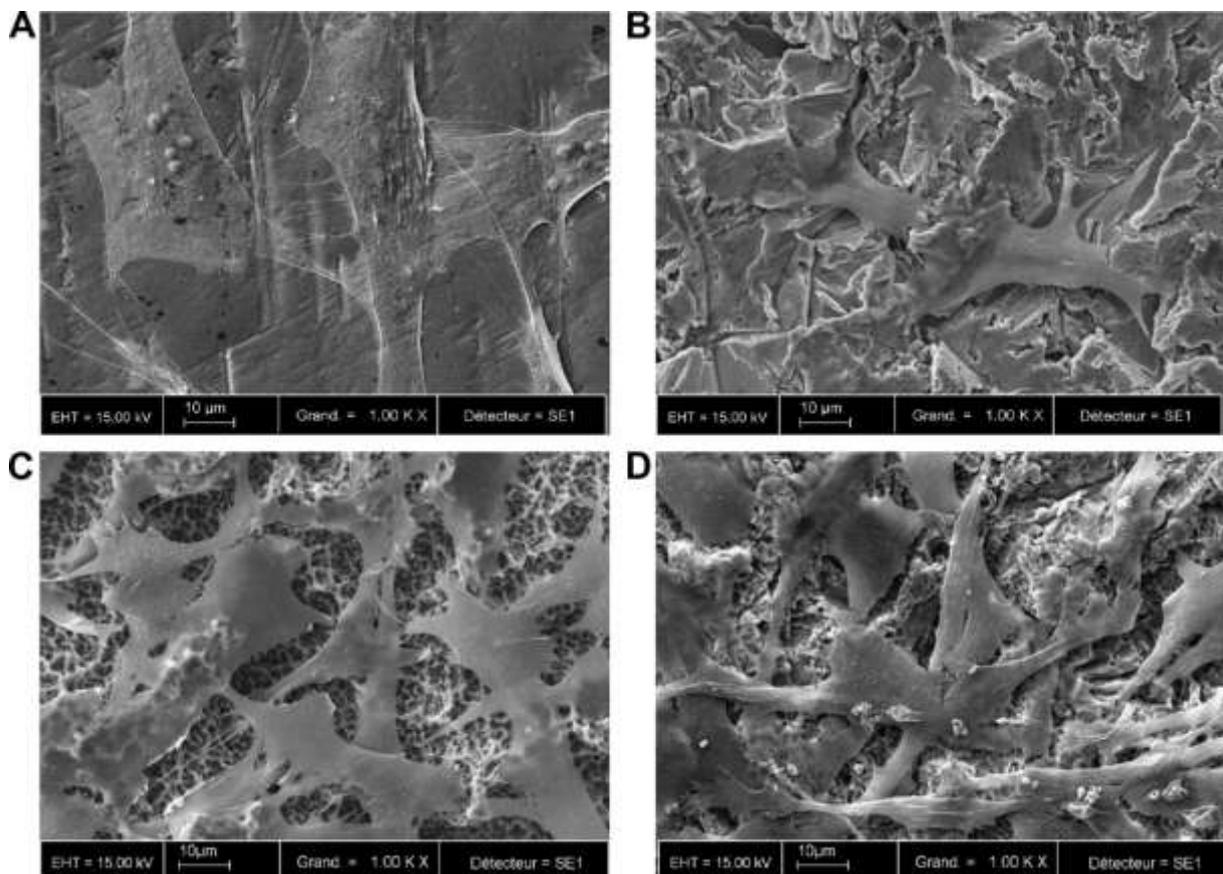


Figure 21: Image au MEB qui montrent la morphologie des ostéoblastes après deux jours de culture : (a) surface de titane lisse, (b) surface de titane sablée à l'alumine, (c) surface de titane SLA (d) surface de titane sablée au phosphate de calcium biphasé. Grossissement X1000 (L. Le Guehennec, M.A.

Lopez-Heredia, B. Enkel, et al.2008)

Le Guehennec et al. (Le Guehennec L, Lopez-Heredia MA, Enkel B et al. 2008) ont étudiés le comportement des ostéoblastes sur différentes surfaces de titane issu des trois types de

sablage, sablage à l'alumine, SLA (Sand-blasted Large-grit Acid-etched) et sablage au phosphate de calcium biphasé BCP, ils ont montré que les cellules ostéoblastiques cultivées sur les surfaces sablées, comme l'alumine, SLA ou BCP, présentaient une forme relativement ronde avec des prolongements cytoplasmiques longs (figure 21). Ils ont également montré que l'activité mitochondriale est plus faible au début de la culture sur les surface SLA et BCP par rapport aux surfaces sablées à l'alumine et les surface lisses, mais cette activité a augmenté plus rapidement sur les SLA et BCP que sur les surface sablée à l'alumine et les surface lisse. Cette baisse de l'activité MTS des cellules sur alumine peut être due à des résidus de sablage qui peuvent polluer les surfaces.

## B. Pulvérisation thermique par plasma:

La pulvérisation thermique par plasma est un processus dans lequel les matières sont thermiquement fondues à des gouttelettes liquides puis introduites énergétiquement à la surface sur laquelle les particules individuelles collent et se condensent. La couche est formée par une accumulation continue de couches successives de gouttelettes liquides. La pulvérisation thermique exige un dispositif qui crée une flamme à haute température ou un jet de plasma. Donc, la pulvérisation thermique est souvent divisée en pulvérisation à la flamme et en pulvérisation par plasma (La différence principale entre la flamme et la pulvérisation par plasma est la température maximale atteinte).

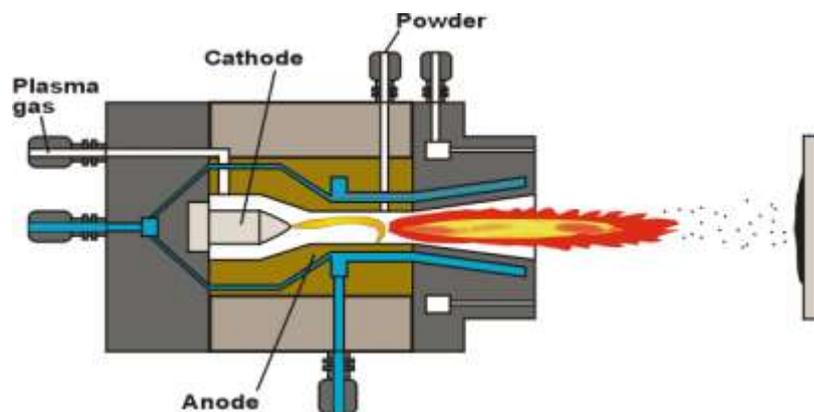


Figure 22 : Présentation schématique d'une torche de pulvérisation de plasma

### ***i. Revêtement par l'hydroxyapatite :***

La similitude de l'hydroxyapatite avec la matrice minérale des tissus durs naturels nous permet de considérer que l'hydroxyapatite artificielle est une matière bioactive. L'os peut être considéré comme une matrice organique dans une structure inorganique avec une taille de cristaux de l'ordre du micron. Environ 70 % de la fraction minérale de l'os a une structure semblable à l'hydroxyapatite. Cependant, ses propriétés mécaniques sont faibles, le rendant peu adapté comme matière dans des applications où il subit une haute charge mécanique. L'idée d'utiliser la pulvérisation de plasma pour produire une couche d'hydroxyapatite sur des prothèses a été proposée pour la première fois au Japon. Ils ont montré que l'implant, avec un revêtement d'hydroxyapatite sur sa surface, développe des connexions fortes avec le tissu osseux en peu de temps (T.D. Driskell, 1994). Mais la force d'adhésion, relativement faible, entre la couche d'hydroxyapatite pulvérisée et le titane est l'inconvénient principal.

Un autre problème majeur du revêtement par l'hydroxyapatite est le fait qu'il soit résorbable et dégradé dans un milieu biologique. Ceci peut mener à la désintégration de la couche de revêtement et ainsi la perte de l'adhésion entre cette couche et l'implant et la perte de stabilité de l'implant. Il existe aussi le risque de délaminage de la couche d'hydroxyapatite et la formation de débris de particules.

L'épaisseur de la couche d'hydroxyapatite affecte sa résorption et ses propriétés mécaniques. Une couche plus épaisse présente d'habitude des propriétés mécaniques plus faibles. L'épaisseur optimum suggérée est environ 50 microns, pour éviter l'échec de fatigue en assurant toujours une résorption raisonnable de la couche d'hydroxyapatite et une croissance osseuse cohérente. Le comportement histologique est semblable entre une couche de 50 microns et une couche de 200 microns, par exemple, mais la couche de 50 microns se fracture seulement à l'interface osseuse d'implant, tandis que la couche de 200 microns peut se fracturer dans la couche de revêtement d'une façon cohésive ou à l'interface revêtement/implant en mode adhésif. Ces différents facteurs d'échec indiquent que le stress résiduel dans une couche de revêtement épaisse peut être responsable d'une diminution des propriétés mécaniques du revêtement. Une épaisseur de 50-75 microns est adoptée par la plupart des producteurs commerciaux en orthopédie. Cependant, la valeur exacte dépend de l'emplacement d'implantation, de l'environnement cellulaire, de la propreté de l'implant, et

des caractéristiques de revêtement. Dans certain implant dentaire l'épaisseur du revêtement par hydroxyapatite peut atteindre plusieurs centaines de micromètres.

## ***ii. Revêtement au titane :***

Les revêtements en titane par pulvérisation thermique par plasma avec une structure poreuse ont été utilisés dans les prothèses de la hanche, du genou, de l'épaule et les implants dentaires. La surface poreuse améliore la stabilité mécanique grâce à la croissance de l'os dans les porosités, formant un blocage mécanique. Vercaigne et al. (S. Vercaigne, J.G.C. Wolke, I. Naert, et al. 1998) ont évalué les propriétés biologiques et mécaniques des implants ayant un revêtement au titane et ont examiné les effets de la rugosité superficielle sur la réponse osseuse. Aucune corrélation n'a été observée entre le pourcentage de contact osseux et la rugosité superficielle. Le pourcentage de contact osseux après 3 mois d'implantation était très faible. Le relargage de particules, pendant ou après la pose de l'implant, pose un problème de sûreté lors de la mise en place d'implants avec un revêtement très grossier, mais l'apparition des techniques améliorées de pulvérisation par le plasma et le post-traitement des surface rugueuses sans relargage de particule ont été développées.

Lee et al. ( B.H. Lee, J.K. Kim, Y.D. Kim, et al. 2004) ont examiné la stabilité mécanique et le comportement in vivo d'implant de trois conceptions superficielles : une surface lisse (SS : smooth surface), une surface de titane rugueuse par pulvérisation de plasma (PSC : plasma-sprayed coating) et une surface de titane avec un traitement alcalin et thermique (AHT : alkali- and heat-treated) après la pulvérisation par plasma. Les trois types d'implants ont été greffés dans l'os de chien, et les forces de retrait ont été mesurées à quatre semaines.

- Pour les implants avec une surface lisse (SS) : 235 +/- 34.25 Newton,
- Pour les implants avec une surface rugueuse par pulvérisation de plasma (PSC) : 710 +/- 142.25 Newton.
- Et pour les implants après traitement alcali et thermique (AHT) : 823 +/- 152.22 Newton.

Les implants qui ont subi un traitement alcalin et thermique après la pulvérisation par plasma (AHT) ont montré la meilleur force d'ostéo-intégration après 4 semaines de cicatrisation grâce au blocage mécanique dans la surface rugueuse présentant des porosités de l'ordre du micromètre, et à l'étendue de la zone de contact entre l'os et l'implant grâce à la structure nanométrique de la surface poreuse. Pendant cette période de cicatrisation, le nouvel os sur la surface d'implant d'AHT subit une croissance plus haute que cela sur l'implant de PSC.

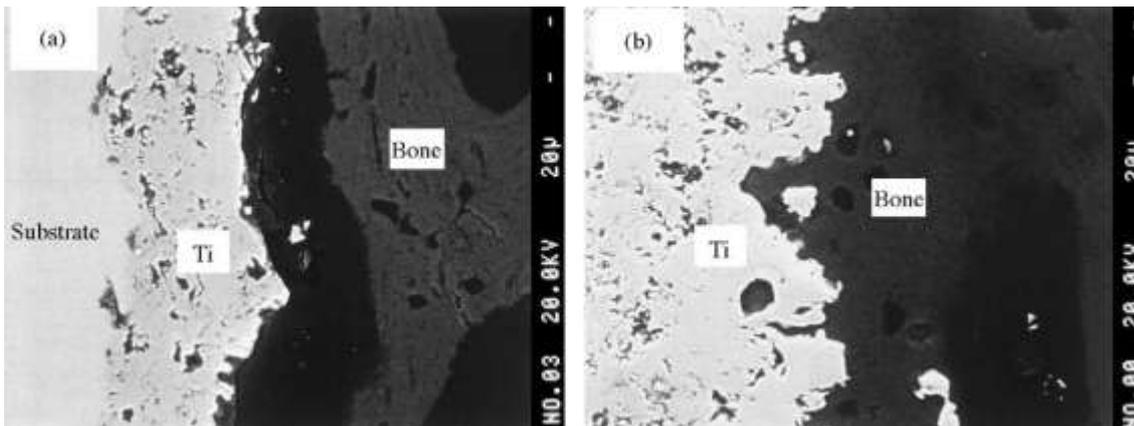


Figure 23 : Images MEB de l'interface entre les implants en titane et l'os après 4 semaines d'implantation dans l'os cortical. (a) Pulvérisation plasma. (b) Traitement alcalin. (X. Liu et al. 2004)

### C. Le traitement plasma de décharge lumineuse :

Le plasma de décharge lumineuse est un gaz à basse température et basse pression dans lequel l'ionisation est contrôlée par des électrons énergétiques. Le traitement au plasma de décharge lumineuse a été établi pour le nettoyage et le traitement de surface dans l'industrie de microélectronique. Il a suscité beaucoup d'intérêt dans la recherche en biomatériaux, dans laquelle il est utilisé pour la modification superficielle de polymères et la production des couches fines de revêtement de polymères. La figure 24 montre une présentation schématique d'un système de traitement plasma de décharge lumineuse.

Pendant le traitement au plasma, les surfaces exposées au plasma sont bombardées par des électrons et des ions. Le nombre relatif d'ions et d'électrons qui touche l'échantillon dépend si l'échantillon est considéré comme cathode, anode ou est électriquement isolé. Le transfert associé au bombardement d'ions cause le réarrangement d'atomes superficiels. Le

bombardement d'ions peut énormément influencer les processus impliqués dans l'adsorption de molécules sur les surfaces et leurs réactions ultérieures.

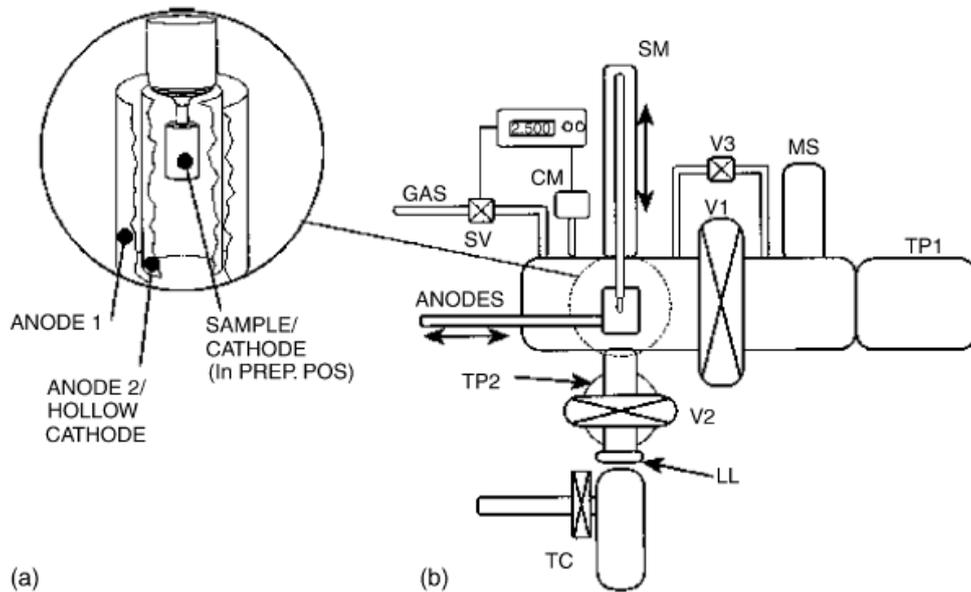


Figure 24 : Présentation schématique d'un système de traitement plasma de décharge lumineuse (B.-O. Aronsson, J. Lausmaa, B. Kasemo, 1997)

Aronsson, et al. (B.-O. Aronsson, J. Lausmaa, B. Kasemo, 1997) ont étudié la modification des biomatériaux métalliques par traitement plasma de décharge lumineuse de titane dans l'Argon (Ar) et l'oxygène (O<sub>2</sub>) dans des plages de pression de 10 à 40 Pa. En général, les plasmas de l'argon peuvent être utilisés pour enlever des couches natives superficielles, des oxydes épais et des impuretés (d'anciens traitements de surface et de la réoxydation dans l'oxygène pur ou l'air ambiant). L'oxydation du plasma d'oxygène pur (O<sub>2</sub>) produit typiquement une couche d'oxyde de 2 à 150 nanomètre d'épaisseur, les paramètres utilisés pour faire varier l'épaisseur d'oxyde finale sont pression de gaz, le temps de traitement et la densité du courant.

Shibata et al. ont étudiés la différence d'adhésion des ostéoblastes sur les surfaces de titane avec et sans traitement plasma de décharge lumineuse. Selon les résultats, l'adhésion des ostéoblastes sur les surfaces du titane a été améliorée grâce au traitement plasma de décharge lumineuse (Shibata Y, Hosaka M, Kawai H, et al. 2002).

## **D. Le dépôt physique en phase vapeur :**

Le dépôt physique en phase vapeur (en anglais : Physical Vapor Deposition PVD) est un revêtement mince (de quelques nanomètres à environ 10 micromètres d'épaisseur), réalisé à basse pression dans une enceinte sous vide partiel ( $< 10^{-1}$  mbar).

D'une façon générale, cette technologie fait appel à trois composantes :

1/ une source

Il s'agit de l'endroit où le matériau à déposer (ou l'un de ses composants) est concentré : creuset, plaque métallique, bouteille de gaz. C'est le siège du phénomène physique de base : la dispersion de cet élément sous forme d'atomes, d'ions, et plus généralement de vapeur.

2/ un substrat

Il s'agit de la pièce à revêtir. C'est ici qu'intervient le phénomène de condensation : la matière issue de la source, pure ou recombinaison, vient s'y fixer pour former des germes qui vont se développer jusqu'à conduire à la formation de la couche.

3/ un milieu

Il s'agit de tout ce qui est compris entre la source et le substrat. C'est le siège du phénomène de transfert de matière. Cela peut être aussi le siège de réactions chimiques intervenant entre les atomes du matériau à déposer et un gaz (dépôts réactifs).

On différencie les Dépôts Chimiques en Phase Vapeur (CVD) des Dépôts Physiques en Phase Vapeur (PVD) selon le moyen utilisé pour produire la vapeur :

CVD : elle résulte d'une réaction chimique ou de la décomposition d'une molécule

PVD : elle est produite par un phénomène purement physique (évaporation thermique, pulvérisation, ...)

Le PVD peut être réalisé en plusieurs techniques : la pulvérisation cathodique, par évaporation ou par pulvérisation par faisceau d'ion.

### ***i. La pulvérisation cathodique (sputtering) :***

Dans ce cas, on applique une tension électrique entre les deux électrodes. Lorsque cette tension est suffisante, il y a ionisation de l'atmosphère (composée en général d'argon) et création d'un plasma de décharge lumineuse. Les ions présents sont alors accélérés jusqu'à la cathode (la cible ou source du matériau à déposer). La mise en phase vapeur se fait alors suivant un processus purement mécanique, par transfert de l'énergie cinétique des ions aux atomes de la cible qui seront éjectés.

Cette technique a été considérablement améliorée par l'utilisation du procédé magnétron. Dans ce cas, on superpose sur la cible un champ magnétique au champ électrique. Le trajet des électrons au voisinage de la cathode est augmenté, ce qui permet un fort taux d'ionisation et donc un rendement plus élevé de pulvérisation et de dépôt. Le plasma étant confiné près de la cible, la température du substrat sera beaucoup moins élevée que dans le cas d'une pulvérisation cathodique classique.

Originellement, cette technique était surtout utilisée pour la micro-électronique, mais grâce à l'apport du procédé magnétron, cette technique est maintenant aussi utilisée pour des applications mécaniques ou électriques.

### ***ii. L'évaporation :***

La vaporisation du matériau source (espèce à déposer) peut être obtenue par effet Joule, par induction, par bombardement ionique ou électronique ou par faisceau laser.

Les dépôts sont réalisés sous vide poussé de façon à conférer une grande pureté aux couches. Plus la pression est basse, plus les trajectoires des particules vaporisées seront rectilignes. Dans ce cas, seules les parties du substrat directement en regard de la source seront recouvertes.

Le principal point faible de cette technique est la nécessité d'utiliser une puissance suffisante pour mettre en vapeur les composés les plus réfractaires. De plus, l'énergie des particules arrachées à la source est relativement faible, ce qui entraîne une adhérence médiocre. Enfin,

l'évaporation et le dépôt d'alliages pourront être perturbés si les différents composés ont des températures de fusion et/ou des pressions de vapeur saturantes très différentes.

Industriellement, la technique d'évaporation est très utilisée en optique (filtres, paraboles de phares, etc.) et en décoration, pour le revêtement de substrats en feuilles (emballages, condensateurs, etc.)

### ***iii. La pulvérisation par faisceau d'ion :***

Comme précédemment, la vapeur résulte de l'interaction entre la cible (source) et des ions possédant une forte énergie cinétique. Les ions ne sont pas ici générés autour de la source, mais proviennent d'un canon à ion. Cette technique, un peu plus souple que la précédente, permet l'utilisation d'ions plus énergétiques qu'en pulvérisation cathodique, mais est malgré tout peu utilisée du fait de sa plus grande complexité technologique.

**Deuxième partie**

***COMPARAISON DE LA COMPOSITION  
ET DE LA MORPHOLOGIE DE SURFACE  
DE PLUSIEURS IMPLANTS DU  
COMMERCE***

## **I. Introduction :**

Nous avons détaillé dans la première partie de cette étude les différentes méthodes de traitement de surface possibles. Chaque fabricant choisi son traitement de surface en fonction des possibilités de réalisation et des études réalisées sur ses surfaces. Le problème majeur, pour nos chirurgiens-dentistes, reste le manque d'information par rapport à ces méthodes et surtout l'absence d'un organisme de contrôle indépendant, qui valide ou non ces surfaces.

La plupart des implants commercialisés ont subis plusieurs traitement de surface afin d'arriver à l'état de surface souhaité par le fabricant. Certains de ces traitement laissent des impuretés à la surface de l'implant, ou modifie la composition chimique de la surface alors que le but de leur utilisation était de modifier la forme physique de la surface. Ces modification de l'état de surface, qui ne sont pas souhaitées ni par les fabricants ni par les praticiens, sont souvent minimisées ou même ignoré par les fabricants.

Dans cette partie nous avons comparé la composition et la morphologie de surface de six différentes marques d'implants commercialisés en France afin de déterminer la conformité de chaque implant avec ce qui est connu dans la littérature. Ce qui nous permet de mieux comprendre la différence de comportement de chaque implant.

## **II. Matériels et méthodes :**

### **1. Les implants :**

Les implants ont été fournis par le cabinet privé du Dr. Pierre Bravetti, un échantillon de 6 marques de fabricants d'implants a été étudié, à savoir : Straumann, Tekka, Euroteknika, Anthogyr, Biomet 3i, IDI.

#### **A. Straumann :**

Le groupe Straumann (SWX : STMN), dont le siège social se trouve à Bâle en Suisse, est un des leaders mondiaux en dentisterie implantaire et restauratrice ainsi que dans le domaine de la régénération tissulaire orale.

Straumann a développé une surface active pour ses implants, la surface SLA (pour Sandblasted, Large grit, Acidetched). Selon les études publiées sur le site de Straumann, la surface SLA est une surface ostéoinductive qui permet la mise en fonction définitive de l'implant après seulement 6 semaines de cicatrisation.

La surface SLA est fabriquée en deux étapes, la première étape est un sablage de la surface avec des particules de corindon afin de créer des macrorugosités sur la surface, suivi d'un mordantage à l'acide avec un mélange de HCL/H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> à haute température pendant quelques minutes. Le mordantage produit des microporosités de l'ordre de 2 à 4 microns sur les macrorugosités produites par le sablage.

La spectrométrie photoélectronique X montre que la composition chimique de la surface SLA est l'oxyde de titane TiO<sub>2</sub>.

Certaines études ont montré que la surface SLA est la meilleure surface pour l'interface implant/os en raison d'une ostéointégration plus rapide pour ces implants surtout pendant la période de cicatrisation. Cela peut être dû à la production de cytokines locales et de facteurs de croissances, selon Kieswetter et al.

### Effect of Titanium Disk Surface on PGE<sub>2</sub> Production

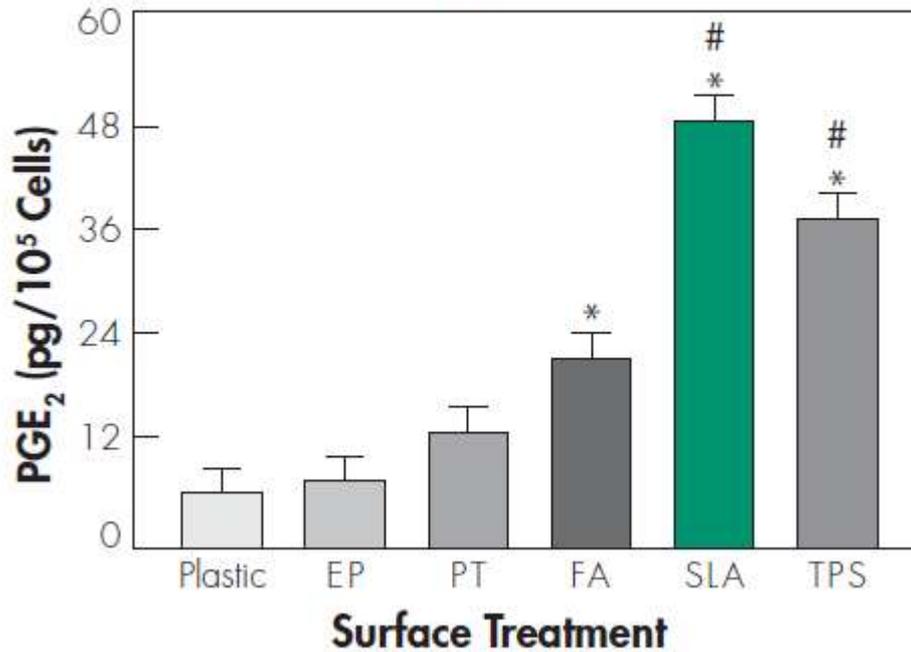


Figure 26: Production de prostaglandine E2 (PGE2) de 105 cellules cultivées sur différentes surfaces : une en plastique, et cinq surfaces en titane : selon la rugosité : electropolished (EP), pretreated surface (PT), fine grit-blasted (FA), Larg-grit Sand-blasted Acid-etched (SLA), and Ti plasma-sprayed (TPS). (Kieswetter K, Schwartz Z, Hummert TW, et al. 1996)

Dans notre étude nous avons examiné la morphologie et la composition d'un implant Straumann standard, Figure 25.

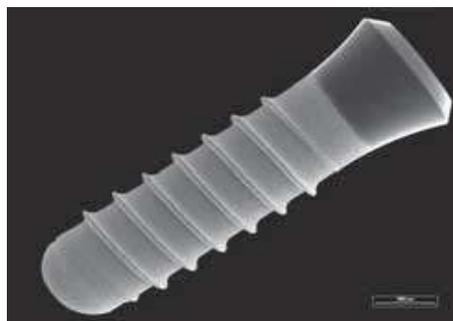


Figure 25 : Un implant Straumann standard avec une surface SLA et un col lisse.

## B. Tekka :

Tekka est un créateur d'implants dentaires français en Rhône-Alpes, dont la création par trois collaborateurs remonte à l'année 2000. En 2003 Tekka obtient son agrément FDA. De nos jours l'entreprise comprend plus de 100 collaborateurs et propose une gamme de produits qui s'étendent de la chirurgie pré implantaire à la chirurgie maxillo faciale en passant par les implants.

En implantologie, Tekka propose plusieurs type d'implants : PROGRESS, MONOBLOC, KRESTAL®, In-Kone®, In-Kone®Universal, TwinKon®, et TwinKon®Universal.

Dans notre étude nous avons utilisé un implant de type In-Kone®Universal (figure 27), qui est un implant avec un état de surface sablé, mordancé, et un design de filet "condensing thread", c'est-à-dire :

- Un double filetage à profondeur croissante permettant un ancrage osseux optimal
- Un microfiletage cervical Twinthread permettant une meilleure répartition des contraintes et de la préservation osseuse



Figure 27 : un implant Inkone de chez Tekka

## C. Euroteknika :

Euroteknika est une entreprise française de fabrication d'implant, créée en 1992 après 4 années de recherche par un implantologue, le Dr Guy Huré. En 2004 l'entreprise a été achetée par GACD, le premier groupe français de distribution de produits dentaires, ce qui a permis le développement de sa structure en recherche et en marketing.

L'implant utilisé dans notre recherche est un implant Natéa® (figure 28), c'est un implant droit en titane pur grade 4, avec un traitement de surface en deux temps :

- Sablage aux billes de céramique, dont les paramètres tels que la taille des grains, la distance et la puissance de projection ont été optimisés de façon à obtenir des macro-rugosités d'environ 25 microns de bord à bord,
- Suivi par un mordantage aux acides, d'une part pour éliminer d'éventuelles particules qui auraient pu rester à la surface de l'implant lors du sablage, d'autre part pour créer des micro-rétentions de plus petite taille (de l'ordre de 2 à 3 microns) stimulant l'ostéo-conduction.



Figure 28 : un implant Natea® de chez Euroteknika

#### **D. Anthogyr :**

Anthogyr est une société française basée au pied du Mont Blanc, avec 60 années d'expertise dans le domaine dentaire, 200 collaborateurs et des représentants dans 85 pays.

En implantologie, Anthogyr propose plusieurs types d'implant : le Concept Axiom®, Ossfit®

Anthofit® OI tapered, Anthofit® OI straight, et Anthofit® HE straight.

Dans notre étude nous avons examiné un implant de concept Axiom® (figure 29), dont la caractéristique est d'avoir un col rétentif fileté.



Figure 29 : un implant Axiom® de chez Anthogyr.

Anthogyr utilise pour les implants Axiom® un alliage de titane grade 5 pour avec un traitement de surface sablé mordancé : sablage avec un média de sablage BCP (phosphate de calcium biphasé) suivi d'un mordantage à l'acide.

Les études de chez Anthogyr prétendent avoir 70% de contact os-implant (BIC : Bone to implant contact), ce qui permet une ostéogenèse de contact à 6 semaine.

### **E. IDI system :**

IDI (pour Implants Diffusion International) a été créé en 1987 à Paris pour la conception, la production et la distribution des implants dentaires. En 2000 IDI lance la gamme d'implant IDmax®, puis en 2008 lance la gamme IDcam® (figure 30).

IDI utilise un d'un alliage Ti6Al4V biphasé grade 4 et 5, avec un état de surface S.M.A.-TiO<sub>2</sub>, sablé mordancé à l'acide



Figure 30 : A gauche l'implant IDmax®, et à droite l'implant IDcam®.

La différence entre l'implant IDmax® et IDcam® est essentiellement la forme, le premier implant est un implant cylindrique conventionnelle et le deuxième est un nouveau concept d'implant cylindro-conique avec un Apex CSO® de 2,1mm de diamètre (figure 31).

L'intérêt principal de la forme de l'apex CSO® est la pose d'implant au maxillaire avec une forme qui minimise les risques de perforation de la membrane de Schneider.

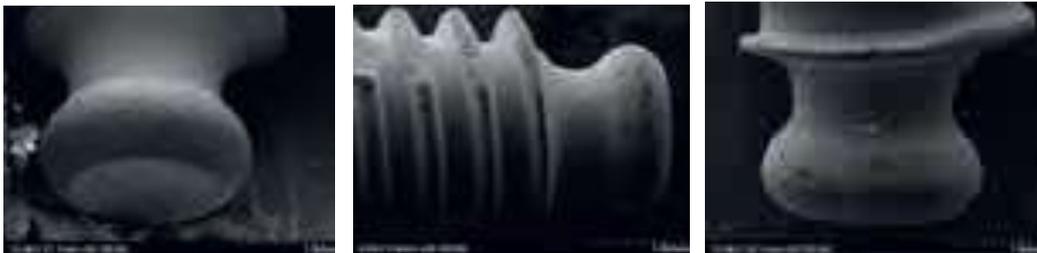


Figure 31 : La forme de l'apex de l'implant Idcam en microscopie électronique. (photos du Dr. Pierre Bravetti)

### **F. Biomet 3i :**

3i a été fondé en 1987 par l'ingénieur Keith Beaty et le parodontiste Richard Lazzara. Depuis 1999 3i fait partie du groupe Biomet, un groupe mondial dans la fabrication des prothèses orthopédiques. Le siège social mondial de Biomet 3i se trouve à Palm Beach Gardens en Floride, aux États-Unis, et son siège social pour l'Europe, le Moyen-Orient et l'Afrique est à Barcelone, en Espagne.

Biomet 3i propose des implants à base d'un alliage de titane pur grade 4, avec deux types d'état de surface, OSSEOTITE® et NanoTite™.

L'implant OSSEOTITE® a une surface brevetée obtenue par double mordantage acide, ce qui permet au caillot sanguin d'adhérer à l'implant et d'optimiser l'activation plaquettaire et l'agrégation des globules rouges.

L'implant NanoTite™ a une surface OSSEOTITE® recouverte d'une couche de phosphate de calcium (CaP) par DCD (Discrete Crystalline Deposition). La topographie de surface plus complexe et les bénéfices biologiques du CaP jouent un rôle prépondérant dans l'amélioration de la réponse du site, optimisant la prévisibilité et les résultats cliniques.

Les études précliniques réalisées avec l'implant NanoTite™ démontrent une amélioration considérable de la vitesse et de l'étendue de l'ostéointégration par rapport à l'implant OSSEOTITE®.

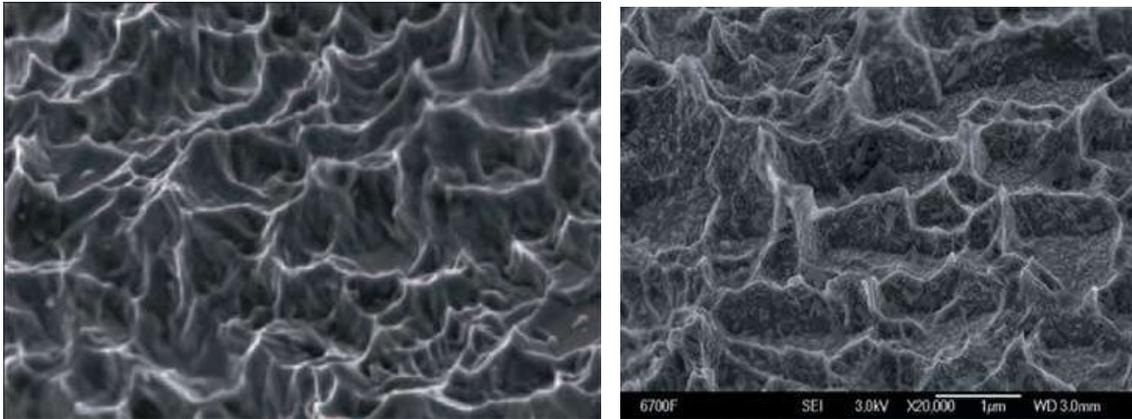


Figure 32 : Image au MEB des surfaces de chez Biomet 3i, à gauche une surface OSSEOTITE®.et à droit une surface NanoTite™. Grossissement X20 000.

Le tableau 3 regroupe les alliages du titane et les traitements de surface utilisés pour les implants étudiés.

Tableau 3 :

<b>L'implant</b>	<b>L'alliage utilisé</b>	<b>Le traitement de surface</b>
<b>Straumann</b>	Grade 4	Sablage abrasif à l'alumine suivie d'un mordantage acide à haute température
<b>Tekka</b> <b>Inkone</b>	Grade 4	Sablage abrasif à l'alumine suivie d'un mordantage acide
<b>Euroteknika</b> <b>Natea</b>	Grade 4	Sablage abrasif au dioxyde de titane, suivie d'un mordantage acide
<b>Anthogyr</b> <b>Axiom</b>	Grade 5 (Ti6Al4V)	Sablage abrasif au phosphate de calcium biphasé, suivie d'un mordantage acide
<b>IDI</b> <b>Idcam</b>	Biphasé Grade 4 et 5	Sablage abrasif à l'alumine suivie d'un mordantage acide
<b>IDI</b> <b>Idmax</b>	Biphasé Grade 4 et 5	Sablage abrasif à l'alumine suivie d'un mordantage acide
<b>Biomet 3i</b> <b>OSSEOTITE</b>	Grade 4	mordantage acide
<b>Biomet 3i</b> <b>NanoTite</b>	Grade 4	mordantage acide suivie de déposition d'une couche de phosphate de calcium

## 2. Microscopie électronique:

Le microscope électronique à balayage (MEB) a été imaginé pour la première fois en Allemagne, dans les années 1930, par Knoll et Von Ardenne et développé par Zworykin, Hillier et Snyder dans les laboratoires RCA aux Etats-Unis (1940).

Mais la microscopie électronique à balayage a connu son véritable essor entre 1948 et 1965, grâce aux progrès techniques de la télévision et des détecteurs d'électrons et grâce aux recherches d'Oatley et de ses condisciples à Cambridge. Cette nouvelle technologie a permis, du fait de sa profondeur de champ, l'observation du relief d'échantillons massifs.

Le principe du balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident.

Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon. (Figure 33)

Sous l'impact du faisceau d'électrons accélérés, des électrons rétrodiffusés et des électrons secondaires émis par l'échantillon sont recueillis sélectivement par des détecteurs qui transmettent un signal à un écran cathodique dont le balayage est synchronisé avec le balayage de l'objet.

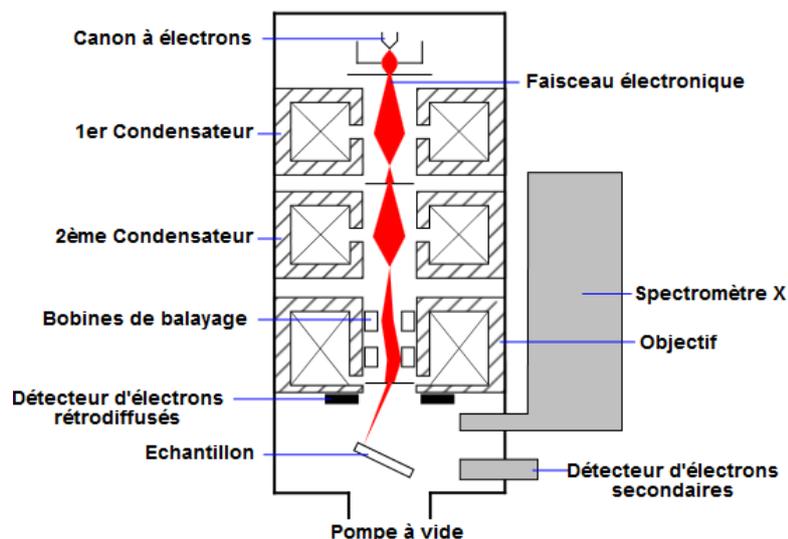


Figure 33 : Une présentation schématique d'un microscope électronique à balayage.

La composition des implants a été étudiée avec une analyse EDS (Energy dispersive spectrometry) en microscopie électronique.

L'analyse EDS est une technique utilisée pour déterminer la composition d'un échantillon ou un point précis de l'échantillon. Pendant l'analyse dispersive en énergie (EDS) l'échantillon est soumis à un faisceau d'électrons dans le microscope électronique à balayage, ces électrons interagissent avec les électrons à la surface de l'échantillon, ce qui cause la sortie de quelques électrons de leurs orbites. Les cases quantiques vides sont remplies par des électrons avec une énergie supérieure, processus toujours accompagné d'émission de rayon X. L'analyse des rayons X émis permet de déterminer la composition de l'échantillon étudié (Figure 34).

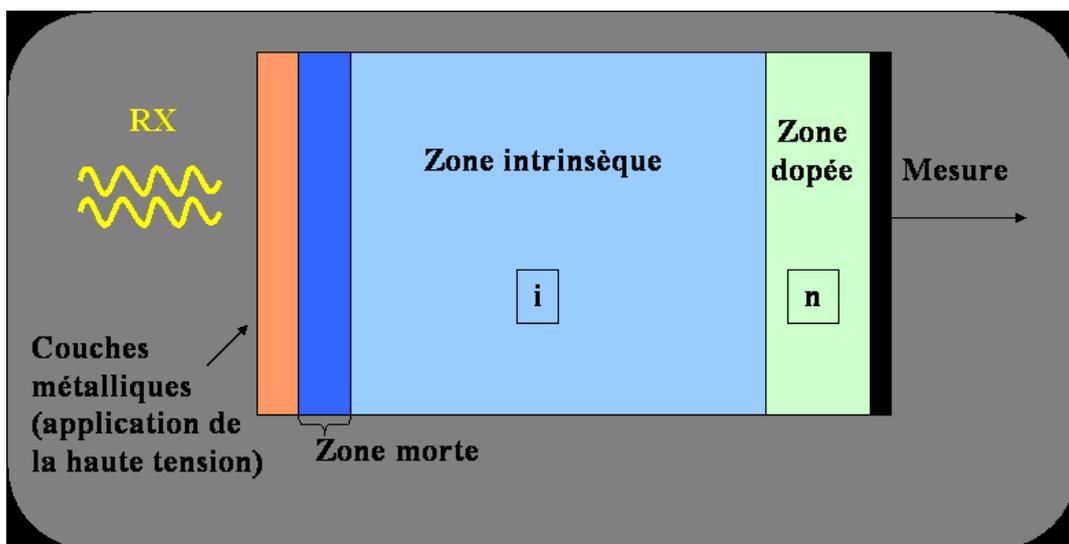


Figure 34 : Spectrométrie EDS (détecteur)

Notre étude a été réalisée dans le service commun de microscopie électronique et de microanalyse X (S.C.M.E.M), à la faculté des sciences, de l'Université de Lorraine.

Le Service Commun de Microscopies Electroniques et de Microanalyses est un service dédié à la caractérisation microscopique et à l'analyse ponctuelle des matériaux provenant de secteurs scientifiques variés : Sciences des Matériaux, Sciences de la Terre, Biologie et Santé.

Nous avons utilisé le MEB à effet de champ Hitachi S-4800 (figure 35), qui est optimisé pour la haute résolution (du micromètre au nanomètre). Il permet l'observation de matériaux fragiles sous le faisceau électronique, tels que les polymères, les semi-conducteurs ou plus généralement les matériaux ou structures associés aux nanotechnologies.



Figure 35 : Microscope électronique Hitachi S4800

### III. Résultats:

#### 1. La composition :

##### A. Straumann

L'analyse de la surface de l'implant confirme l'utilisation de titane pure pour les implants Straumann. Les résultats quantitatifs indiquent que la composition est à 100% du titane.

Des traces d'oxygène sont aussi présent à ce niveau-là ce qui confirme la présence d'une fine couche d'oxyde à la surface.

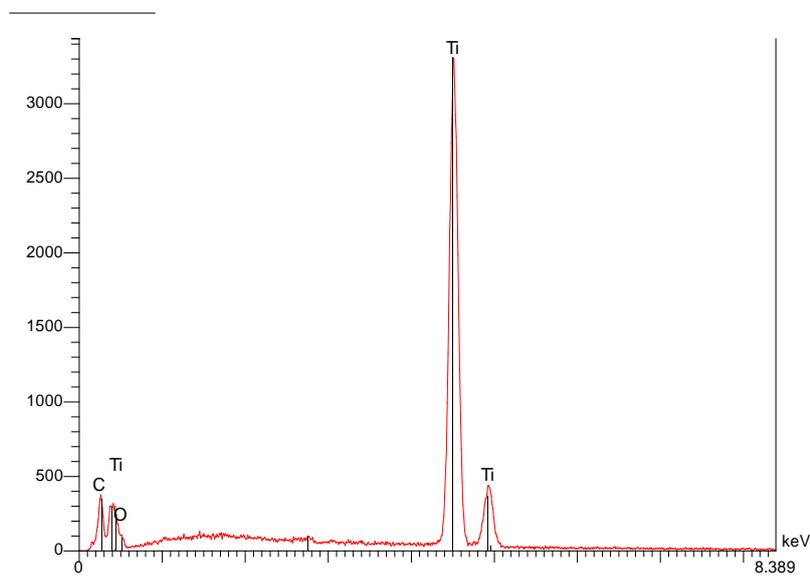


Figure 36 : le spectre de l'implant Straumann

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	67.5	14.7604	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
O	Ka	0.0	0.0000	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
Ti	Ka	1200.8	2.1417	1.0000	1.0000	100.00	100.00		0.00	0.00
				1.0000	1.0000	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 4 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant Straumann montrant les pourcentages massique (P%) et atomique (A%) des éléments trouvés.

Pour confirmer la présence de la couche d'oxyde, nous avons analysé le col lisse de l'implant (une surface lisse sans traitement SLA). Les résultats montrent l'absence d'oxygène à ce niveau.

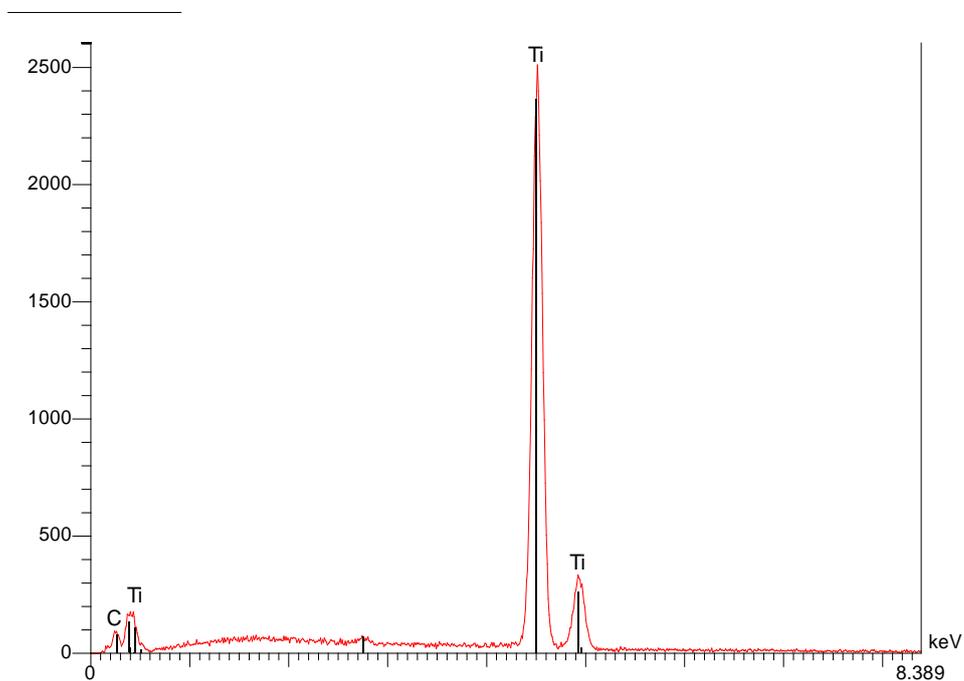


Figure 37 : le spectre du col l'implant Straumann

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
<b>C</b>	Ka	29.2	9.4161	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
<b>Ti</b>	Ka	1306.6	1.5635	1.0000	1.0000	100.00	100.00		0.00	0.00
				1.0000	1.0000	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 5 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS du col de l'implant Straumann montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

### B. Tekka Inkone® :

L'analyse de la surface de l'implant montre la présence de titane à 32,50%, d'aluminium à 17,36% et de l'oxygène à 50,14% en concentration massique.

Ces résultats confirment la présence d'oxyde à la surface, mais le taux élevé d'oxygène et d'aluminium est due à la présence de l'alumine  $Al_2O_3$  après le sablage.

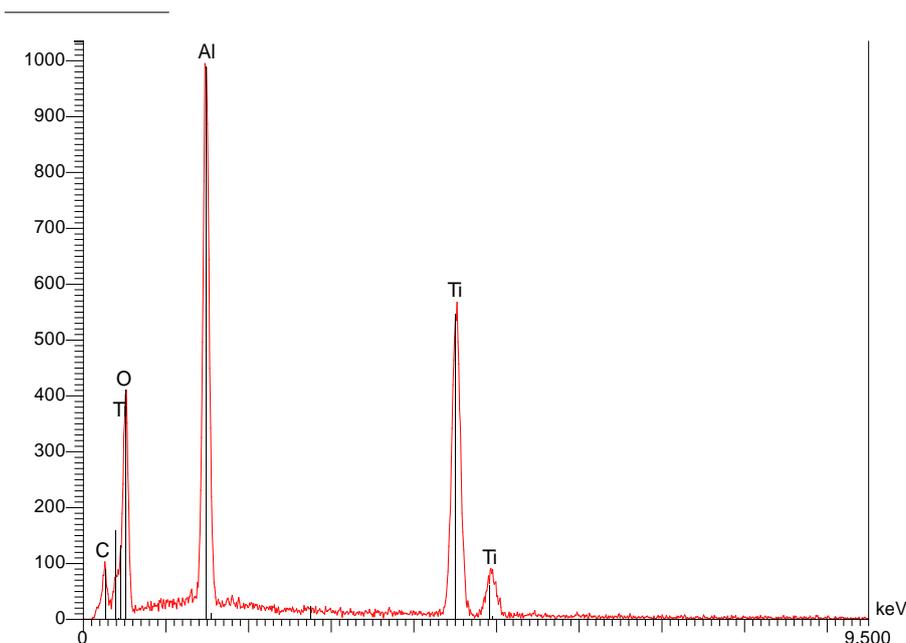


Figure 38 : le spectre de l'implant Inkone®.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	64.5	2.8538	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
O	Ka	211.3	2.8538	0.2104	0.1046	50.14	70.33		0.00	0.00
Al	Ka	628.8	13.5443	0.2268	0.1128	17.36	14.44		0.00	0.00
Ti	Ka	615.9	0.8874	0.5628	0.2799	32.50	15.23		0.00	0.00
				1.0000	0.4974	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 6 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant Inkone® montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

Au niveau du col de l'implant Inkone, on note la présence de titane à 67,29%, d'aluminium à 10,92%, et oxygène à 21,79% en concentration massique. Cette résultat est due au fait que le col de l'implant a subit le même traitement de surface, mais la concentration résiduelle d'alumine est inférieur au niveau du col.

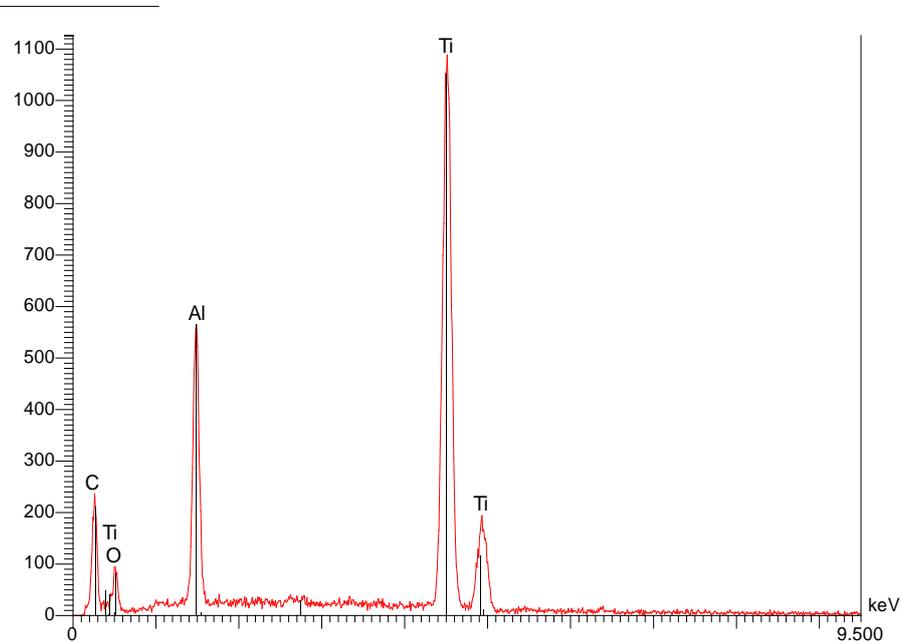


Figure 39 : le spectre du col de l'implant Inkone.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	76.0	2.7166	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
O	Ka	28.8	2.7166	0.0361	0.0261	21.79	42.94		0.00	0.00
Al	Ka	215.3	0.6561	0.0977	0.0706	10.92	12.76		0.00	0.00
Ti	Ka	753.4	0.9630	0.8661	0.6256	67.29	44.29		0.00	0.00
				1.0000	0.7223	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 7 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS du col de l'implant Inkone montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

### C. Natea® de chez euroteknika :

L'analyse de l'implant Natea® montre la présence de titane à 99,15%, d'aluminium à 0,85%, ce qui confirme l'utilisation d'un alliage de titane pur (grade 4).

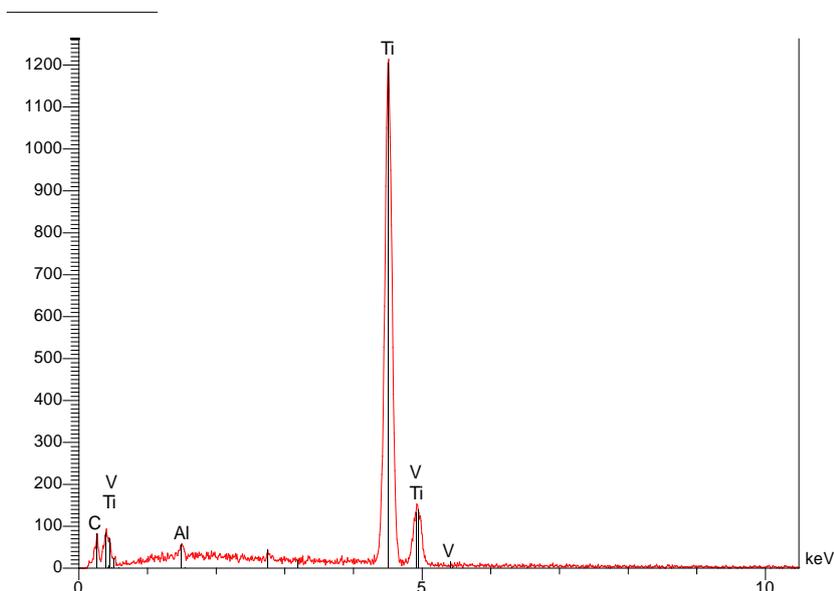


Figure 40 : le spectre de l'implant Natea®.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
<b>C</b>	Ka	9.1	4.9747	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
<b>Al</b>	Ka	4.2	0.5505	0.0054	0.0054	0.85	1.50		0.00	0.00
<b>Ti</b>	Ka	306.3	1.0917	0.9946	0.9900	99.15	98.50		0.00	0.00
<b>V</b>	Ka	0.0	0.0000	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
				1.0000	0.9954	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 8 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant Natea® montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

### D. Axiom® de chez anthogyr

L'analyse EDS montre la présence de titane à 89,86% , d'aluminium 7,41% et du vanadium à 2,73% de concentration massique. Ces quantités confirment l'utilisation d'un alliage de titane grade 5 chez Anthogyr.

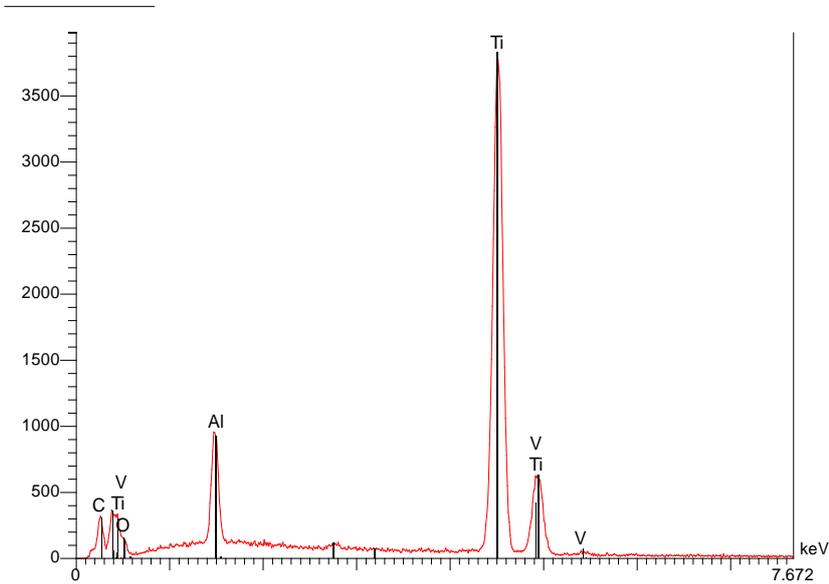


Figure 41 : le spectre de l'implant Axiom®.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
<b>C</b>	Ka	39.5	7.8818	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
<b>O</b>	Ka	12.6	7.8818	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
<b>Al</b>	Ka	136.0	3.8737	0.0501	0.0481	7.41	12.47		0.00	0.00
<b>Ti</b>	Ka	989.4	1.1965	0.9225	0.8871	89.86	85.11		0.00	0.00
<b>V</b>	Ka	25.6	0.9971	0.0275	0.0264	2.73	2.43		0.00	0.00
				1.0000	0.9616	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 9 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant Axiom® montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

## E. IDI :

### 1. Idcam® :

L'analyse de l'implant Idcam de chez IDI montre la présence de titane à 91,80%, d'aluminium à 6,99% et du vanadium à 1,21% de concentration massique, ce qui confirme l'utilisation d'un alliage de titane grade 5.

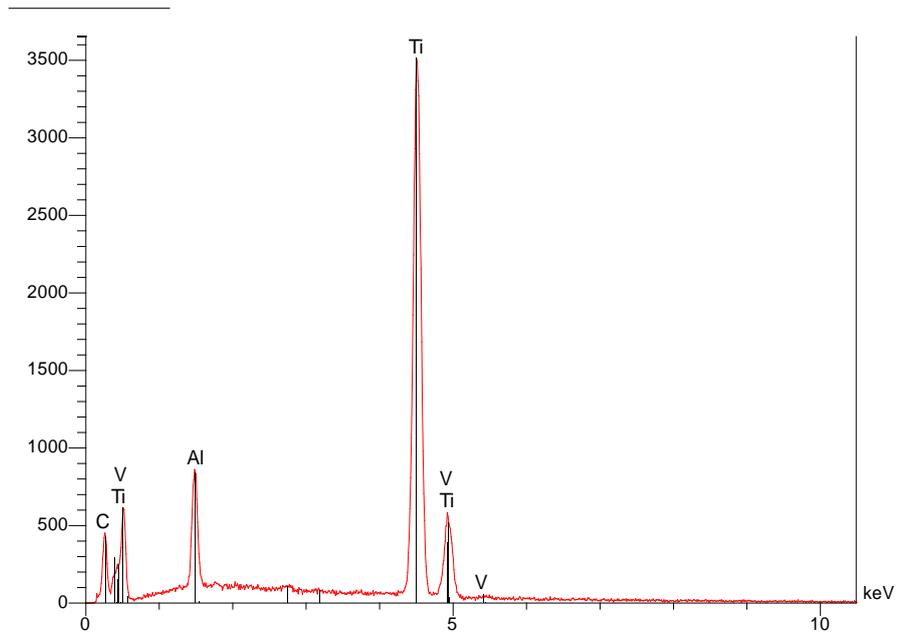


Figure 42 : le spectre de l'implant Idcam®.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	55.0	12.1437	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
Al	Ka	111.0	1.1828	0.0471	0.0453	6.99	11.78		0.00	0.00
Ti	Ka	876.2	1.0833	0.9407	0.9065	91.80	87.14		0.00	0.00
V	Ka	9.9	0.9028	0.0122	0.0118	1.21	1.08		0.00	0.00
				1.0000	0.9636	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 10 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant Idcam® montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

L'observation de la surface de l'implant a montré la présence des impuretés incrustées dans la surface, l'analyse de ces impuretés révèle la présence de l'aluminium à 43,60% et de

l'oxygène à 55,64% de concentration atomique, ce qui laisse suggérer que les particules d'alumine ont été incrustées pendant le processus de sablage.

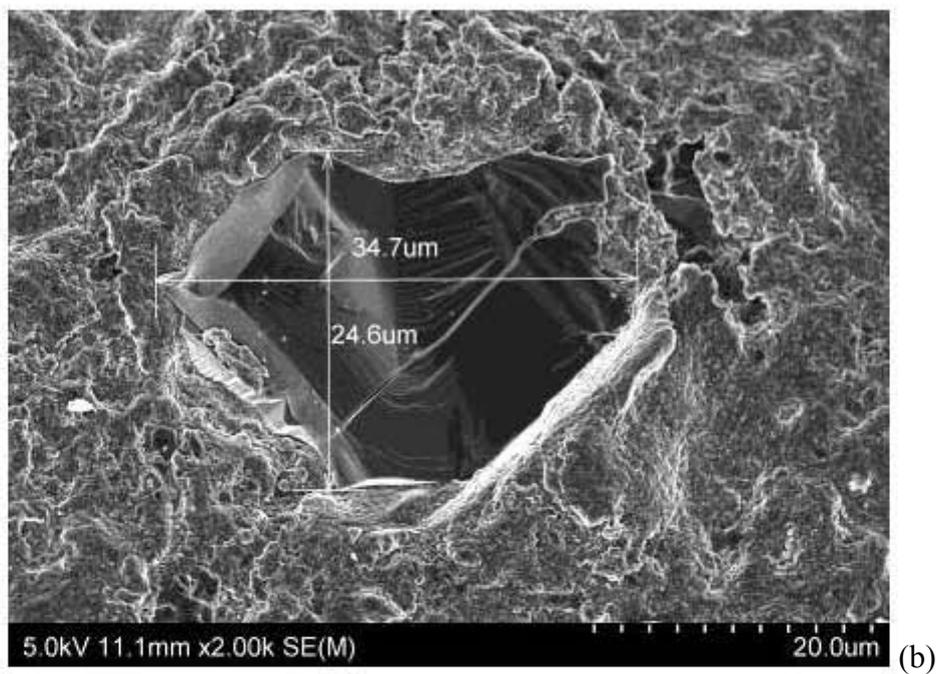
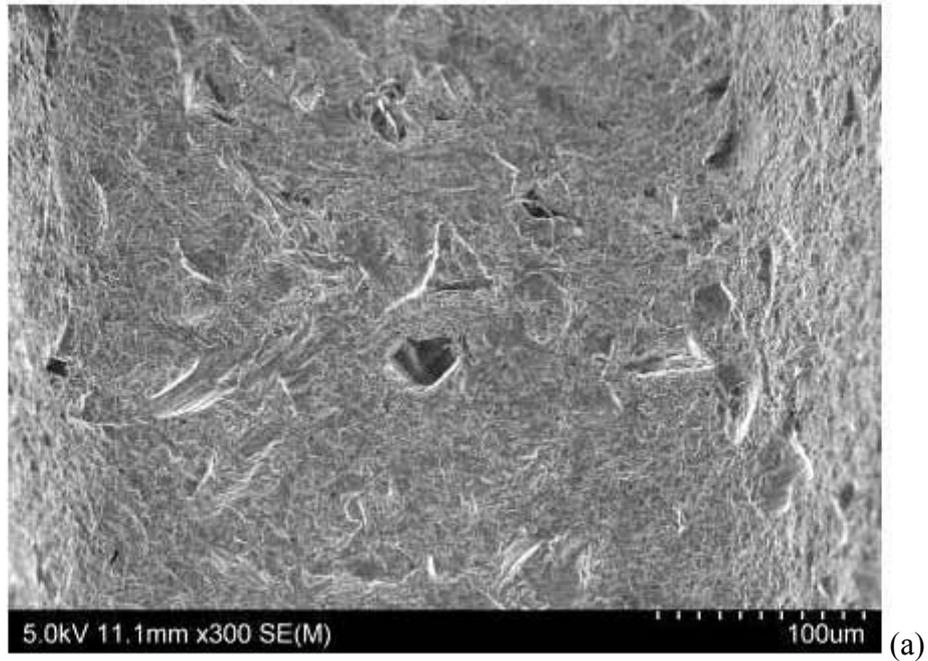


Figure 43 : image au MEB montrant les traces d'alumine sur la surface de l'implant Idcam®.  
(a) grossissement X300. (b) grossissement X 2000.

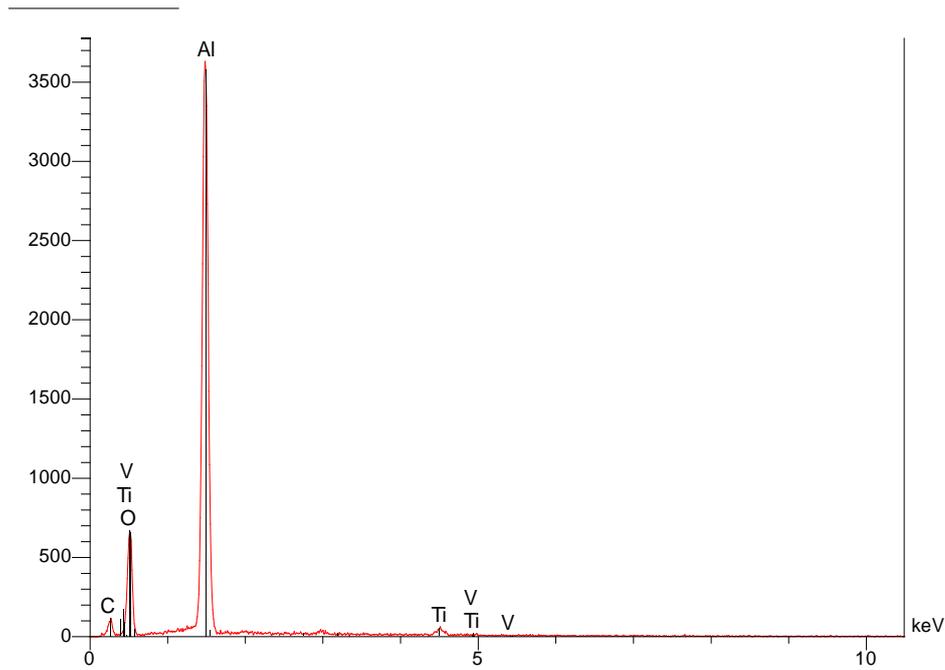


Figure 44 : le spectre de la particule trouvé dans la figure 43 sur la surface de l'implant Idcam®.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
<b>C</b>	Ka	37.5	2.8310	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
<b>O</b>	Ka	220.6	2.8310	0.2724	0.1689	42.33	55.64		0.00	0.00
<b>Al</b>	Ka	1575.0	6.3435	0.7047	0.4370	55.94	43.60		0.00	0.00
<b>Ti</b>	Ka	20.1	0.4265	0.0228	0.0141	1.72	0.76		0.00	0.00
<b>V</b>	Ka	0.0	0.0000	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
				1.0000	0.6201	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 11 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de la particule trouvé dans la figure 43 sur la surface de l'implant Idcam® montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

## 2. Idmax® :

L'analyse EDS de la surface de l'implant Idmax montre la présence de titane à 36,83%, d'aluminium à 8,9 et de l'oxygène à 55,08% de concentration massique..

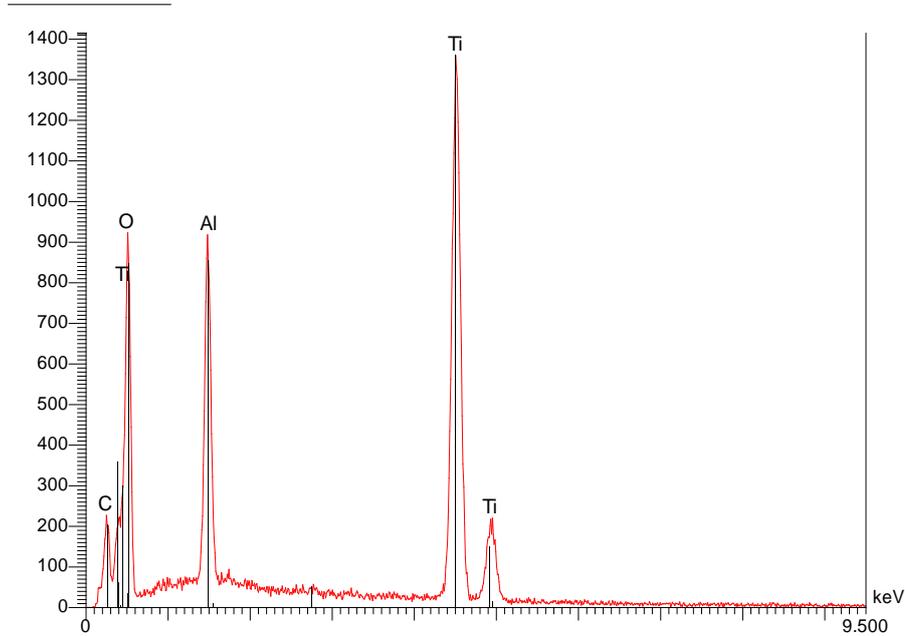


Figure 45 : le spectre de l'implant Idmax®.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	69.9	6.9522	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
O	Ka	206.2	6.9522	0.2293	0.1098	55.08	76.31		0.00	0.00
Al	Ka	261.2	4.8059	0.1053	0.0504	8.09	6.65		0.00	0.00
Ti	Ka	651.9	1.0546	0.6654	0.3186	36.83	17.04		0.00	0.00
				1.0000	0.4789	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 12 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant Idmax® montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

Le pourcentage élevé d'oxygène et la morphologie de la surface laisse penser à une déposition chimique d'une couche de  $\text{TiO}_2$  en utilisant le procédé sol gel. Cette couche de  $\text{TiO}_2$  empêche l'analyse exacte de la composition de l'alliage, ce qui explique l'absence de vanadium dans l'analyse, mais la quantité d'aluminium mesurée permet de confirmer que c'est un alliage de titane biphasé grade 4 et 5.

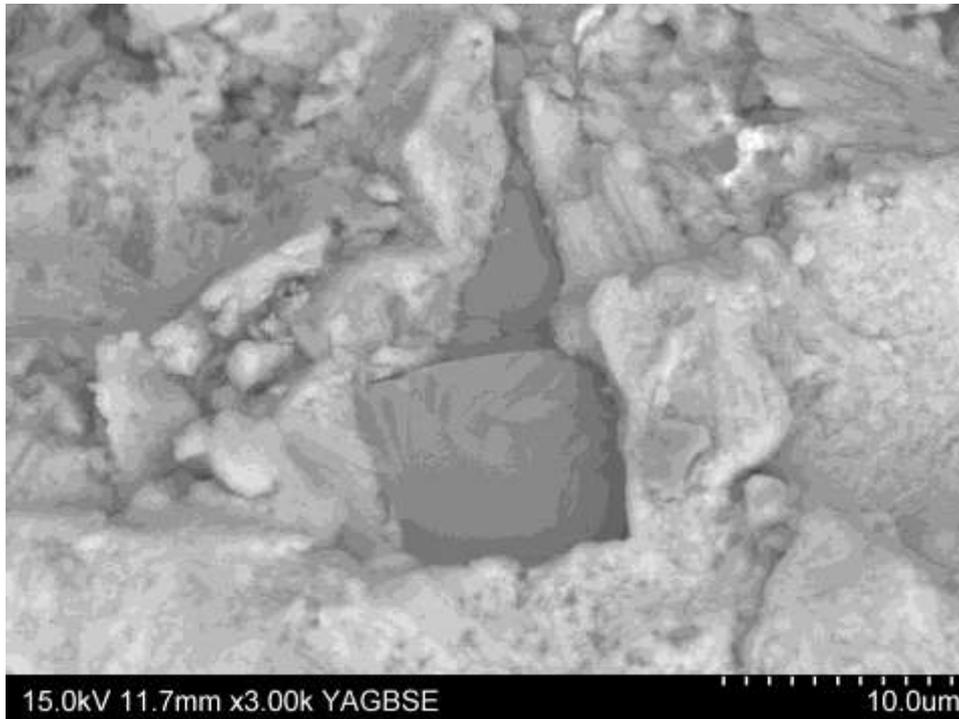


Figure 46 : Image au MEB de la surface de l'implant Idmax®, qui montre la couche de  $\text{TiO}_2$  et au milieu un grain d'aluminium encastré dans la surface. Grossissement X300.

Des impuretés sont identifiées à la surface de cet implant de chez IDI. L'analyse EDS confirme que c'est de l'alumine comme dans le cas de l'implant Idcam, (avec une concentration de 47,02% d'aluminium et 51,29% d'oxygène).

Ces grains d'alumine trouvés sur les implants de chez IDI confirment l'utilisation de l'alumine dans le processus de sablage, et qu'un nettoyage de la surface n'a pas été réalisé ou n'était pas suffisant.

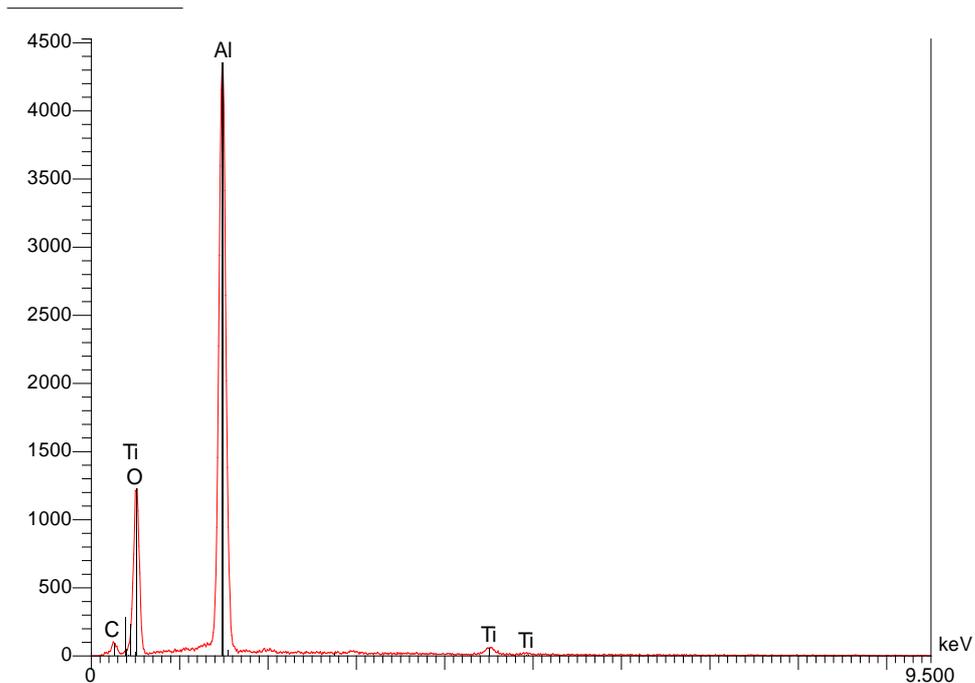


Figure 47 : le spectre de la particule trouvé dans la figure 46 sur la surface de l'implant Idmax®.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	29.4	2.1505	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
O	Ka	327.3	2.1505	0.3837	0.2266	51.29	64.33		0.00	0.00
Al	Ka	1395.9	4.9555	0.5929	0.3502	47.02	34.97		0.00	0.00
Ti	Ka	21.7	0.3720	0.0233	0.0138	1.69	0.71		0.00	0.00
				1.0000	0.5906	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 13 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de la particule trouvé dans la figure 46 sur la surface de l'implant Idmax® montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

## F. Biomet 3i :

### 1. OSSEOTITET®:

L'analyse EDS de l'implant Osseotite montre la présence de titane 100%, ce qui confirme que Biomet 3i utilise un alliage de titane grade 4.

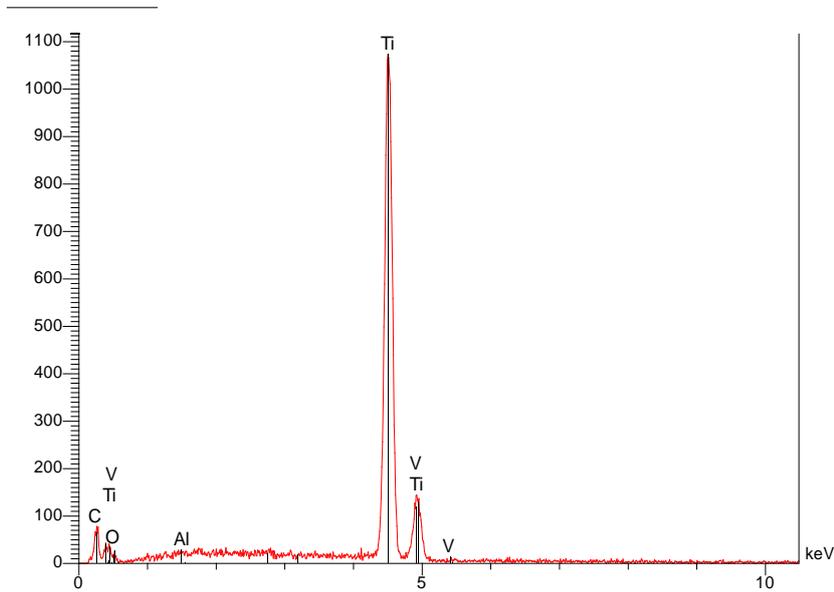


Figure 48 : le spectre de l'implant OSSEOTITE.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	12.6	1.2958	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
O	Ka	2.7	1.2958	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
Al	Ka	0.0	0.0000	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
Ti	Ka	411.2	1.0563	1.0000	1.0000	100.00	100.00		0.00	0.00
V	Ka	0.0	0.0000	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
				1.0000	1.0000	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 14 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant OSSEOTITE montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés.

## 2. NanoTite<sup>c</sup> :

L'analyse EDS de la surface de l'implant NanoTite<sup>TM</sup> montre la présence de titane à 90,38% du calcium à 1,40% et d'oxygène à 7,99%, ce qui confirme l'utilisation d'un alliage de titane grade 4 et le revêtement avec phosphate de calcium pour ce type d'implant.

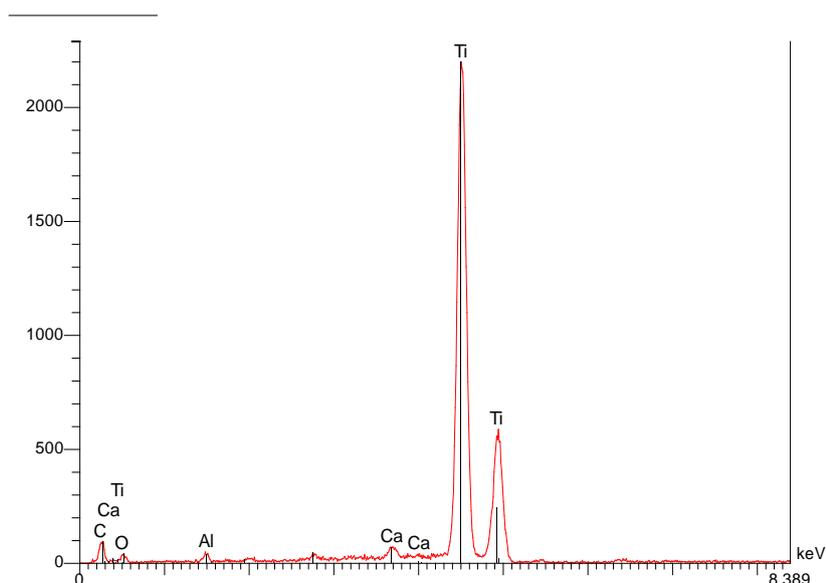


Figure 49 : le spectre de l'implant NanoTite<sup>TM</sup>.

Elt	Ligne	Int	Erreur	K	Kr	P%	A%	Formule	Ox%	Cat#
C	Ka	11.5	1.4913	0.0000	0.0000	0.00	0.00		0.00	0.00
O	Ka	4.6	1.4913	0.0084	0.0076	7.99	20.55		0.00	0.00
Al	Ka	2.4	0.4045	0.0016	0.0014	0.23	0.35		0.00	0.00
Ca	Ka	14.2	4.2821	0.0190	0.0173	1.40	1.44		0.00	0.00
Ti	Ka	572.6	4.6713	0.9710	0.8815	90.38	77.66		0.00	0.00
				1.0000	0.9079	100.00	100.00		0.00	0.00

Tableau 15 : les résultats quantitatifs de l'analyse EDS de l'implant NanoTite<sup>TM</sup> montrant les pourcentages massiques (P%) et atomiques (A%) des éléments trouvés..

## 2. La morphologie :

### A. Straumann :

Les photos de la morphologie de surface de l'implant de chez Straumann montrent l'aspect particulier de la surface SLA® développée par l'entreprise.

A faible grossissement, la surface observée semble homogène, et les macro-rugosités obtenues par le sablage ne sont pas visible (figure 50).

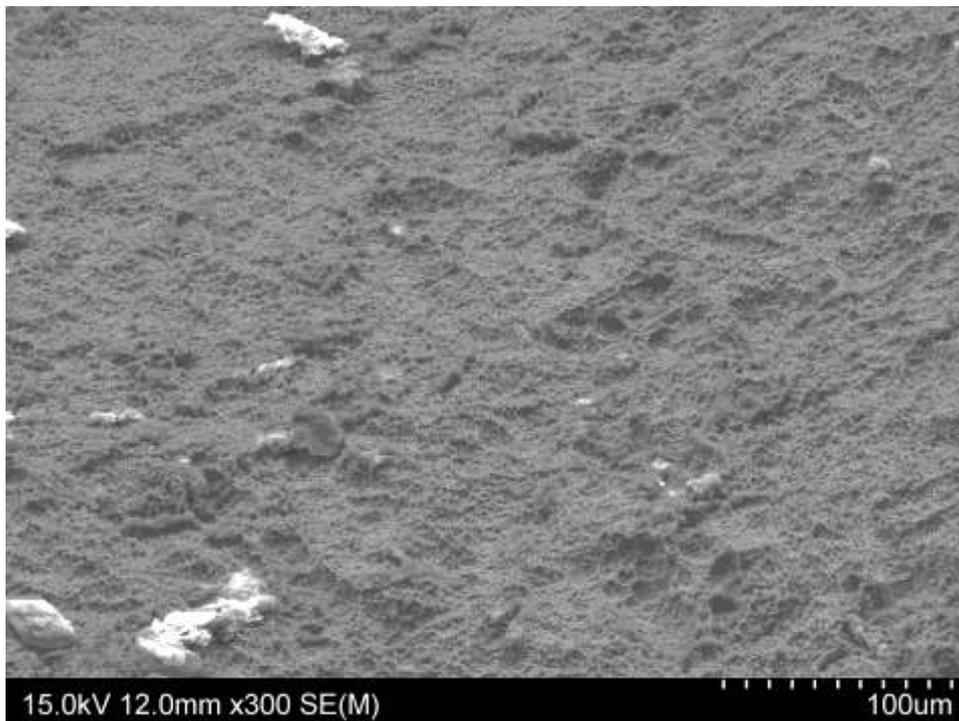


Figure 50 : Une surface de l'implant strau mann, grossissement X300.

Cependant, à fort grossissement, les micro-rugosités obtenues par le mordantage à l'acide sont bien visible et de l'ordre de 2 à 5 micromètres.

Cet aspect propre de la surface est peut être lié au fait que le mordantage est réalisé à haute température.

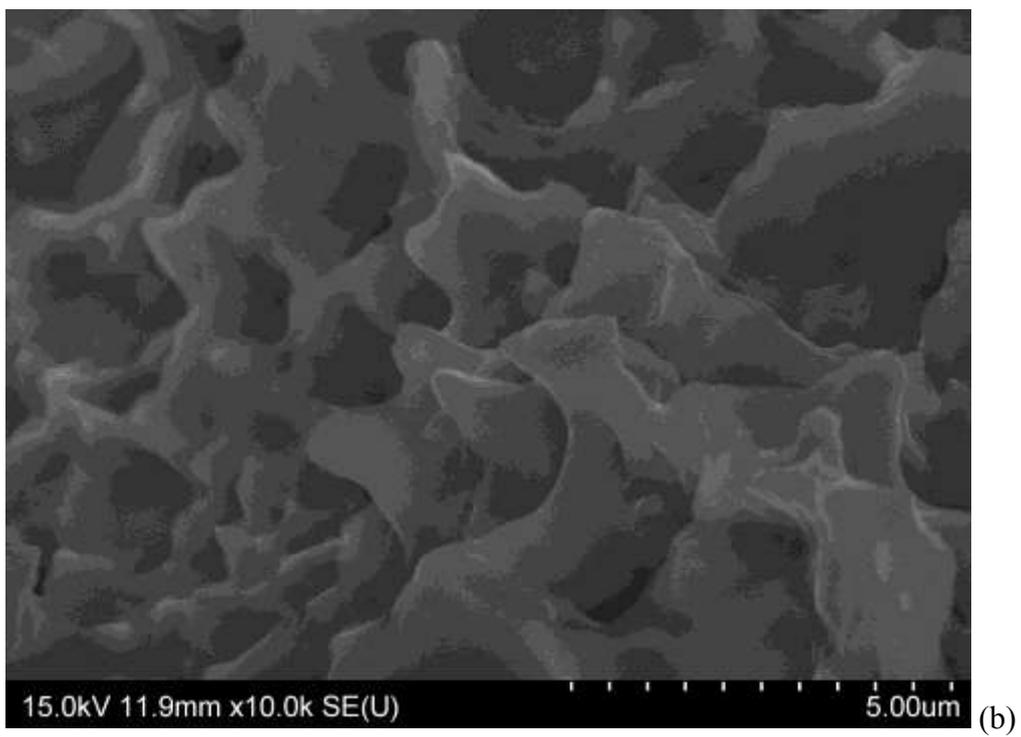
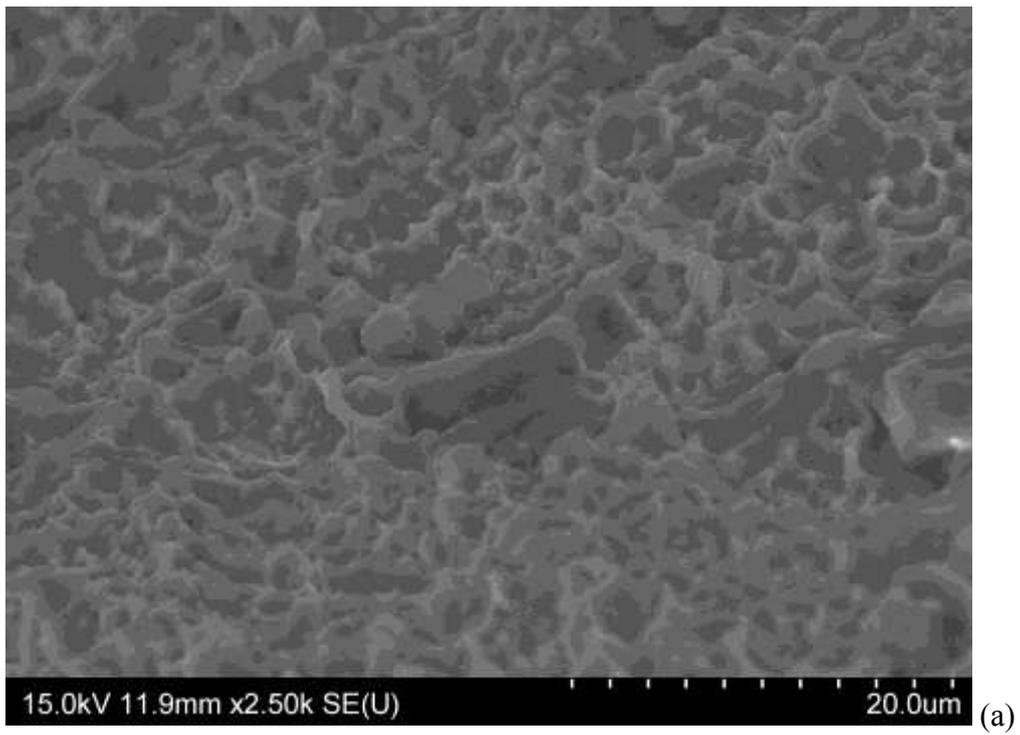


Figure 51 : La même surface à grossissement (a) X2500 et (b) X10 000. La surface de l'implant straumann semble très régulier et les rugosités de surface très bien orientés.

### B. Tekka Inkone® :

La surface de l'implant Inkone® ressemble à la surface SLA de chez Straumann, des macro-rugosités quasi invisible à faible grossissement et des micro-rugosités de l'ordre de 2 à 5 microns. Cependant, la profondeur des micro-rugosité sur les implants Straumann semble plus importante.

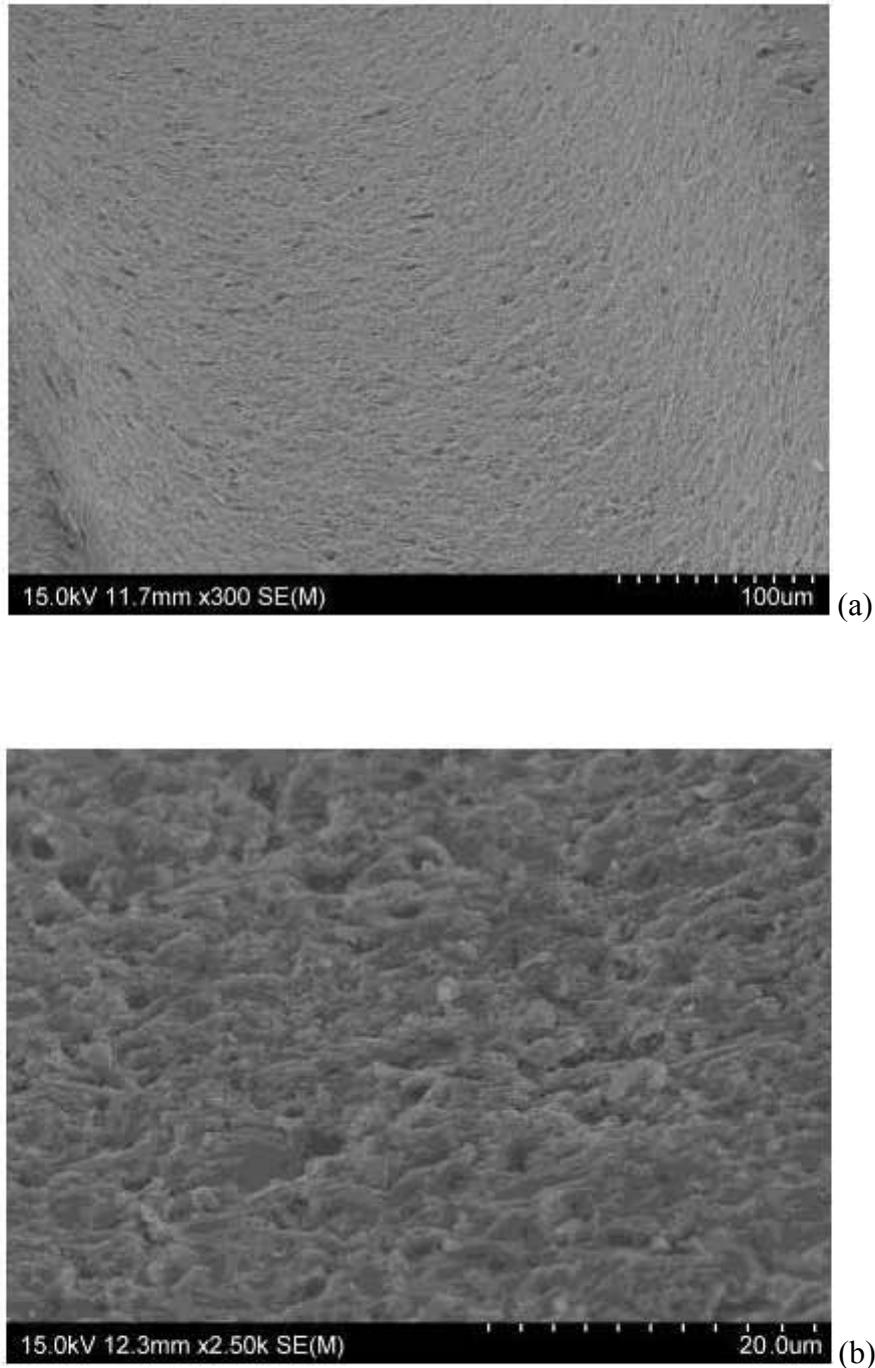


Figure 52 : La surface de l'implant Inkone® de chez Tekka avec un grossissement (a) X300 et (b) X2500

### C. Euroteknika :

Malgré le fait qu'Euroteknika utilise aussi un traitement de surface en deux temps : sablage et mordantage à l'acide, la morphologie de surface ne ressemble pas à celle des implants Straumann ou Tekka.

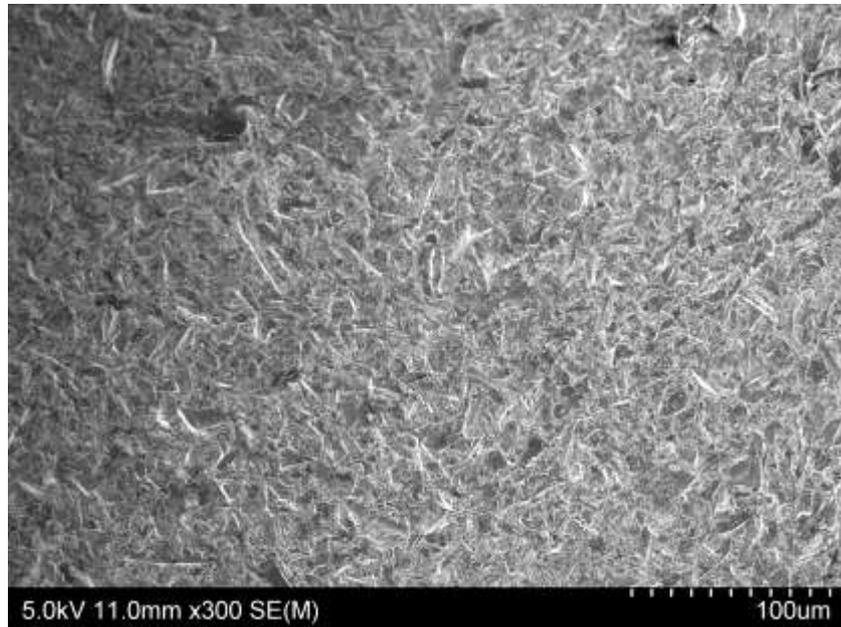


Figure 53 : La surface de l'implant Natea® de chez Euroteknika a grossissement 300.

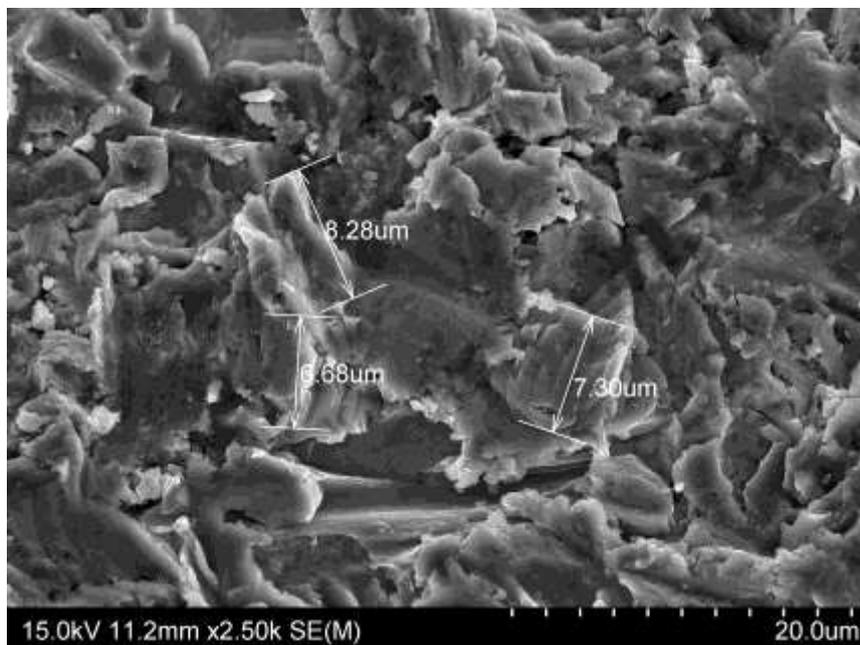


Figure 54: La même surface avec un grossissement X2500.

Les photos à faible grossissement montrent une surface irrégulière, et les macro-rugosités n'ont pas d'orientation précise.

Par contre, les photos à très fort grossissement, montre des rugosités nanométriques sur les surfaces des macro et micro-rugosités (figure 55).

Cet état de surface irrégulière et nanométrique laisse penser qu'un traitement de surface par addition a été réalisé avant le double traitement soustractif par sablage et mordantage à l'acide.

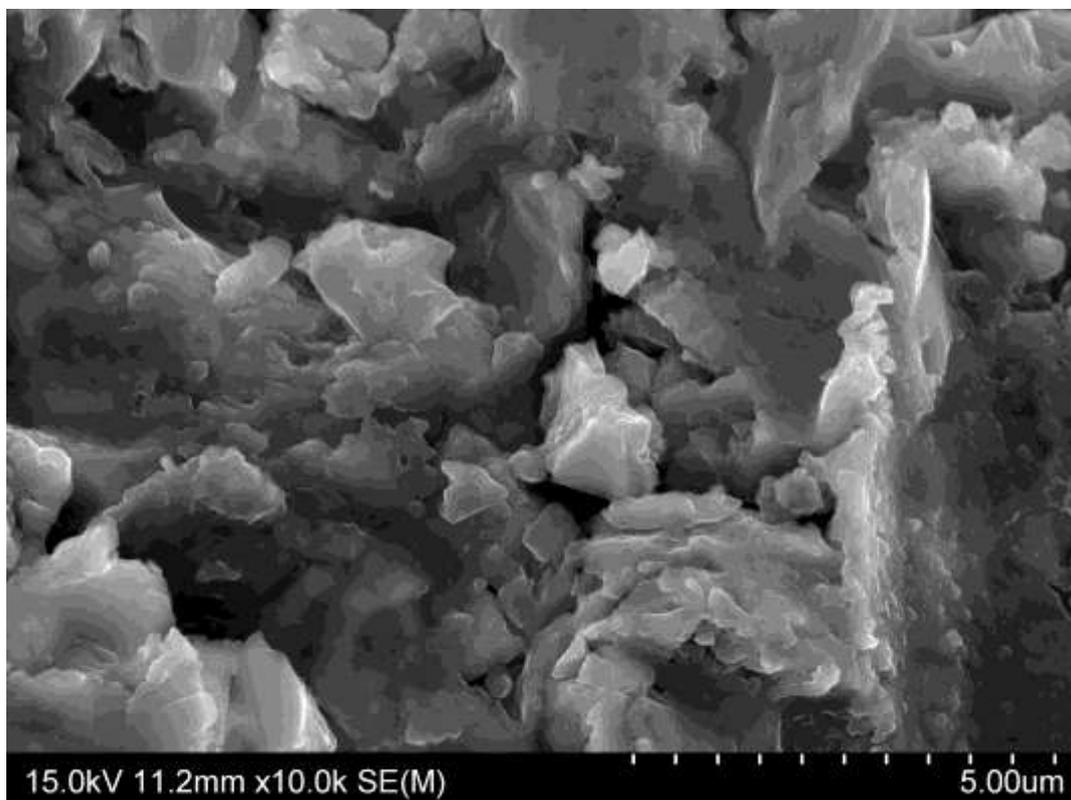


Figure 55 : L'aspect nanométrique est bien visible à la surface de l'implant Natea de chez Euroteknika. Grossissement X 10 000.

#### D. Anthogyr :

Anthogyr utilise aussi un traitement de surface en deux temps, sablage et mordantage à l'acide. Les photos à faible grossissement montrent les macro-rugosités de surface avec un aspect irrégulier.

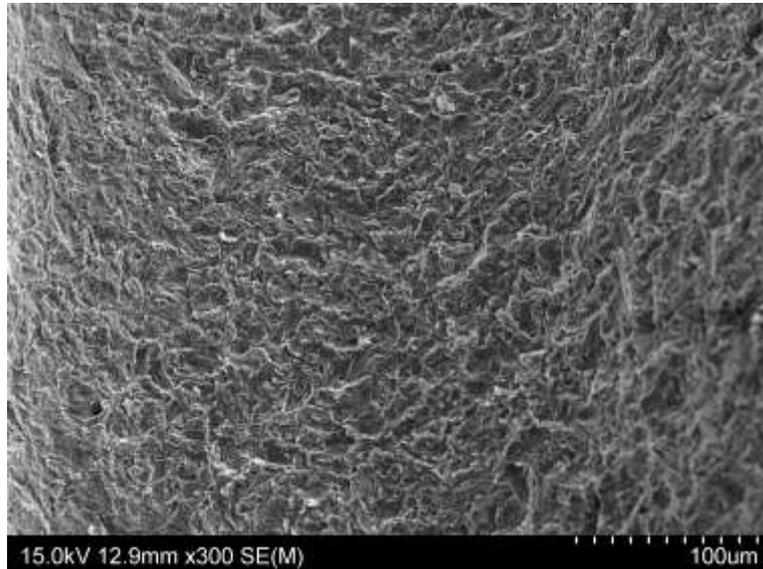


Figure 56 : La surface de l'implant Axiom® de chez anthogyr. Grossissement X300

Cependant, les photos prises à fort grossissement ne permettent pas vraiment de voir les micro-rugosités produites par le mordantage à l'acide.

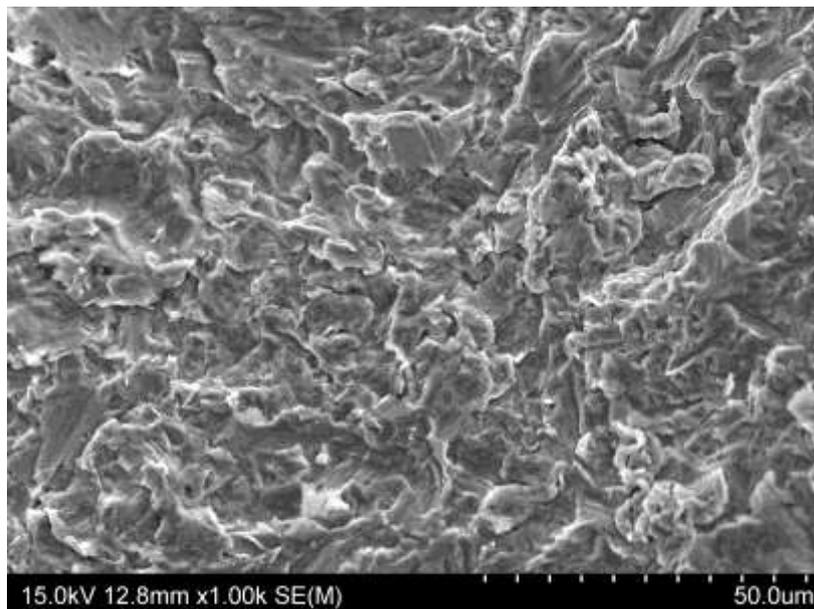


Figure 57 : La même surface à grossissement X1000

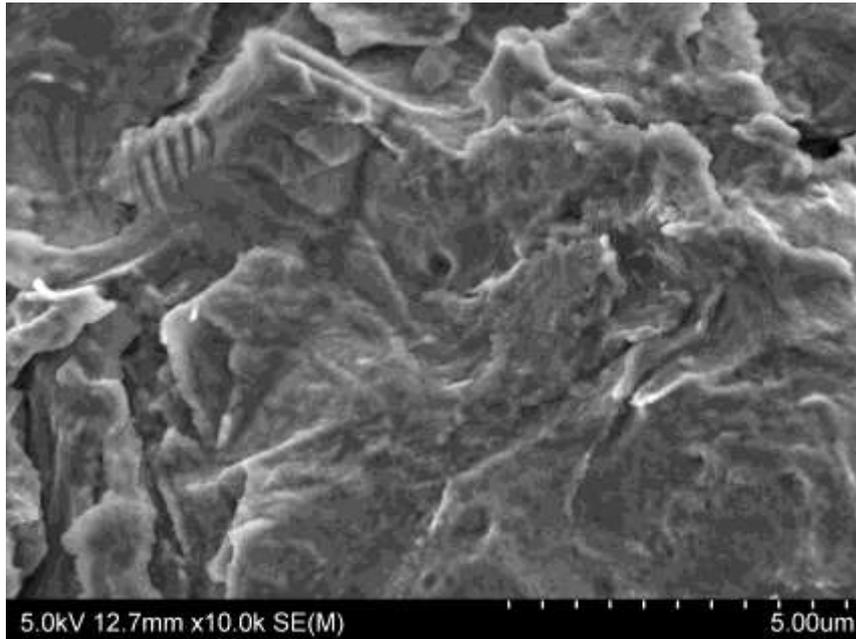


Figure 58 : La surface de l'implant Axiom à grossissement X10 000.

## E. IDI Système :

### 1. *Idcam*®

Les photos à faible grossissement des macro-rugosités de la surface obtenues par le sablage. On note des rugosités irrégulières de l'ordre de 20 à 50 micron.

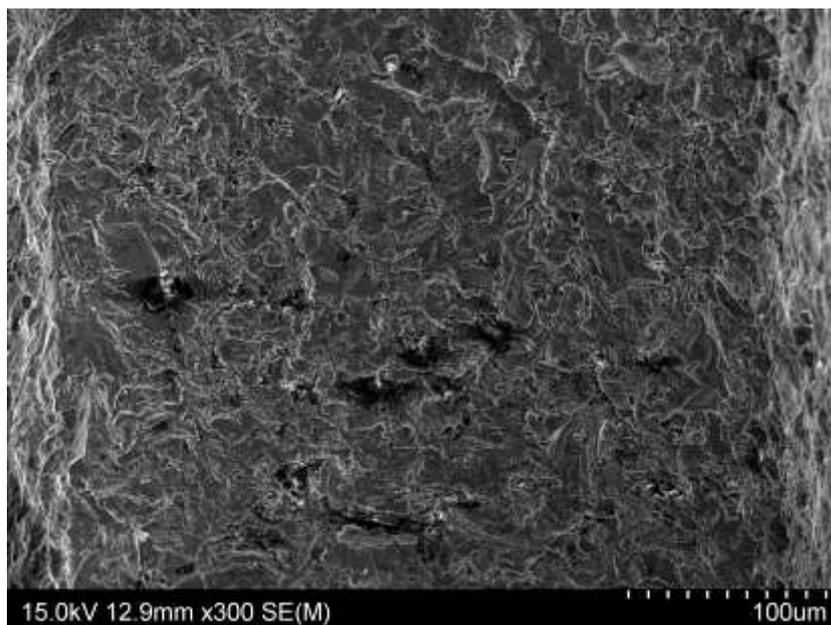


Figure 59 : La surface de l'implant Idcam®, grossissement X300

Par contre, les images à fort grossissement montre bien la présence des micro-rugosités de l'ordre de 2 à 5 microns, et de plus un aspect de rugosité nanométrique est visible sur la surface, ce qui laisse poser la question d'un traitement additif nanométrique.

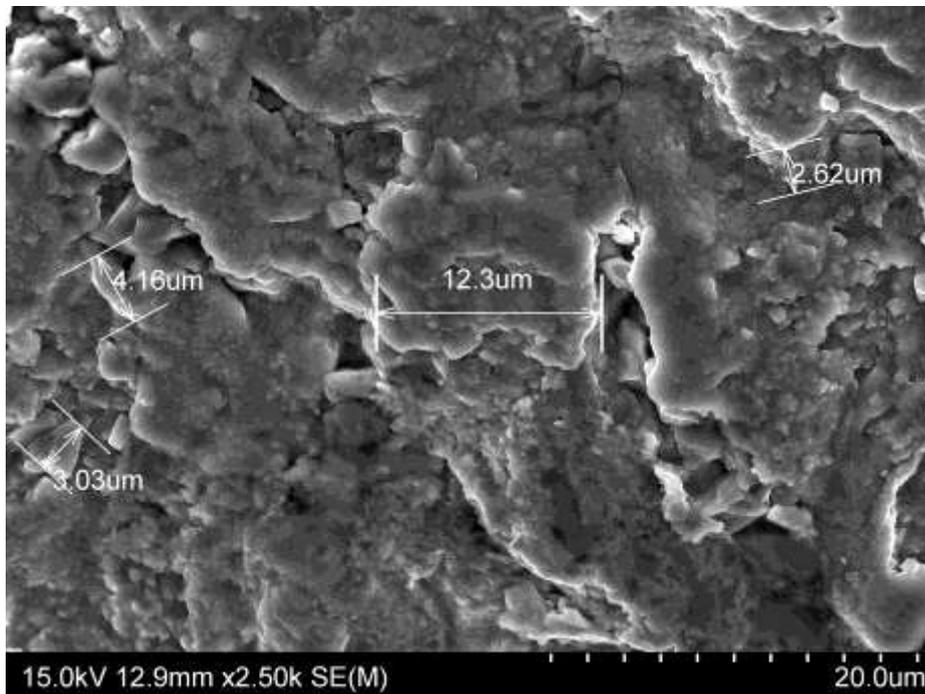


Figure 60 : L'implant Idcam® de chez IDI. Grossissement X2500

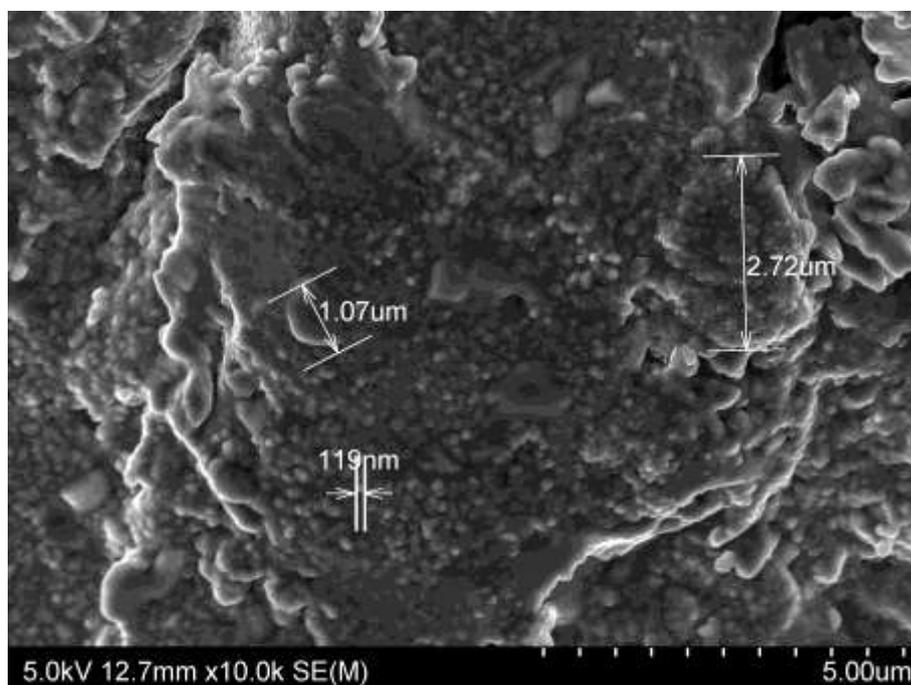


Figure 61 : L'implant Idcam® de chez IDI. Grossissement X 10 000

## 2. Idmax® :

Les images de l'implant Idmax® semblent identiques à la surface Idcam®, les deux implants ont subis le même traitement de surface, avec un sablage à l'alumine suivi d'un mordantage à l'acide.

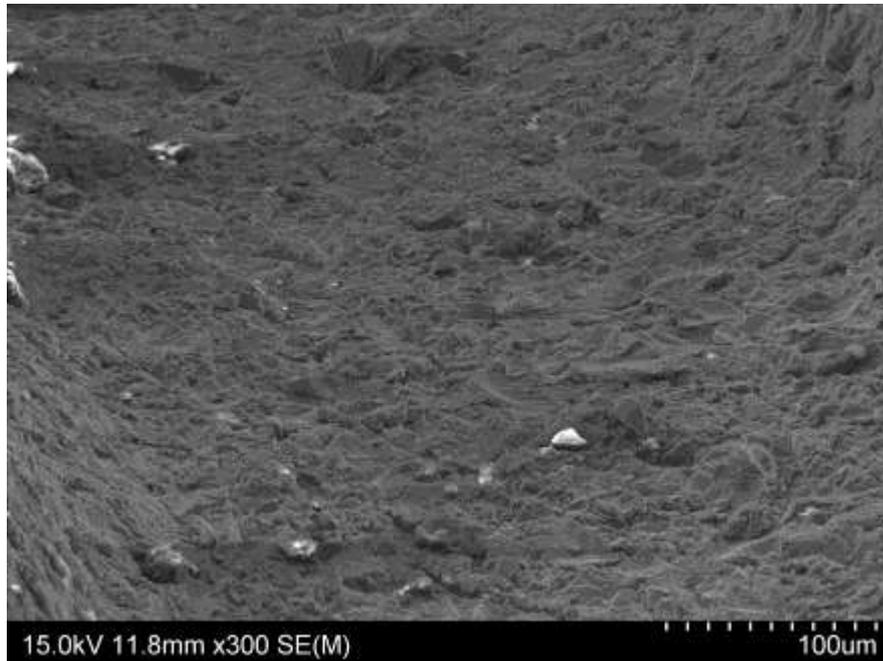


Figure 62 : La surface de l'implant Idmax® à grossissement X300.

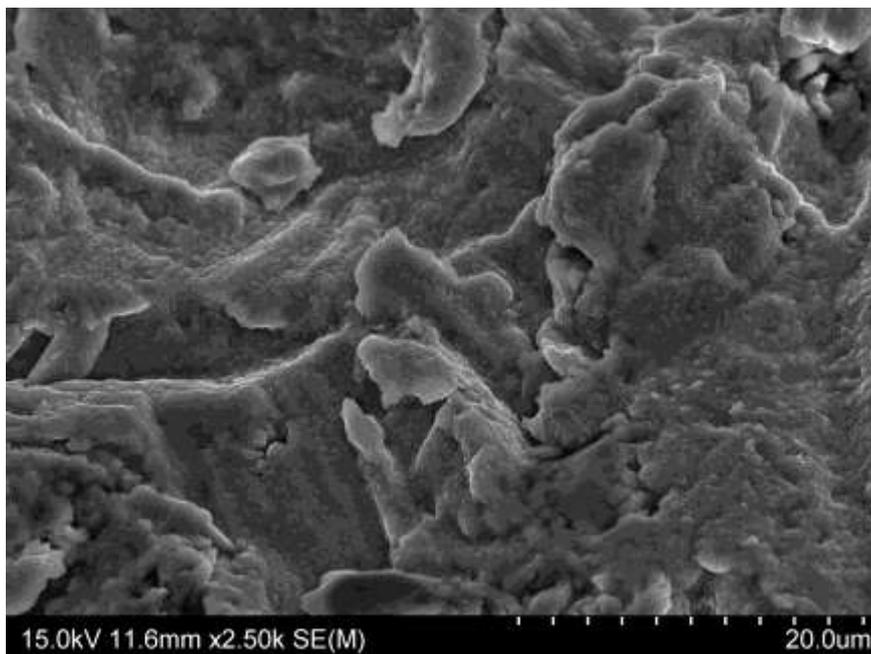


Figure 63 : La surface de l'implant Idmax® à grossissement X2500.

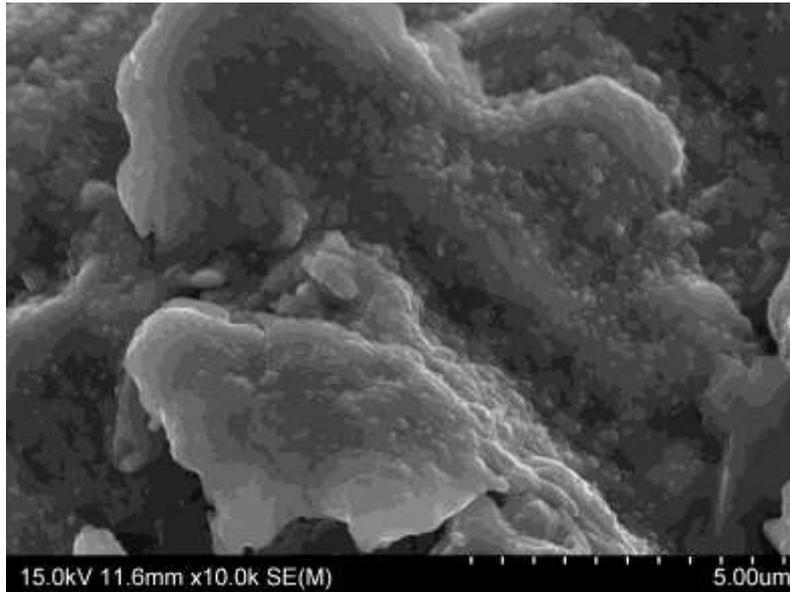


Figure 64 : La surface de l'implant Idmax® à grossissement X10 000.

## **F. Biomet 3i :**

### **1. OSSEOTITE®:**

Les images à faible grossissement des implants 3i, avec une surface OSSEOTITE®, montrent une surface relativement lisse et homogène, ce qui confirme l'absence des macro-rugosités produites par le sablage.

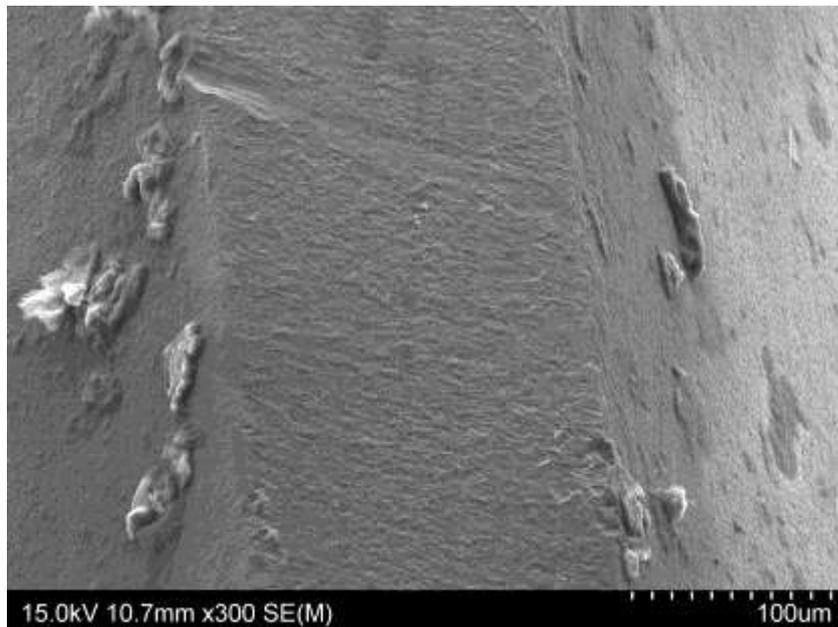


Figure 65 : La surface OSSEOTITE®, à faible grossissement X300.

A fort grossissement, on note la présence de micro-rugosités de l'ordre de 0,2 à 5 microns. Cela est dû au fait que les implants avec ce type de surface ont subis uniquement un mordantage à l'acide sans sablage.

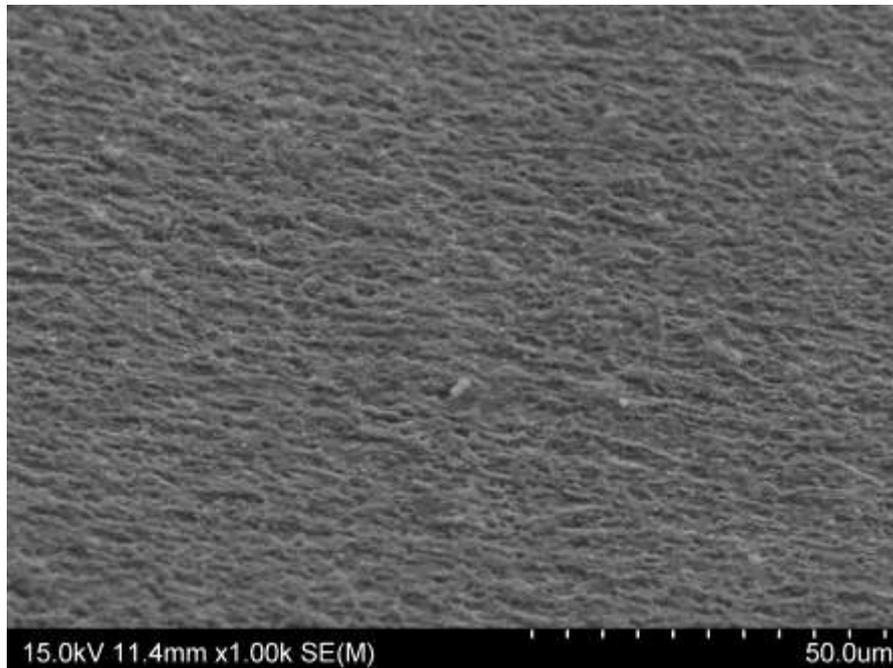


Figure 66 : La surface OSSEOTITE®, grossissement X1000.

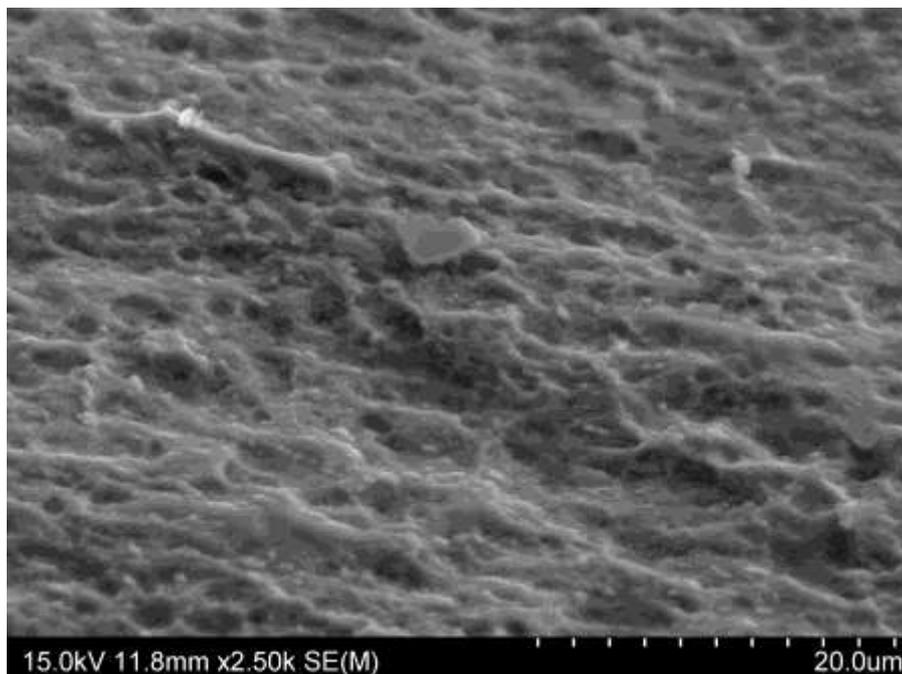


Figure 67 : La surface OSSEOTITE®, grossissement X2500.

En examinant un autre implant de chez Biomet 3i, qui est normalement avec une surface OSSEOTITE®, les images ont montré que la surface est brut d'usinage, et que l'implant n'a subi aucun traitement de surface.

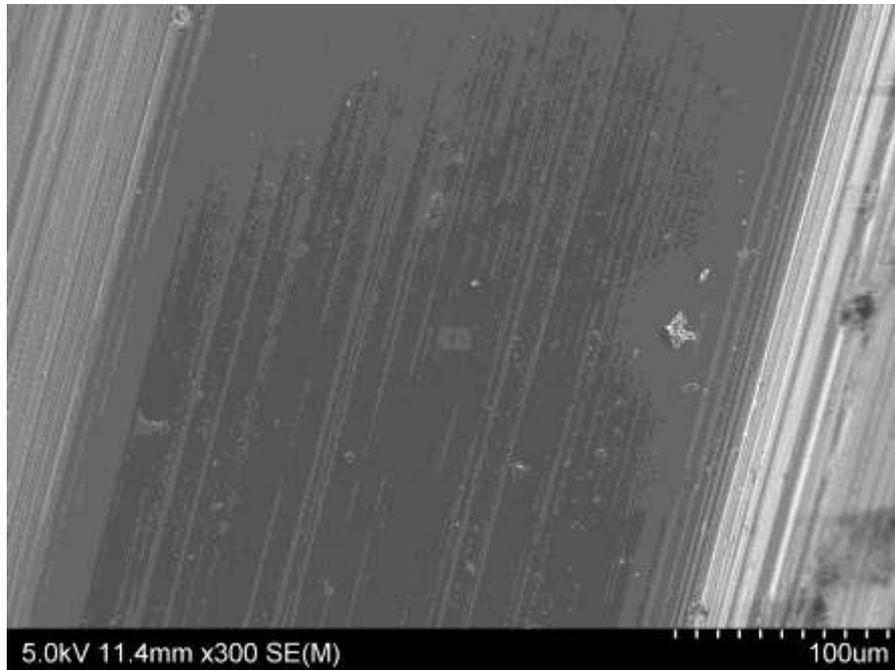


Figure 68 : Un implant OSSEOTITE®, avec une surface brut d'usinage, grossissement X300.

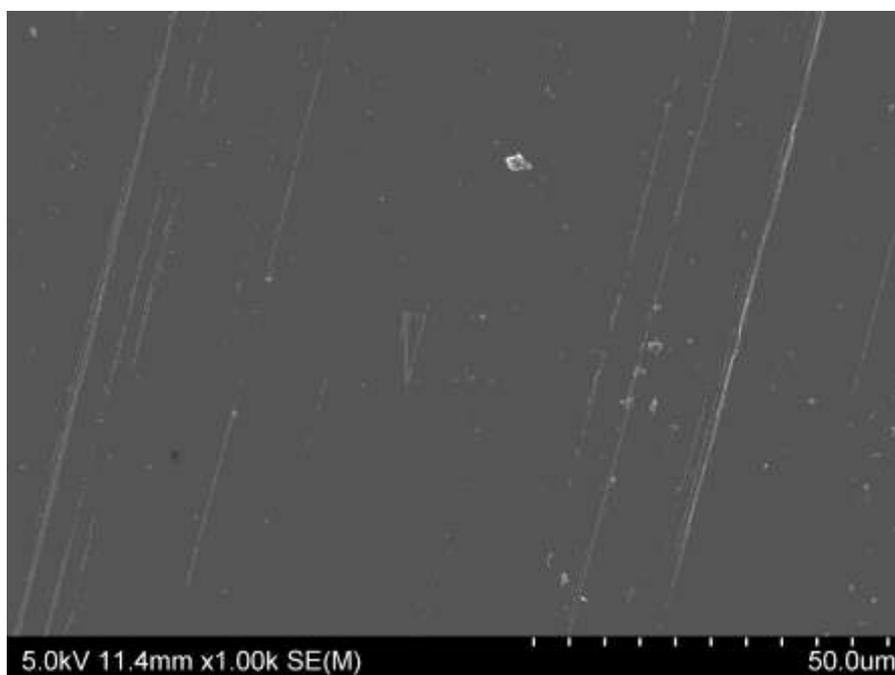


Figure 69 : Le même implant, grossissement X1000.

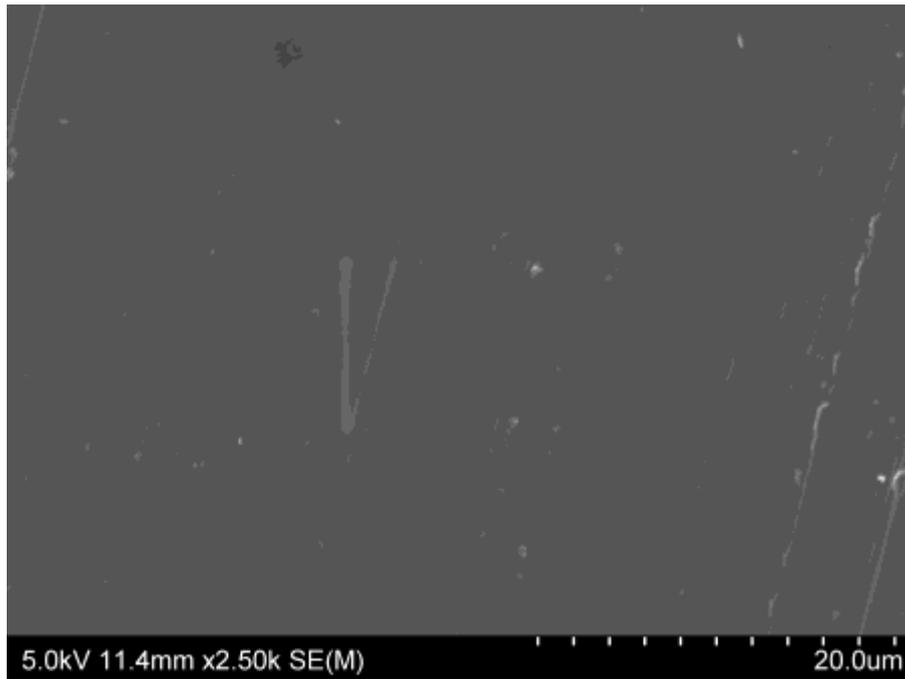


Figure 70 : Le même implant, grossissement X2500.

## **2. Nanotite® :**

La surface NanoTite® est une surface OSSEOTITE® avec une déposition d'une couche de phosphate de calcium. Les images à faible grossissement montrent une surface encore plus lisse que la surface OSSEOTITE®, car la couche de phosphate de calcium se loge dans les microrugosités.

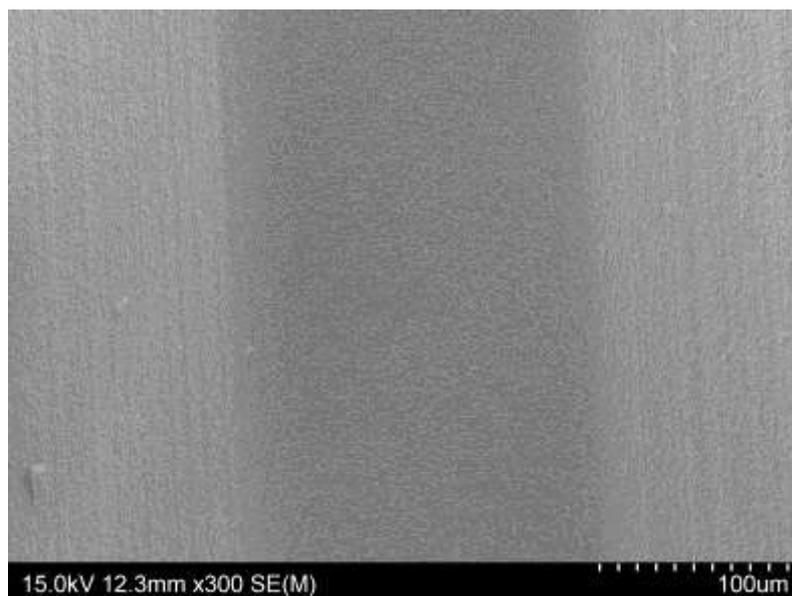


Figure 71 : Une surface NanoTite® de chez Biomet 3i, grossissement X300.

Les images à fort grossissement confirment la présence des microrugosités, de l'ordre de 2 à 5 microns, produites par le mordantage à l'acide avant la déposition de la couche de CaP.

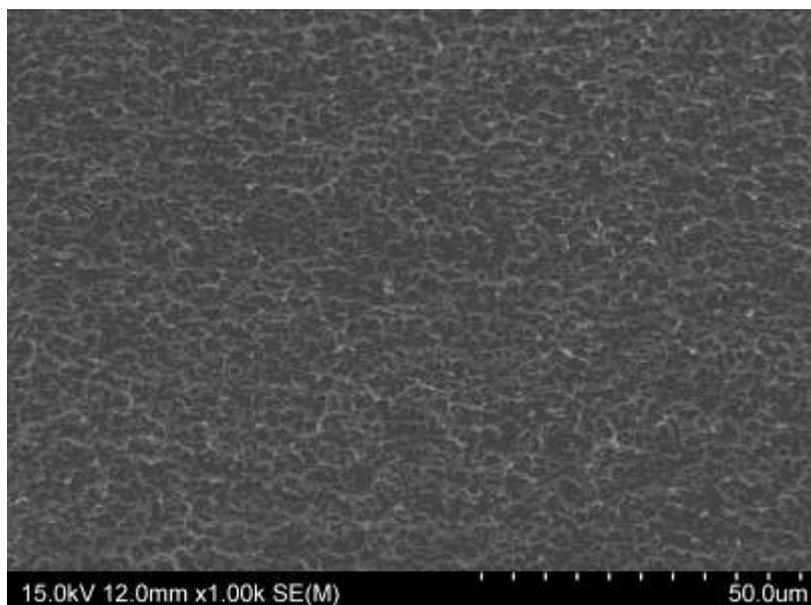


Figure 72 : La surface NanoTite® , grossissement X1000.

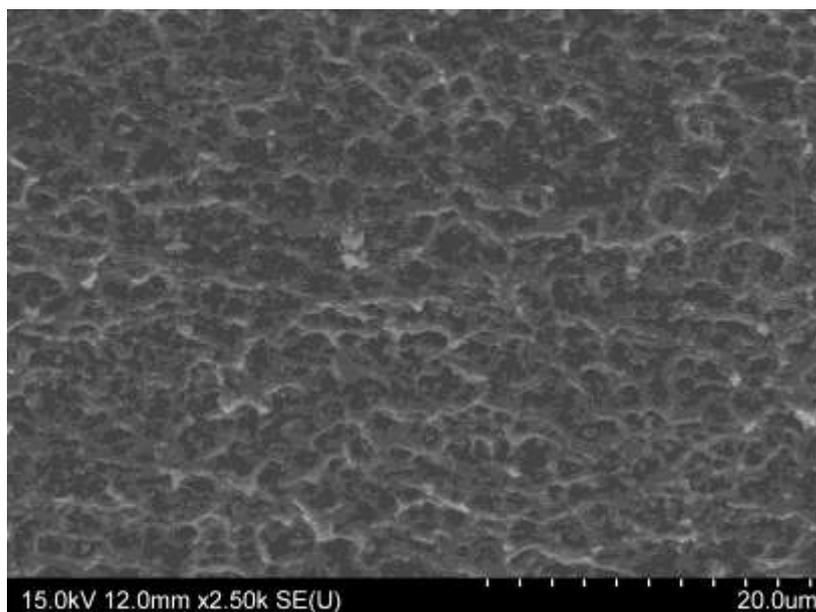


Figure 73 : La surface NanoTite®, grossissement X2500.

## **IV. Discussion:**

La première réaction entre l'implant et le tissu osseux du patient est conditionnée par les liquides corporels qui entre en contact directement avec la surface de l'implant. Une couche de macromolécules est d'eau entourent la surface de l'implant, en suite une série d'interactions entre les cellules et la surface qui conduit à la libération de facteurs chimiotactiques et de facteurs de croissance, ce qui module l'activité cellulaire dans le tissu autour de l'implant. Cela laisse supposer que la différence de comportement cellulaire autour de l'implant est liée directement à la composition et à la topographie de la surface.

D'un autre côté, la rugosité de surface a un effet sur la prolifération, la différenciation et la synthèse des protéines (y compris les facteurs de croissance et de régulation) (JY. Martin, Z. Schwartz, T.W. Hummert et al.). De plus, elle permet d'avoir une meilleure mouillabilité de l'implant et ainsi avoir un meilleur taux de contact os-implant (BIC).

Dans cette étude, six marques différentes d'implants dentaires ont été comparées. Cependant, la comparaison porte uniquement sur la composition par analyse EDS de la surface et la morphologie de surface en microscopie électronique.

### **1. La composition :**

La composition chimique de la surface de l'implant dépend de l'alliage de titane utilisé pour la fabrication de l'implant et des différents procédés de traitements chimiques et physiques de la surface. Il a été montré que l'excellente inertie chimique, la résistance à la corrosion et la biocompatibilité du titane sont dues à la stabilité chimique et à la structure d'une couche d'oxyde de titane formé à sa surface. La modification de cette couche d'oxyde peut donc altérer ces propriétés chimiques.<sup>2</sup>

L'analyse de la composition de la surface a permis de confirmer la conformité de l'alliage de titane utilisé par chaque fabricant, et de savoir quelles sont les modifications de la composition chimique apportées par les différents traitements de surface.

Le tableau 16 regroupe les résultats de la composition de surface des implants étudiés.

Tableau 16 : La composition de surface des implants étudiés

L'implant étudié	Titane Ti	Aluminium Al	Vanadium V	Oxygène O	Calcium Ca
<b>Straumann</b>	100%	-	-	-	-
<b>Tekka</b>	32.50%	17.36%	-	50.14	-
<b>Inkone</b>					
<b>Euroteknika</b>	99.15%	0.85%	-	-	-
<b>Natea</b>					
<b>Anthogyr</b>	89.86%	7.41%	2.73%	-	-
<b>Axiom</b>					
<b>IDI</b>	91.80%	6.99%	1.21%	-	-
<b>Idcam</b>					
<b>IDI</b>	36.83%	8.90%	-	55.08%	-
<b>Idmax</b>					
<b>Biomet 3i</b>	100%	-	-	-	-
<b>OSSEOTITE</b>					
<b>Biomet 3i</b>	90.38%	-	-	7.99%	1.40%
<b>NanoTite</b>					

Selon les résultats de l'analyse EDS, quatre de nos marques utilisent un alliage de titane pur grade 4 : Straumann, Tekka, Euroteknika et Biomet 3i. Anthogyr utilise un alliage de titane grade 5 ou Ti6Al4V, alors que IDI Système opte pour un alliage de titane biphasé grade 4 et 5. La différence de l'alliage utilisé va donner une différence de propriétés chimiques et

physique entre les implants, l'alliage de titane grade 5 a un faible module d'élasticité et une résistance supérieure à la corrosion par rapport au titane pur. Cependant, les propriétés physiques de l'alliage dépendent aussi du traitement thermique et des conditions des processus thermomécaniques.

De point de vu de traitement de surface, cinq de nos marques utilisent une technique de sablage abrasif suivi d'un mordantage à l'acide, ces marque sont : Straumann, Tekka, Euroteknika, Anthogyr et IDI système.

Ce type de traitement de surface permet d'avoir les macro-rugosités grâce au sablage et des micro-rugosité grâce au mordantage. Néanmoins, le milieu de sablage diffère d'un fabricant à l'autre ce qui modifie la taille des macro-rugosités et la composition de la surface à cause de l'incorporation des particules de sablage dans la surface du titane. Cela modifie l'homogénéité chimique de la surface et peut ainsi altérer ses propriétés chimiques.

Tekka, IDI système et Straumann utilisent l'alumine ( $Al_2O_3$ ) comme milieu de sablage, ce qui peut conduire à la présence de ces particules sur la surface. L'implant Inkone de chez Tekka avait un taux élevé d'aluminium et d'oxygène à sa surface (17,36% Al et 50,14% O), cela signifie que la couche d'oxyde à la surface de l'implant Inkone est un oxyde d'aluminium et non oxyde de titane, et donc remet en question toutes les propriétés chimiques et biologiques qui sont grace à la couche d'oxyde de titane.

L'implant Idcam de chez IDI avait une composition de surface qui est conforme avec un alliage de titane biphasé grade 4 et 5. Cependant, aucune présence d'oxygène n'a été détectée et donc la couche d'oxyde de titane à la surface n'est qu'une couche natale de quelque nanomètre d'épaisseur. Ces résultats donnent l'impression d'une composition de surface cohérent avec la littérature, mais l'observation en microscopie électronique a montré des particules d'alumine incrustées dans la surface. Cette hétérogénéité de la composition de la surface de l'implant remet en question la biocompatibilité de l'implant.

L'implant Idmax avait une composition différente à sa surface par rapport à l'implant Idcam, un taux d'oxygène très élevé et un taux normal de titane (55,08% O, 36,83% Ti), et donc la composition de la surface de l'implant Idmax est l'oxyde de titane, ces résultats et les images de microscopie électroniques confirment que la couche superficielle de cet implant est une couche de titania déposée à la surface après le sablage et le mordantage. Cela peut faciliter la déposition de l'hydroxyapatite à la surface de l'implant et améliorer la vitesse de

l'ostéointégration. Mais malheureusement, comme pour l'implant Idcam, des particules d'alumine ont été trouvées à la surface.

La surface de l'implant Straumann était composée de titane pur avec des traces d'oxygène. Ce résultat confirme la présence d'une fine couche d'oxyde de titane, et l'observation en microscopie électronique confirme l'absence des résidus de sablage. Cela est dû à la taille des particules utilisées et au mordantage avec un mélange d'acides à haute température. Cette réalité place la surface SLA de Straumann en avant par rapport à d'autres marques qui utilisent l'alumine comme milieu de sablage.

Pour résoudre ce problème, Euroteknika utilise le dioxyde de titane (TiO<sub>2</sub>) pour sabler ses implants, cela permet d'éviter la modification de la composition de la surface. La composition de la surface de l'implant Axiom était le titane pur (99,15% Ti), et donc la couche d'oxyde de titane est une couche natale de quelques nanomètres d'épaisseur. Néanmoins, les images en microscopie électronique montrent des particules de TiO<sub>2</sub> incrustées dans la surface, ce qui modifie l'homogénéité de la couche d'oxyde de titane avec des concentrations plus ou moins élevées selon la présence des particules de sablage. Cette modification d'homogénéité peut altérer les propriétés corrosives et biologiques de l'implant.

Anthogyr, utilise le BCP (phosphate de calcium biphasé) comme milieu de sablage. Un matériau biocompatible, résorbable qui induit la formation de tissu osseux autour de l'implant. La composition de l'implant Axiom était conforme avec la composition de l'alliage de titane grade 5. Ce résultat confirme que la couche d'oxyde de titane à la surface est une couche natale de quelques nanomètres d'épaisseur, mais aussi l'absence de particules de phosphate de calcium remet en question leur rôle dans l'induction de formation osseuse autour de l'implant.

Biomet 3i a choisi d'éviter le processus de sablage afin d'éviter tous les problèmes d'incorporation de particules et ainsi contrôler la composition chimique exacte de ses implants. Ils utilisent un double mordantage acide afin de donner à la surface de l'implant les micro-rugosités souhaitées. Cela permet d'avoir une surface implantaire propre avec une composition chimique correspondant à l'alliage de titane utilisé. Ce qui est le cas de la surface OSSEOTITE®, qui est composé de titane pur avec une fine couche d'oxyde de titane.

la surface NANOTITE®, est selon le fabricant, une surface OSSEOTITE avec une couche de phosphate de calcium afin d'induire la formation osseuse autour de l'implant. L'analyse de

cette surface confirme la présence de calcium avec un taux d'oxygène plus élevé que la surface OSSEOTITE. La quantité de calcium détecté à la surface (1,40% Ca) ne semble pas suffisante pour avoir un effet sur la formation osseuse autour de l'implant. D'autres études plus poussées de cette surface sont nécessaire pour évaluer l'épaisseur de cette couche et sa vitesse de résorption afin de déterminer ses avantages et inconvénients.

## **2. La morphologie de surface :**

Les images en microscopie électronique ont permis d'évaluer la tailles des macro et micro rugosités à la surface de chaque implant ainsi que l'homogénéité ou l'hétérogénéité de ces rugosités.

Les cinq marques, qui utilisent un traitement de surface de sablage abrasif suivi d'un mordantage acide, ont des rugosités de surface qui varie entre 2 et 20 microns, ce qui est conforme avec la littérature.

La différence noté c'est la régularité de ces rugosités. Straumnn et tekka Inkone avaient une surface avec un aspect régulier, alors qu'Anthogyr, Euroteknika et IDI Système avaient des surfaces plus irrégulières. Cette différence de morphologie est due à la variation de taille du milieu de sablage utilisé.

A très fort grossissement, des rugosités de surface de taille nanométrique ont été observées à la surface des implants Euroteknika et IDI Système. Cet état de surface nanométrique est sensé accélérer d'une façon significative l'ostéointrégration de l'implant et en même temps augmenter sa résistance biomécanique.

Les surfaces des implants OSSEOTITE et NANOTITE de chez Biomet 3i n'avaient pas une différence significative au niveau leur morphologie, mais uniquement des microrugosités de 2 à 5 microns de taille sont observées, ce qui est normal dans l'absence de procédé de sablage. Les images ne montrent pas une différence significative de la morphologie de surface après la déposition d'une couche de phosphate de calcium. Cependant, un des implants OSSEOTITE avait une surface totalement lisse (brut d'usinage) sans aucun traitement de surface, c'est un implant remet en question les démarche de contrôle de qualité chez Biomet 3i et les autres fabricants.

## Conclusion

Dans cette étude nous avons montré les différents traitements de surface de titane disponible pour améliorer l'ostéointégration des implants en titane, ainsi que les différentes surfaces disponibles sur le marché. Le développement de ces surfaces a été empirique, nécessitant de nombreux tests in vitro et in vivo. La plupart de ces tests n'ont pas été normalisés, utilisant des surfaces, des populations cellulaires ou des modèles animaux différents. Le rôle exact de la chimie et de la topographie de surface sur le processus précoce de l'ostéointégration des implants en titane reste mal étudié. En outre, des études cliniques comparatives avec différentes surfaces d'implants sont rarement effectuées.

La comparaison de l'état de surface des implants commercialisés a permis de mettre en évidence les différences entre ces implants, et l'absence d'une norme indépendante reconnue pour les états de surface des implants dentaires. Nous avons aussi noté l'absence d'un contrôle de qualité indépendant vis-à-vis des fabricants.

L'avenir de l'implantologie dentaire devrait viser à développer des surfaces avec une topographie et une composition chimique contrôlée et normalisée. Cette approche permettra de mieux comprendre les interactions entre les tissus et les cellules de l'organisme avec les surfaces d'implants. L'utilisation de matériaux ostéostimulant dans la région péri-implantaire peut également répondre à des situations cliniques difficiles avec une mauvaise qualité et quantité osseuse. Ces stratégies thérapeutiques devraient, à terme améliorer le processus d'ostéo-intégrations des implants dentaires pour leur mise en charge immédiate et leur succès à long terme.

## Table des matières

Introduction :.....	1
<i>LES TRAITEMENTS DE SURFACE DU TITANE ET DE SES ALLIAGES.....</i>	<i>2</i>
I. Généralités : .....	3
1. Le titane et ses alliages :.....	3
2. L’alliage Ti6Al4V ou Grade 5.....	6
3. Les applications biomédicales de titane et ses alliages :.....	6
A. Le remplacement du tissu dur :.....	7
B. les applications cardiaques et cardio-vasculaires : .....	8
C. Autres applications :.....	9
II- Les propriétés du Titane :.....	11
1. Les charges de surface pour une surface d’oxyde de titane hydratée :.....	12
2. Propriétés corrosives :.....	12
3. propriétés mécaniques :.....	13
4. Propriétés biologiques: .....	15
III- Le traitement de surface du titane :.....	16
1. Les méthodes chimiques :.....	16
A. Par traitements Chimiques :.....	16
B. Revêtement par les procédé de sol-gel (sol-gel coating) :.....	22
C. Le revêtement par oxydation anodique :.....	26
D. Le dépôt chimique en phase vapeur (CVD):.....	27
2. Les Méthodes physiques :.....	28
A. Le sablage :.....	28

B.	Pulvérisation thermique par plasma: .....	32
C.	Le traitement plasma de décharge lumineuse : .....	35
D.	Le dépôt physique en phase vapeur : .....	37
<i>COMPARAISON DE LA COMPOSITION ET DE LA MORPHOLOGIE DE SURFACE DE PLUSIEURS IMPLANTS DU COMMERCE</i> .....		40
I.	Introduction : .....	41
II.	Matériels et méthodes : .....	42
1.	Les implants : .....	42
A.	Straumann : .....	42
B.	Tekka : .....	44
C.	Euroteknika : .....	44
D.	Anthogyr : .....	45
E.	IDI system : .....	46
F.	Biomet 3i : .....	47
2.	Microscopie électronique: .....	50
III.	Résultats: .....	53
1.	La composition : .....	53
A.	Straumann .....	53
B.	Tekka Inkone® : .....	55
C.	Natea® de chez euroteknika : .....	57
D.	Axiom® de chez anthogyr .....	58
E.	IDI : .....	59
F.	Biomet 3i : .....	65
2.	La morphologie : .....	67

A.	Straumann :	67
B.	Tekka Inkone® :	69
C.	Euroteknika :	70
D.	Anthogyr :	72
E.	IDI Système :	73
F.	Biomet 3i :	76
IV.	Discussion:	81
1.	La composition :	81
2.	La morphologie de surface :	85
	Conclusion	86
	Bibliographie:	90

## Bibliographie:

1. Abron A, Hopfensperger M, Thompson J, Cooper L.  
*Evaluation of a predictive model for implant surface topography effects on early osseointegration in the rat tibia model.*  
Journal of Prosthetic Dentistry 2001;85:40–6.
2. American Society for Testing and Materials ASTM, Site official.  
<http://www.astm.org/> consulté le 22/03/2012.
3. American Society for Testing and Materials, ASTM standard B600, Annual Book of ASTM Standard, vol. 2.04, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 1997, p. 6.
4. Aparicio C., Gil F.J., Fonseca C. et al.  
*Corrosion behavior of commercially pure titanium shot blasted with different materials and size of shot particles for dental implant applications.*  
Biomaterials; 24 (2003) p:263–73.
5. Aronsson B.-O., Lausmaa J., Kasemo B.  
*Glow discharge plasma treatment for surface cleaning and modification of metallic biomaterials.*  
Journal of Biomedical Materials Research. Vol 35. (1997) p: 49-73.
6. Bania P.J., in: D. Eylon, R.R. Boyer, D.A. Koss (Eds.),  
*Titanium Alloys in the 1990's,*  
The Mineral, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, 1993, pp. 3–14.
7. Brunette D.M., Tengvall P., Textor M., Thomsen P.  
*Titanium in Medicine,*  
Springer, 2001, chapitre 1.
8. Collings E.W.  
*The physical metallurgy of titanium alloys,*  
ASM Series in Metal Processing, Edward Arnold Publications, Cleveland, Metals Park, OH, 1984.
9. Cho SA, Park KT.  
*The removal torque of titanium screw inserted in rabbit tibia treated by dual acid etching.*  
Biomaterials vol.24 (2003), p: 3611–3617.

10. De Groot K., Geesink R.G.T., Klein C.P.A.T. et al.  
*Plasma sprayed coatings of hydroxyapatite.*  
Journal of Biomedical Materials Research. Vol. 21. (1987) 1375.
11. Ding S.J.,  
Properties and immersion behavior of magnetron-sputtered multi-layered hydroxyapatite/titanium composite coatings,  
Biomaterials 24 (2003) 4233.
12. Driskell T.D.,  
*Early History of Calcium Phosphate Materials and Coatings,*  
ASTM Publication, Philadelphia, 1994,p.3.
13. Ivanoff CJ, Hallgren C, Widmark G, et al.  
*Histologic evaluation of the bone integration of TiO<sub>2</sub> blasted and turned titanium microimplants in humans.*  
Clinical Oral Implants Research journal. 12 (2001) p:128–34.
14. Kieswetter K, Schwartz Z, Hummert TW, et al.  
*Surface roughness modulates the local production of growth factors and cytokines by osteoblast-like MG-63 cells.*  
Journal of Biomedical Materials Research 32, (1996) p: 55–63.
15. Kim H.W., Koh Y.H., Li L.H., Lee S. et al.  
*Hydroxyapatite-TiO<sub>2</sub> Hybrid Coating on Ti Implants*  
. Biomaterials, Vol. 25 (2004) p:2533.
16. Le Guehenec L, Lopez-Heredia MA, Enkel B, Weiss P, et al.  
*Osteoblastic cell behaviour on different titanium implant surfaces.*  
Acta Biomaterialia. 4 (2008) p: 535–543.
17. Lee B.H., Kim J.K., Kim Y.D, et al.  
*In vivo behavior and mechanical stability of surface-modified titanium implants by plasma spray coating and chemical treatments.*  
Journal of Biomedical Materials Research Part A, Vol.69A (2004) p: 279-285.
18. Liu X., Chu P.K., Ding C.,  
*Surface modification of titanium, titanium alloys and related materials for biomedical applications,*  
Materials Science and Engineering R 47 (2004) 49–121

19. Martin JY, Schwartz Z, Hummert TW, et al.,  
*Effect of surface roughness on proliferation, differentiation, and protein synthesis of human osteoblast-like cells (MG63).*  
Journal of Biomedical Materials. Res 1995;29:389–401.
20. Mueller WD, Gross U, Fritz T, et al.  
*Evaluation of the interface between bone and titanium surfaces being blasted by aluminium oxide or bioceramic particles.*  
Clinical Oral Implants Research 2003;3:349–56.
21. Milella E., Cosentino F., Licciulli A. et al.  
*Preparation and characterisation of titania/hydroxyapatite composite coatings obtained by sol-gel process,*  
Biomaterials 22 (2001) 1425.
22. Nishiguchi S., Nakamura T., Kobayashi M. et al.,  
*The effect of heat treatment on bone-bonding ability of alkali-treated titanium,*  
Biomaterials, 20 (1999), pp. 491–500.
23. Novaes A, Souza S, de Oliveira P, et al.  
*Histomorphometric analysis of the bone-implant contact obtained with 4 different implant surface treatments placed side by side in the dog mandible.*  
Int J Oral Maxillofac Implants 2002;17:377–83.
24. Ohring M.,  
*Materials Sciences of Thin Film: Deposition and Structure,*  
Academic Press Ltd., USA, (1991) ISBN-10: 012524990X . p. 277.
25. Peltola T., Pätsi M., Rahiala H., Kangasniemi I. et al.  
*Calcium phosphate induction by sol-gel-derived titania coatings on titanium substrates in vitro*  
Journal Biomedical Materials. Res. 41 (1998) 504.
26. Rasmusson L, Kahnberg KE, Tan A. et al.  
*Effects of implant design and surface on bone regeneration and implant stability: an experimental study in the dog mandible.* Clin Implant Dent Relat Res 2001;3:2–8.
27. Rasmusson L, Roos J, Bystedt H.  
*A 10-year follow-up study of titanium dioxide-blasted implants.*  
Clin Implant Dent Relat Res 2005;7:36–42.

28. Samuneva B., Kozhukharov V., Trapalis C. et al.,  
*Sol-gel processing of titanium-containing thin coatings Part I Preparation and structure*  
Journal of Materials Science, Volume 28, Number 9 (1993) 2353.
29. Shibata Y, Hosaka M, Kawai H, et al.  
*Glow discharge plasma treatment of titanium plates enhances adhesion of osteoblast-like cells to the plates through the integrin-mediated mechanism.*  
The International Journal of Oral & Maxillofacial Implants Vol. 17 (2002) p771-777.
30. Sul Y.T., Johansson C.B., Jeong Y. et al.  
*The electrochemical oxide growth behaviour on titanium in acid and alkaline electrolytes.*  
Medical Engineering and Physics. 23 (2001) 329.
31. Takeuchi M., Abe Y., Yoshida Y. et al.  
*Acid pretreatment of titanium implants,*  
Biomaterials, Vol.24 (2003) P: 1821–1827.
32. Tengvall, P., Ljunstrom, I.  
*Physico-chemical considerations of titanium as a biomaterial ( Review )*  
Clinical Materials, 9 (1992), p. 115.
33. Vercaigne S., Wolke J.G.C., Naert I. et al.  
*Histomorphometrical and mechanical evaluation of titanium plasma-spray-coated implants placed in the cortical bone of goats,*  
Journal of Biomedical Materials Research. Vol.41 (1998) p:41-48.
34. Wang X., Hayakawa S., Tsuru K. et al.  
*Bioactive titania gel layers formed by chemical treatment of Ti substrate with a H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/HCl solution,*  
Biomaterials 23 (2002) p2.
35. Wennerberg A, Albrektsson T, Albrektsson B, Krol JJ.  
*Histomorphometric and removal torque study of screw-shaped titanium implants with three different surface topographies.*  
Clinical Oral Implantologie Res 1996;6:24–30.

Ayham MOUSA : « L'état de surface du titane et de ses alliages en implantologie, comparaison des implants dentaires de marques différentes »

Th : Chir-Dent. : Nancy : 2012. 93 pages

Mots Clés:

- titane
- implants
- surface
- sablage
- composition

Résumé :

Le succès de l'implant dentaire en titane est basé sur leur ostéointégration osseuse qui est conditionné par le contact entre l'os et la surface de l'implant.

Les excellentes propriétés de surface confèrent au titane pur et à ses alliages une très bonne résistance à la corrosion, ainsi qu'une excellente biocompatibilité. Cependant, ces propriétés peuvent être modifiées en fonction du traitement de surface appliqué pendant le processus de fabrication de l'implant.

Un nombre très important d'études a été réalisé afin d'améliorer les propriétés de surface du titane, ainsi, de nombreux procédés de traitement de surface ont été développés et appliqués sur la surfaces des implants dentaire, permettant d'améliorer leur ostéointégration.

Dans ce travail, nous avons détaillé les différents procédés de traitement de surface utilisés par l'industrie implantaire. Souvent un ou plusieurs traitements sont appliqués afin d'obtenir l'état de surface souhaité. Nous avons donc souhaité comparer l'état de surface d'implants dentaires des marques différentes vendues en France.

La comparaison de l'état de surface des implants commercialisés a permis de mettre en évidence des différences entre ces implants, et l'absence d'une norme indépendante reconnue pour les états de surface des implants dentaires. Nous avons aussi noté l'absence d'un contrôle de qualité indépendant vis-à-vis des fabricants.

L'avenir de l'implantologie dentaire devrait viser à développer des surfaces avec une topographie et une composition chimique contrôlée et normalisée. Cette approche permettra de mieux comprendre les interactions entre les tissus et les cellules de l'organisme avec les surfaces d'implantaires.

Jury :

Pr. J.P ARTIS	Professeur 1 <sup>er</sup> grade	Président
<u>Dr. P. BRAVETTI</u>	<u>Maître de Conférences des Universités</u>	<u>Juge</u>
Dr. J.M. MARTRETTE	Maître de Conférences des Universités	Juge
Dr. N. TRAN	Maître de Conférences des Universités	Juge
Dr. B. PHULPIN	Assistante Hospitalier Universitaire	Juge

Adresse de l'auteur : Ayham MOUSA. 10, rue César Bagard, 54000 Nancy

Jury : Président : J.P.ARTIS – Professeur des Universités  
Juges : P.BRAVETTI - Maître de Conférence des Universités  
J.M.MARTRETTE – Maître de Conférence des Universités  
N.TRAN – Maître de Conférence des Universités  
B.PHULPIN - Assistante Hospitalier Universitaire

Thèse pour obtenir le diplôme D'Etat de Docteur en Chirurgie Dentaire

Présentée par: **Monsieur MOUSA Ayham**

né(e) à: **ALYARMOUK (Syrie)**

le **23 novembre 1982**

et ayant pour titre : « **L'état de surface du titane et ses alliages en implantologie. Comparaison des implants dentaires de marques différentes.** »

Le Président du jury,



J.P.ARTIS

Le Doyen,  
de la Faculté d'Odontologie



FACULTÉ DE CHIRURGIE DENTITAIRE  
95, av. de la Tassilly  
BP 3000  
NANCY  
HENRI POINCARÉ - 54000

Autorise à soutenir et imprimer la thèse **3981**

NANCY, le **1<sup>er</sup>. 06. 2012**

~~L'Administrateur Provisoire de~~ l'Université de Lorraine

Le Président de



P. MUTZENARHT

