



HAL
open science

Contribution à l'étude de l'endommagement des connexions implantaïres en odontologie prothétique

Pascale Corne

► **To cite this version:**

Pascale Corne. Contribution à l'étude de l'endommagement des connexions implantaïres en odontologie prothétique. Biomécanique [physics.med-ph]. Université de Lorraine, 2018. Français. NNT : 2018LORR0221 . tel-02125250

HAL Id: tel-02125250

<https://hal.univ-lorraine.fr/tel-02125250>

Submitted on 4 Jan 2021

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-theses-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.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

THESE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITE DE LORRAINE

Spécialité : Sciences des Matériaux

Présentée par :

Pascale CORNE

CONTRIBUTION À L'ÉTUDE DE L'ENDOMMAGEMENT DES CONNEXIONS IMPLANTAIRES EN ODONTOLOGIE PROTHÉTIQUE

Soutenance publique à Nancy le 19 décembre 2018

Membre du jury :

Béatrice WALTER	Professeur des Universités (HDR), Faculté d'Odontologie de Strasbourg	Rapporteur
Michel FAGES	Professeur des Universités (HDR), Faculté d'Odontologie de Montpellier	Rapporteur
Corinne TARDIEU	Professeur des Universités (HDR), Faculté d'Odontologie de Marseille	Examineur
Ana-Maria SFARGHIU	Chargé de recherche CNRS, Laboratoire LaMCoS	Examineur
Sébastien ALLAIN	Professeur des Universités (HDR), École des Mines de Nancy	Examineur
Jean GERINGER	Maître Assistant (HDR), École des Mines de Saint-Étienne	Co-directeur de Thèse
Franck CLEYMAND	Maître de Conférences des Universités (HDR), École des Mines de Nancy	Directeur de Thèse
Pascal DE MARCH	Maitre de Conférences des Universités, Faculté d'Odontologie de Lorraine	Invité
Jean-Marc MARTRETTE	Professeur des Universités (HDR), Faculté d'Odontologie de Lorraine	Invité

"If you just want to walk fast, walk alone!

But if you want to walk far, walk together"

Steve Jobs

Sommaire

ABREVIATIONS	6
INTRODUCTION	7
I . ÉTAT DES CONNAISSANCES SUR LES CONNEXIONS IMPLANTAIRES ET PROBLEMATIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT	10
I.1 DESCRIPTION DES SYSTEMES IMPLANTO-PROTHETIQUES	11
I.2 ASSEMBLAGE DES ELEMENTS IMPLANTO-PROTHETIQUES	19
I.3 ÉCHECS EN PROTHESE IMPLANTAIRE	24
I.4 PROBLEMATIQUES	35
I.5 CE QU'IL FAUT RETENIR	44
BIBLIOGRAPHIE	45
WEBOGRAPHIE	52
II . MATERIELS ET METHODES	55
II.1 PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	56
II.2 METHODES EXPERIMENTALES	71
BIBLIOGRAPHIE	95
WEBOGRAPHIE	96
III . CARACTERISATION DES MATERIAUX	97
III.1 TITANE PUR (GRADE 4)	98
III.2 ALLIAGE DE TITANE (GRADE 5)	106
III.3 ZIRCON YTTREE	116
III.3 CE QU'IL FAUT RETENIR...	121
BIBLIOGRAPHIE	122
WEBOGRAPHIE	122
IV . ENDOMMAGEMENTS DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE PAR VISSAGE/DEVISSAGE	122
IV.1 ENDOMMAGEMENT DU PAS DE VIS	123
IV.2 ENDOMMAGEMENT DE LA ZONE D'INDEXATION	139
IV.3 ENDOMMAGEMENT DE LA ZONE D'ETANCHEITE	153
IV.4 ÉTUDE PRELIMINAIRE DE L'ENDOMMAGEMENT DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE LORS DU SERRAGE PAR ELEMENTS FINIS	159
IV.5 OBSERVATION DES ENDOMMAGEMENTS <i>IN-VIVO</i> DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE	165
IV.6 CE QU'IL FAUT RETENIR	170
BIBLIOGRAPHIE	172

V . ENDOMMAGEMENTS DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE DANS LE TEMPS PAR FRETING-CORROSION	174
V.1 USURE DES DIFFERENTS COUPLES DE MATERIAUX ETUDIES	175
V.2 ANALYSE DE LA STRUCTURE TRIBOLOGIQUEMENT TRANSFORMEE	190
V.3 ANALYSE DES DEBRIS	197
V.4 INFLUENCE DE LA SALIVE HUMAINE ET DE SON ENVIRONNEMENT	201
V.5 PERSPECTIVES	202
V.6 CE QU'IL FAUT RETENIR...	204
BIBLIOGRAPHIE	206
CONCLUSION	208
ANNEXES	211
INDEX DES FIGURES	270
INDEX DES TABLEAUX	277

Abréviations

DLC	Diamond Like Carbon – Carbone adamantin
DRX	Diffraction des Rayons X
ECS	Électrode au Calomel Saturée
EDS	Energy Dispersive X-ray Spectroscopy – Spectroscopie à Rayon X à dispersion d'énergie
EIS	Electrochemical Impedance Spectroscopy – Spectroscopie d'impédance électrochimique
ETD	Everhart Thorney Detector
FIB	Focused Ion Beam – Sonde ionique focalisée
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standard
LFD	Large Field Detector
MEB	Microscope Électronique à Balayage
MET	Microscope Électronique en Transmission
OCP	Open Circuit Potential – Potentiel libre de corrosion
PEEK	PolyEtherEtherKetone – Polyétheréthercétone
PICN	Polymer-Infiltrated Ceramic Network – Céramique infiltrée de polymère
RMS	Root Mean Square – racine moyenne carrée
STEM-BF	Scanning Transmission Electron Microscopy – Bright Field
STEM-HAADF	Scanning Transmission Electron Microscopy – High Annular Dark Field
Ti	Titane de grade 4 (titane pur)
Ti-6Al-4V	Titane de grade 5 (alliage de titane)
TiN	Nitride de Titane
TTS	Tribological Transformed Structure – Structure tribologiquement transformée
WC	Carbure de Tungstène
Y-TZP	Ytria – Tetragonal Zirconia Polycrystal (Zircone tétragonale stabilisée à l'Ytrium)

Introduction

La prothèse implantaire a fait son apparition en 1960 grâce aux travaux de Branemark¹⁻⁴ sur l'ostéo-intégration du titane. Ce traitement a révolutionné le monde de l'Odontologie et fait maintenant partie intégrante de l'arsenal thérapeutique de tout chirurgien-dentiste. Les patients traités par prothèse implantaire sont de plus en plus jeunes et les implants devront ainsi supporter plusieurs générations de prothèses.

La connexion implantaire, est un assemblage de différents éléments (implant, pilier, vis, couronne prothétique), constituée de matériaux de nature parfois différente afin de répondre à la variabilité des situations cliniques. Ces éléments s'imbriquent les uns dans les autres et sont maintenus grâce à la vis implantaire. Sous l'effet des contraintes de mastication, ou autres fonctions oro-faciales, les surfaces de contact mises en jeu s'usent.

L'étude de l'endommagement de la connexion implantaire représente un enjeu majeur pour le suivi à long terme et la pérennité des implants. En effet, bien que considérée comme une thérapeutique fiable, elle présente un taux d'échec non négligeable variant de 1%⁵ à 29 %⁶ en fonction des études et des critères étudiés. Ces échecs peuvent alors compromettre l'intégralité du traitement. L'étude des endommagements de la connexion a ainsi pour but de mettre en évidence les mécanismes responsables de son usure. Deux niveaux d'endommagement seront étudiés : dans un premier temps, ceux liés aux différents cycles de serrages/desserrages nécessaires à l'élaboration d'une prothèse seront abordés afin d'analyser l'usure « initiale » de la connexion ; et d'autre part, une étude par fretting-corrosion abordera l'usure de la connexion dans le temps en étudiant le comportement de différents couples de matériaux fréquemment utilisés en odontologie prothétique.

Ainsi dans une première partie, après une rapide présentation du complexe implanto-prothétique, l'analyse de la littérature sur l'endommagement des composants implantaires, permettra de mieux appréhender la problématique.

La deuxième partie détaillera les différents protocoles mis en place pour étudier les endommagements de la connexion implantaire, ainsi que les différentes techniques d'analyse utilisées.

La troisième partie sera consacrée à la caractérisation des différents matériaux étudiés du point de vue de leur composition chimique, structure et microstructure.

La partie quatre s'attardera sur l'étude des endommagements liés aux cycles de serrage/desserrage. La réutilisation de la vis, après desserrage, est controversée et sera également abordée.

La cinquième et dernière partie, dédiée à l'analyse des principaux matériaux composant la connexion implantaire soumis à des contraintes de fretting-corrosion, aura pour but d'étudier et de comprendre ses endommagements dans le temps.

Une conclusion générale mettra en perspectives les résultats obtenus en fin de manuscrit.

Bibliographie :

1. Branemark P-I. Osseointegration and its experimental background. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1983 Sep 1;50(3):399–410.
2. Branemark R, Bahuaud J, Bertrand M. L'Ostéointégration : un nouveau concept chirurgical dans la réhabilitation des amputés. e-mémoires de l'Académie Nationale de Chirurgie. 2006;5(4):36–40.
3. Haas R, Mensdorff-Pouilly N, Mailath G, Watzek G. Branemark single tooth implants: A preliminary report of 76 implants. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1995 Mar 1;73(3):274–9.
4. Parel SM, Branemark P-I, Tjellstrom A, Gion G. Osseointegration in maxillofacial prosthetics. Part II: Extraoral applications. *The Journal of Prosthetic Dentistry*. 1986 May 1;55(5):600–6.
5. Romeo E, Storelli S. Systematic review of the survival rate and the biological, technical, and aesthetic complications of fixed dental prostheses with cantilevers on implants reported in longitudinal studies with a mean of 5 years follow-up. *Clinical Oral Implants Research*. 2012 Oct 3;23:39–49.
6. Loza-Herrero MA, Rivas-Tumanyan S, Morou-Bermudez E. Success and complications of implant-retained prostheses provided by the Post-Doctoral Prosthodontics Program, University of Puerto Rico: A cross-sectional study. *The Journal of Prosthetic Dentistry*.

I . État des connaissances sur les connexions implantaïres et problématique de l'endommagement

I.1	DESCRIPTION DES SYSTEMES IMPLANTO-PROTHETIQUES	11
I.1.1	Implant dentaire	11
I.1.2	Pilier implantaïre	12
I.1.3	Vis implantaïre	14
I.1.4	Restauration prothétique	14
I.1.5	Types de connexions implantaïres	15
I.2	ASSEMBLAGE DES ELEMENTS IMPLANTO-PROTHETIQUES	19
I.2.1	Couple de serrage	20
I.2.2	Influence du frottement	21
I.3	ÉCHECS EN PROTHESE IMPLANTAIRE	24
I.3.1	Étapes du dévissage	24
I.3.2	Optimisation de la valeur de précontrainte initiale	26
I.3.3	Influence de l'ajustage des éléments implanto-prothétiques sur la précontrainte	28
I.3.4	Influence de l'occlusion sur la précontrainte	30
I.3.5	Influence du type de connexion implantaïre sur la précontrainte	31
I.4	PROBLEMATIQUES	35
I.4.1	Tribologie au sein de la connexion implantaïre	36
I.4.2	Usure des vis implantaïres	38
I.4.3	Usure des implants et des piliers	42
I.5	CE QU'IL FAUT RETENIR	44
	BIBLIOGRAPHIE	45
	WEBGRAPHIE	52

I.1 Description des systèmes implanto-prothétiques

La prothèse implantaire est un assemblage de différents éléments (Figure I-1) :

- L'implant, qui se situe dans les os maxillaires ;
- Le pilier implantaire qui permet la mise en place de la restauration prothétique ;
- La restauration prothétique qui restaure la couronne dentaire ;
- La vis implantaire qui maintient l'ensemble.

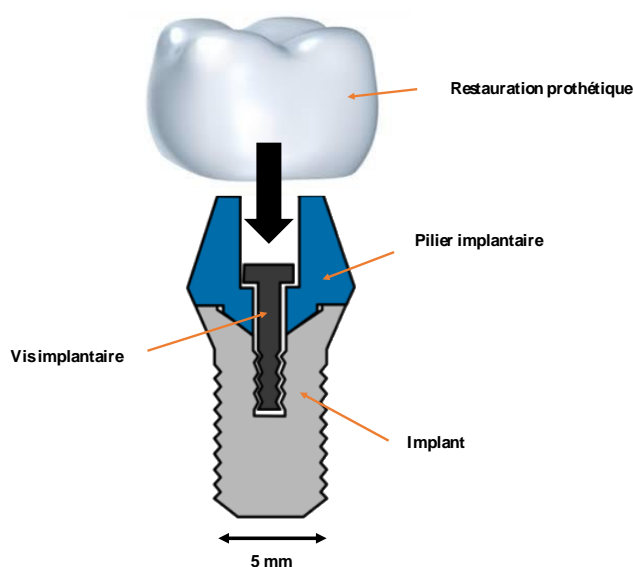


Figure I-1 Schéma représentant les différents éléments composants un système implanto-prothétique (restauration coronopériphérique scellée sur pilier transvissé)

I.1.1 Implant dentaire

L'implant dentaire a été développé, durant les années 1960, grâce aux travaux de Brånemark⁵⁻⁷ sur l'ostéo-intégration* du titane. Dès lors, cette thérapeutique s'est considérablement développée pour permettre différentes solutions prothétiques fixées* ou amovibles*. Depuis, la prothèse implantaire a connu un développement constant. En 2012, on estimait à 400 000, le nombre d'implants posés en France⁸ ; en Europe, les estimations atteignent près de 4 millions par an,⁹ et 5 millions par an, aux États-Unis selon l'*American Dental Association*.¹⁰

*Lexique de l'odontologiste :

Ostéointégration^a : Concept développé par Brånemark en 1965, qui définit le contact direct entre le tissu osseux et un biomatériau sans interposition de fibrose

Prothèse fixée^b : Prothèse à appui dentaire ou implantaire, pouvant être scellée, collée ou vissée

Prothèse amovible^b : Prothèse pouvant être mise en place et retirée par le patient

A ce jour, le titane pur (grade 4), sur lequel repose les travaux de Brånemark, est le matériau de référence dans la fabrication des implants pour la grande majorité des marques leaders sur le marché (Nobel Biocare™, Dentsply Implants™, Straumann™, Biomet 3i™, Zimmer™, Anthogyr™). Les formes d’implant varient, tant du point de vue de la géométrie extérieure en contact avec l’os (Figure I-2), que la géométrie intérieure en relation avec la connexion implantaire (Figure I-3).



Figure I-2 Exemple de variabilités de géométrie extérieure implantaire¹⁻⁴

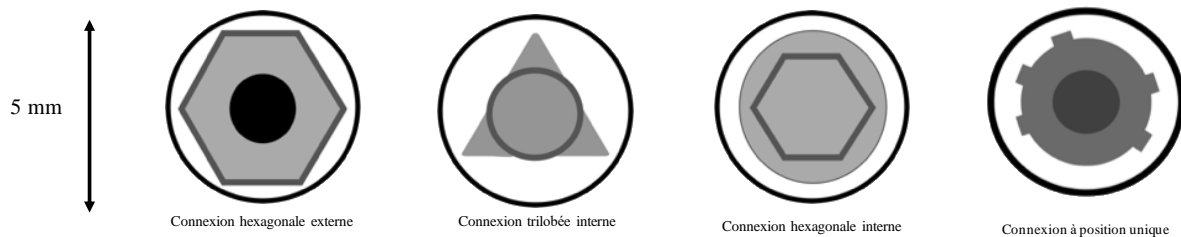


Figure I-3 Variabilité de géométrie interne implantaire

D’autres matériaux sont également utilisés dans la fabrication d’implants, tel que l’alliage de titane Ti-6Al-4V (grade 5) au sein des nombreuses autres marques implantaires ; mais également, plus récemment, le dioxyde de zirconium.

I.1.2 Pilier implantaire

Le pilier implantaire s’insère dans l’implant et permet l’assise de la restauration prothétique. Cet élément intermédiaire est maintenu dans l’implant grâce à la vis implantaire. Il assure la transition de l’implant (situé au niveau osseux) à la restauration prothétique (partie visible de la prothèse implantaire) à travers la gencive.

Les piliers implantaires sont généralement en titane pur (grade 4) ou en titane allié de type Ti-6Al-4V (grade 5). Ils peuvent être recouverts de nitrure de titane (TiN) de couleur dorée pour améliorer leur intégration esthétique. Les piliers sans nitrure sont responsables d'une coloration « grisâtre » au niveau gingival pouvant être responsable d'une gêne esthétique (Figure I-4). À contrario, les piliers en nitrure de titane, grâce à leur couleur « or », facilitent leur intégration par l'apport d'une couleur plus naturelle au sein de la partie transgingivale (Figure I-5). Les piliers implantaires sont également disponibles en zircone yttrée également employée pour des raisons d'intégration esthétique qui permet une meilleure diffusion de la lumière à travers les tissus muqueux (Figure I-6).

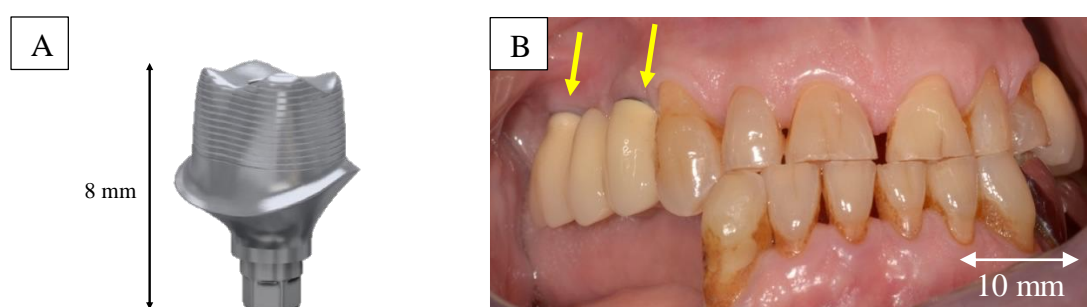


Figure I-4 Utilisation d'un pilier implantaire non nitruré : A : Pilier implantaire¹ B : En situation clinique (les flèches indiquent les positions des piliers)

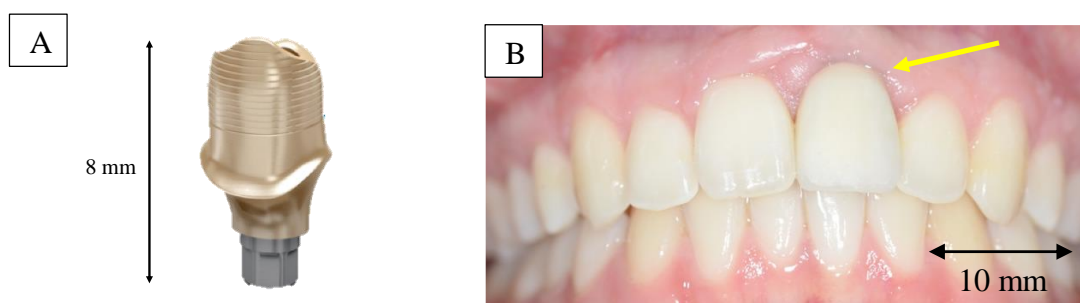


Figure I-5 Utilisation d'un pilier implantaire nitruré : A : Pilier implantaire¹ B : En situation clinique (la flèche indique la position du pilier)

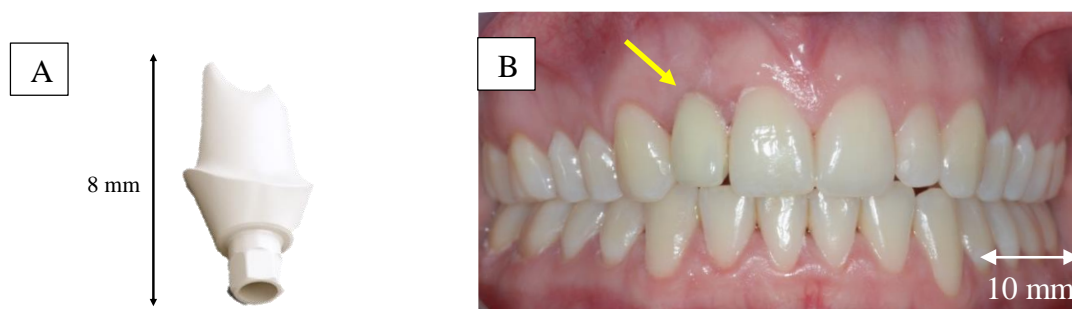


Figure I-6 Utilisation d'un pilier implantaire en zircone yttrée : A : Pilier implantaire¹ B : En situation clinique (la flèche indique la position du pilier)

I.1.3 Vis implantaire

La vis implantaire est un élément essentiel de la connexion implantaire, qui permet de maintenir dans l'implant, le pilier implantaire ou directement la restauration prothétique à travers le pilier implantaire. Malheureusement, c'est également cet élément qui est le plus fréquemment responsable d'échecs en prothèse implantaire.^{11,12}

Le premier matériau à avoir été utilisé pour la fabrication des vis implantaire est l'or. Face aux nombreux échecs mécaniques, les fabricants ont diversifié les matériaux utilisés.^{13,14} Actuellement, elles sont majoritairement fabriquées en titane allié de type Ti-6Al-4V (grade 5).

I.1.4 Restauration prothétique

La restauration prothétique implantaire permet de répondre à un très large éventail de traitements prothétiques. Cette thérapeutique permet de réhabiliter les zones édentées. Il est ainsi possible de réaliser des prothèses unitaires* sur implant (Figure I-7), des prothèses plurales* (Figure I-8) voire complète* (Figure I-9).



Figure I-7 Couronne unitaire sur implant

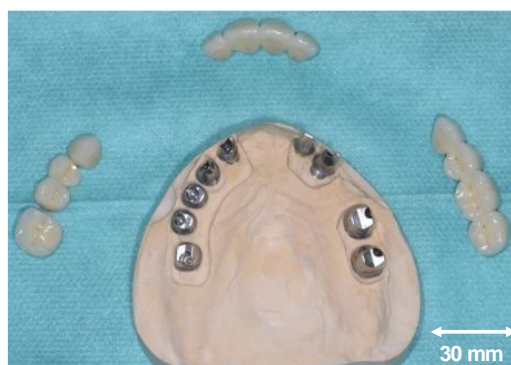


Figure I-8 Prothèses plurales sur implants (courtoisie Dr Vaillant, MCU-PH Nancy)

*Lexique de l'odontologiste :

Prothèse unitaire^b : prothèse restaurant l'intégrité d'un seul organe dentaire

Prothèse plurale^b : prothèse restaurant l'intégrité de plusieurs organes dentaires sur un même élément

Prothèse complète (ou totale)^b : prothèse restaurant l'intégrité de tous les organes dentaires (patient édenté total)



Figure I-9 Différents types de prothèse complète sur implants (Dentsply¹) : A : Prothèse complète amovible , B : retenue par 4 coiffes télescopiques sur implants , C : retenue par une barre transvissée sur implants

I.1.5 Types de connexions implantaires

La connexion implantaire est donc la zone de jonction entre l'implant, le pilier, la vis implantaire et la restauration prothétique. En fonction du type de prothèses et du contexte clinique, plusieurs systèmes de connexion sont possibles. Ces dernières peuvent être catégorisées à deux niveaux : d'une part, au niveau implantaire, en fonction de son design dans l'implant ; d'autre part, au niveau prothétique, en fonction du moyen de rétention employée pour maintenir la prothèse.

I.1.5.A Au niveau implantaire

La connexion implantaire distingue deux grands concepts : la connexion externe et la connexion interne.

I.1.5.A.a Connexion externe

Cette connexion (Figure I-10) est dite « non engageante » dans l'implant, ce qui signifie que le positionnement du pilier dans l'implant se réalise au sommet de ce dernier par l'intermédiaire d'un polygone. Seule la vis implantaire pénètre à l'intérieur de l'implant pour maintenir l'ensemble.

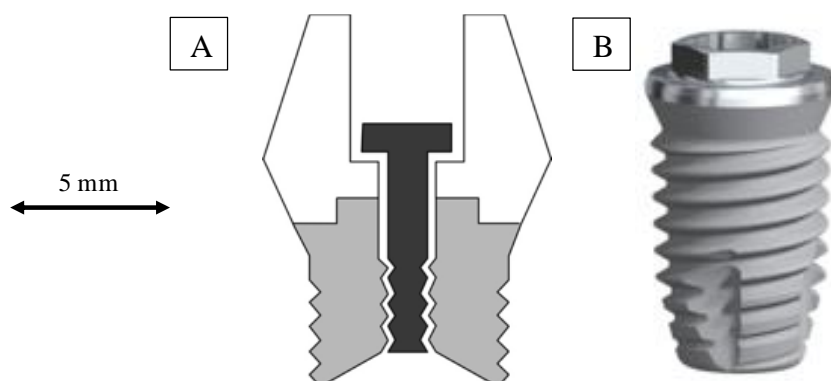


Figure I-10 Connexion externe : A : Schéma d'une coupe transversale d'un assemblage prothético-implantaire, B : Implant avec connexion externe (Nobel Biocare³)

I.1.5.A.b Connexion interne

Dans le système à connexion interne, la mise en contact du pilier et de l'implant s'établit à l'intérieur de l'implant. (Figure I-11). L'insertion du pilier dans l'implant nécessite que les parois de la connexion convergent pour limiter le phénomène de friction entre les pièces. La profondeur de pénétration et le degré de conicité du pilier varie en fonction des systèmes implantaires. En deçà de 11° degrés de conicité, on parle de connexion interne de type cône morse par analogisme avec le concept industriel développé par Stephen Morse qui a décrit le phénomène de « soudure à froid ». ¹⁵ Cependant, un réel cône morse est obtenu qu'à partir de 3° de conicité et ce terme ne devrait pas être employé en prothèse implantaire afin d'éviter toute confusion.

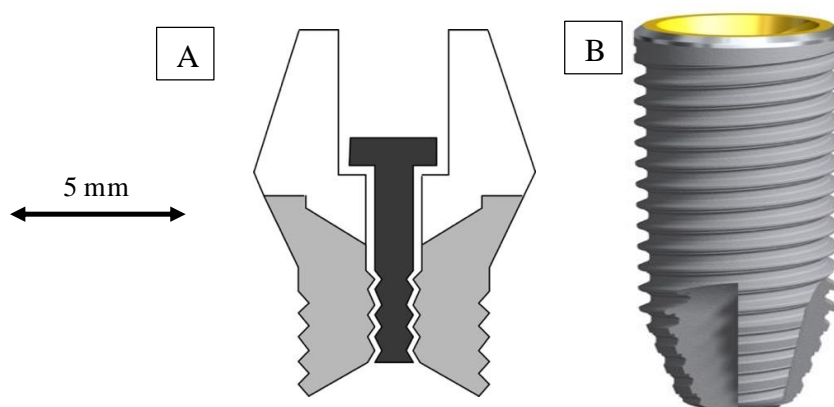


Figure I-11 Connexion interne : A : Schéma d'une coupe transversale d'un assemblage prothético-implantaire, B : Implant avec connexion interne (Nobel Biocare³)

1.1.5.B Au niveau prothétique

D'un point de vue prothétique, la connexion implantaire distingue deux catégories en fonction du moyen d'assemblage entre le pilier et la prothèse : la prothèse transvissée et la prothèse scellée.

1.1.5.B.a Prothèse transvissée

En prothèse transvissée, la restauration est connectée directement à l'implant par l'intermédiaire de la vis (Figure I-12). Cette prothèse nécessite la présence d'une zone d'accès à la vis (« puit ») au sein de la restauration dont la situation peut altérer la morphologie de la restauration et son esthétisme.

La prothèse transvissée se divise en deux catégories :

- La prothèse transvissée à un étage ou « *direct-implant* » : la prothèse est directement vissée à l'implant ;
- La prothèse transvissée à deux étages : la prothèse est vissée à un pilier conique qui peut être lui-même vissé* à l'implant (Dentsply Sirona™) ou transvissé* (Straumann™)

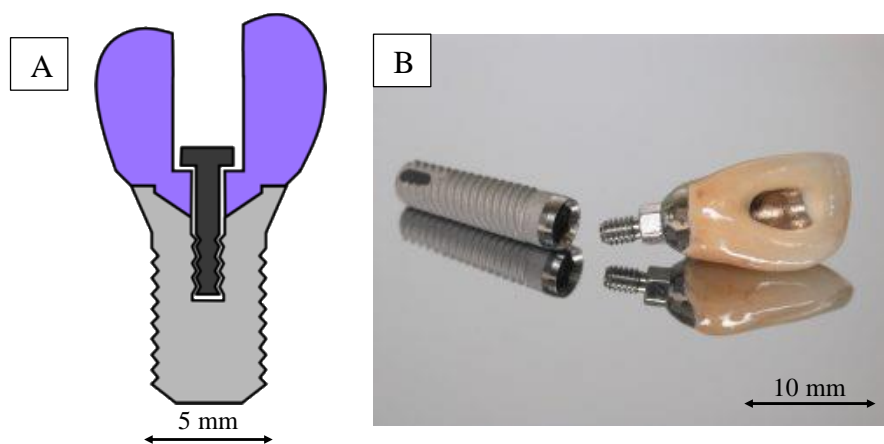


Figure I-12 Prothèse transvissée : A : Schéma d'une coupe transversale d'un assemblage prothético-implantaire, B : Exemple d'une prothèse transvissée unitaire (SCIT¹⁶)

*Lexique de l'odontologiste :

Pilier vissé : le pilier et la vis ne forment qu'un seul élément (« pilier plein »)

Pilier transvissé : le pilier est maintenu dans l'implant par la vis. Cette dernière traverse le pilier par l'intermédiaire du puit de vis.

I.1.5.B.b Prothèse scellée

La prothèse scellée sur implant (Figure I-13), s'inspire de la prothèse fixée conventionnelle sur pilier dentaire. La prothèse est scellée à l'aide d'un ciment sur un pilier, qui est, quant à lui, vissé ou transvissé dans l'implant.

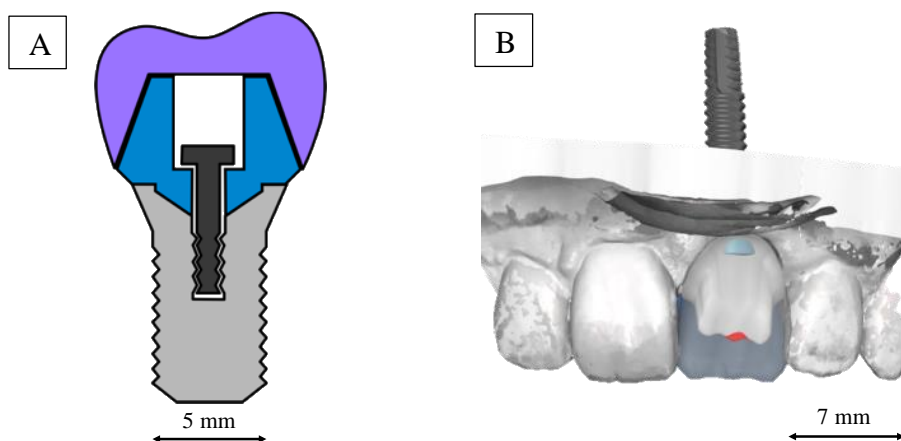


Figure I-13 Prothèse scellée : A : Schéma d'une coupe transversale d'un assemblage prothético-implantaire, B : Image d'une conception de prothèse scellée (logiciel cecrc™)

1.2 Assemblage des éléments implanto-prothétiques

L'assemblage des éléments implanto-prothétiques, par l'intermédiaire de la vis implantaire se réalise en 2 étapes :

- Une étape passive qui correspond au contact entre la vis, le pilier et l'implant sans aucune contrainte. La vis s'insère dans l'implant mais ne retient pas l'ensemble.
- Une étape active où la vis, à l'image d'un ressort en tension, maintient le pilier et l'implant grâce à la force de serrage, par l'intermédiaire du comportement élastique des matériaux.¹⁷ Cela entraîne une mise sous tension de la vis et des contraintes de compression entre l'implant et le pilier. (Figure I-14)

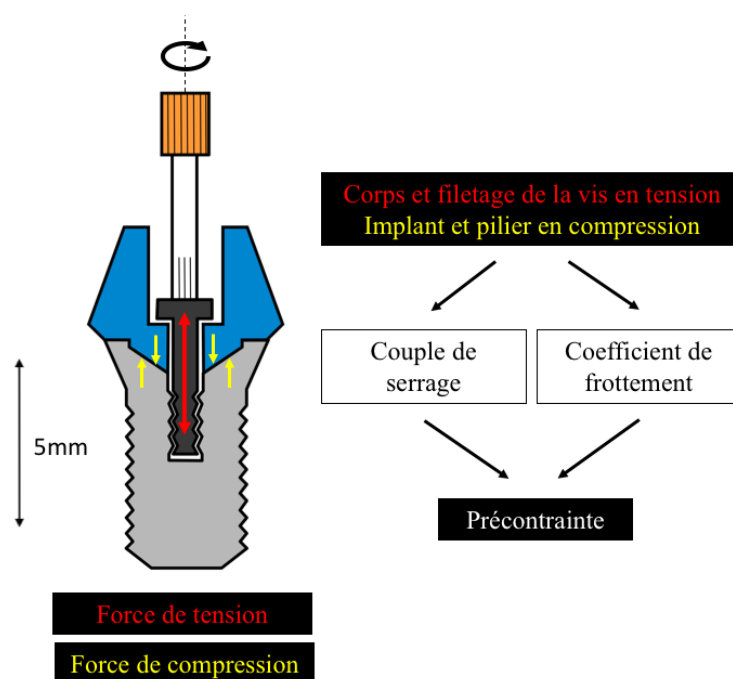


Figure I-14 Schéma explicatif du comportement des éléments implanto-prothétique lors du serrage

La contrainte, requise pour maintenir l'intégrité du système implanto-prothétique, est appelée la précontrainte.¹⁸ Cette dernière dépend principalement du couple de serrage et du comportement tribologique des matériaux, tels que le module de Young et le coefficient de frottement.^{19,20} La vitesse de rotation, la précision d'ajustage des différents éléments et la conception de la vis (longueur de contact, forme du pas de vis et profondeur de pénétration) influencent également la précontrainte mais dans une moindre mesure.^{21,22}

1.2.1 Couple de serrage

Le vissage nécessite l'application d'un couple de serrage qui s'exprime par la force nécessaire pour faire tourner la vis et la distance entre l'axe de rotation et le point d'application de la force.

$$C = F \times d \quad (1)$$

Avec C = Couple de serrage (N.cm)

F = la force appliquée (N)

d = la distance entre l'axe de rotation et le point d'application de force (cm)

Pour maintenir la stabilité du complexe implanto-prothétique, la précontrainte par l'intermédiaire du couple de serrage doit être aussi élevée que possible. Le fabricant détermine le couple de serrage en fonction de la force de serrage optimale qui est obtenue lorsque le vissage permet d'atteindre 50 à 75% de la limite d'élasticité du matériau de la vis.²³ Le but est d'atteindre la valeur de précontrainte maximale sans risquer une rupture du matériau.

Le cahier des charges du matériau idéal pour la confection d'une vis implantaire est :

- Une résistance mécanique (traction, flexion) élevée ;
- De hautes propriétés tribologiques (résistance au frottement) pour éviter l'usure et limiter la génération de débris au sein de la connexion ;
- Une résistance à la corrosion et à la tribocorrosion élevées dans le temps ;
- Une biocompatibilité avec les tissus environnants (tissus gingivaux et os).

Les alliages de haute noblesse recouverts d'or sont les premiers matériaux à avoir été utilisés car l'or est un matériau ductile et facile à manipuler (Tableau I-1). Son module d'élasticité relativement faible permet d'obtenir une valeur de précontrainte importante (131±9 N) grâce au couple de serrage avoisinant les 32 à 35 N.cm.¹⁴ Cependant, de nombreux échecs de type desserrage ou fracture ont conduit à l'utilisation d'autres matériaux.

Plus récemment, les fabricants se sont tournés vers le titane allié (Ti-6Al-4V, grade 5), qui présente, en plus de ses propriétés mécaniques améliorées (Tableau I-1), une haute résistance à la corrosion (en l'absence de frottement) et une excellente biocompatibilité.

Dans l'étude de Möllersten *et al.*,¹¹ différents systèmes implantaires ont été testés. Une différence significative a été mise en évidence entre la force de dévissage des systèmes avec des vis en or (138 à 195 N) contre d'autres avec des vis en alliage de titane (371 à 467 N). Les vis à base de titane sont donc à privilégier pour limiter le risque de desserrage.

Malheureusement, ce matériau présente de faibles propriétés tribologiques en raison du remodelage de sa couche d'oxydes (TiO_2) en cas de frottement.²⁵

D'autres matériaux sont actuellement étudiés, comme le PEEK (Poly-EtherEtherKetone) (Tableau I-1). Cependant les vis implantaires en PEEK présentent une résistance mécanique et une force de desserrage moyenne (116 à 182 N) nettement inférieures à celles des vis en alliage de titane.²⁶ D'autres études sur l'utilisation de vis en PEEK renforcées à l'aide de fibres de carbone semblent montrer des résultats plus prometteurs.²⁷ Ces travaux doivent être complétés, notamment sur leurs comportements tribologiques, pour envisager leur utilisation en implantologie.

Seulement 10% de la puissance produite par le couple de serrage engendre la tension de la vis qui maintient l'ensemble.²⁰ La majorité du travail fourni se dissipe lors du vissage, du fait de la friction entre les différents éléments : environ 50% est utilisée pour surmonter le frottement entre la tête de vis et la surface d'appui du pilier et les 40% restant sont utilisés pour surmonter le frottement du filetage entre la vis et l'implant. Selon Bulaqui *et al.*,²¹ le frottement et la précontrainte sont inversement proportionnelles, limiter la perte d'énergie liée au frottement pourrait ainsi optimiser la force de serrage.

	Or	Ti-6Al-4V	PEEK
Résistance à la traction ²⁴ (MPa)	120	862-1200	70-103
Résistance à la flexion ²⁴ (MPa)	NC	766-1080	105-116
Module d'élasticité ²⁴ (GPa)	77	110-119	<4

Tableau I-1 Principales caractéristiques mécaniques des matériaux des vis implantaires

1.2.2 Influence du frottement

Le frottement se définit techniquement par l'action qui tend à s'opposer au déplacement relatif de deux solides en contact. L'étude du frottement, ou tribologie, se divise en deux grands domaines : les contacts dit secs et les contacts lubrifiés.²⁸

Le frottement sec fait intervenir, en réalité, un « lubrifiant solide »²⁸ qui peut être soit un revêtement ou un traitement de surface qui influence la rugosité des matériaux. La première stratégie étudiée pour optimiser la valeur de serrage consiste donc dans la mise en place d'un revêtement sur les vis.^{13,20,29-33} La seconde option est l'utilisation d'un lubrifiant, à proprement parlé. En implantologie, les recherches se sont concentrées sur l'utilisation des fluides oraux

(salive, sang ou fluides gingivaux), déjà présents et sur leur influence dans l'optimisation de la force de serrage.^{21,34-36}

1.2.2.A Revêtement des vis implantaires

De nombreux revêtements sur les vis implantaires ont été élaborés, mais les plus utilisés et étudiés sont le carbone adamantin (DLC, Diamond Like Carbon), le nitrure de titane (TiN) ou encore le carbure de tungstène (WC).²⁰ De nombreux auteurs ont mis en évidence que ces vis revêtues génèrent une meilleure précontrainte comparées aux vis sans revêtement.^{13,20,29-31} Cependant, le revêtement en TiN qui présente une dureté élevée, peut engendrer un coefficient de frottement plus important,³⁰ pouvant être à l'origine d'un problème de dégradation de la connexion implantaire au cours du temps. Le même constat peut être fait avec le revêtement en WC. Des analyses ont mis en évidence la présence de débris lors de l'utilisation de ces revêtements au cours du processus de serrage.³⁰ Les revêtements en TiN ou WC ne semblent donc pas optimaux. Les débris causés par ces matériaux pourraient obstruer à terme le filetage de l'implant. Ces débris seraient ainsi responsables d'une augmentation du coefficient de frottement et, de ce fait, d'une diminution de la valeur de précontrainte obtenue lors d'un resserrage, sans compter le risque d'usure du filetage de la connexion implantaire.

À contrario, le revêtement DLC, de par son faible coefficient de frottement et son excellente résistance à l'usure semble être le meilleur matériau à utiliser pour le recouvrement des vis. Xie *et al.*²⁹ ont mis en évidence l'importance de l'épaisseur de la couche mince de carbone sur leurs résultats. Ces derniers préconisent ainsi l'utilisation de nano-couches de carbone qui présentent de meilleures performances mécaniques que les micro-couches.

Les résultats encourageants sur les vis recouvertes sont toutefois controversés par d'autres auteurs. Bacchi *et al.*,³⁷ suggèrent que les irrégularités présentes sur le filetage des vis et des implants, au cours du processus de fabrication concourent à l'optimisation de la précontrainte. Selon eux, lors du serrage, une partie du couple appliqué est bien dissipée en raison de ces irrégularités de surface, mais un second serrage permet d'augmenter les surfaces en contact et d'optimiser la précontrainte. Ce point de vue est conforté par l'étude de Jeong *et al.*³³ qui ont mis en évidence la présence de rainures d'usure et de stries de fatigue sur les vis sans revêtement. L'utilisation d'un revêtement sur les vis diminuant ces irrégularités de surface pourrait finalement limiter l'augmentation des surfaces de contact entre la vis et l'implant, et ainsi nuire à la précontrainte.

L'analyse de la littérature ne permet pas de mettre en évidence la nécessité du recouvrement des vis pour l'optimisation de la précontrainte.

1.2.2.B Utilisation d'un lubrifiant

La présence de salive ou de sang est inévitable pendant les phases chirurgicales et prothétiques. Ce contaminant pourrait agir comme un lubrifiant²¹ et participer ainsi à l'augmentation de la précontrainte en réduisant le coefficient de frottement entre l'implant et le filetage de la vis.³⁴ Cependant, l'utilisation de la salive humaine comme lubrifiant pendant le serrage n'engendre aucun effet apparent sur la force de serrage.³⁵ La présence des fluides oraux ne semblent pas conduire à une amélioration de la précontrainte. Une désinfection et un séchage soigneux des différents éléments avant serrage est donc judicieux pour limiter la présence de bactéries au sein de la connexion implantaire et éviter tout risque infectieux ultérieur, tel que la péri-implantite*,³⁶ et/ou limiter le risque de putréfaction au sein de la connexion implantaire. L'utilisation d'une solution de désinfection alliant des propriétés spécifiques pour diminuer les contraintes de frottement et ainsi optimiser la précontrainte serait une perspective intéressante d'étude.

*Lexique de l'odontologiste :

Péri-implantite^c : Processus inflammatoire destructeur qui affecte les tissus durs et mous autour des implants ostéo-intégrés conduisant à la formation d'une poche péri-implantaire avec perte osseuse

1.3 Échecs en prothèse implantaire

La prothèse implantaire est considérée comme une thérapeutique sûre et prévisible avec un taux de survie supérieur à 80% à plus de 15 ans.³⁸⁻⁴⁹ Malheureusement, le taux d'échec risque d'augmenter avec l'essor de cette thérapeutique.

On distingue deux types d'échecs :⁵⁰

- Les échecs précoces durant les 6 premiers mois après la pose de l'implant, d'ordre biologiques, responsables de la non-ostéointégration de l'implant ;
- Les échecs tardifs, 6 mois après la pose de l'implant, d'ordre mécaniques ou biologiques. Les échecs tardifs, en lien avec la prothèse implantaire, sont majoritairement d'ordre mécaniques. La vis qui est l'élément le plus « fragile » de la connexion implantaire du fait de son petit diamètre,¹¹ regroupe la majorité des aléas thérapeutiques en implantologie.^{12,51}

Morsch *et al.*¹² ont ainsi étudié le suivi de 971 restaurations sur 10 ans, et ils ont démontré que la prévalence des fractures des vis concernait dans 8,8% des prothèses unitaires et dans 10,1% des prothèses plurales tous types de connexions confondus. Ceci peut s'expliquer, en partie, par le fait qu'un simple desserrage n'est pas toujours perçu par le patient. Ce desserrage peut ensuite s'aggraver par des mouvements non axiaux lors de la mastication qui aboutissent par la suite à une fracture par fatigue de cette dernière,⁵²⁻⁵⁵ voire du pilier implantaire ou même de l'implant lui-même compromettant alors l'intégralité de la prothèse implantaire.

L'étude de la vis implantaire et, plus particulièrement, le dévissage est donc capital pour la survie au long court de la prothèse implantaire. Il est, en effet, plus facile de gérer un dévissage qu'une fracture.⁵⁶

1.3.1 Étapes du dévissage

Lee *et al.*⁵⁷ ont établi que le processus de dévissage en prothèse implantaire se divise en 4 étapes :

- Le "déplacement initial" : qui correspond à la perte de la précontrainte causée par des contraintes externes de type vibrations et micromouvements causés par la mastication ou des parafonctions* ;^{20,21,58,59}

- La "déformation élastique" : qui apparaît toujours quel que soit la contrainte ;
- La "déformation plastique" : qui reste à confirmer par des analyses par éléments finis, serait déclenchée par la présence d'usures dues aux micromouvements sur les zones de contact. La vis se mettrait à tourner,^{20,58} lorsque que la limite d'élasticité du matériau serait dépassée,¹⁷ responsable alors d'une déformation plastique ;^{57,58}
- La "visualisation" : qui correspond au moment où le dévissage apparaît cliniquement.

Le dévissage fait donc suite à la diminution de la précontrainte. Cette dernière est influencée par plusieurs paramètres qui sont (Figure I-15) :

- un défaut de la précontrainte initiale,^{22,60,61}
- un défaut d'ajustage des éléments implanto-prothétique,^{62,63}
- une surcharge due à l'occlusion,^{20,52}
- et/ou un défaut dans le choix du type de prothèses en fonction de la situation clinique.^{23,59,63-70}

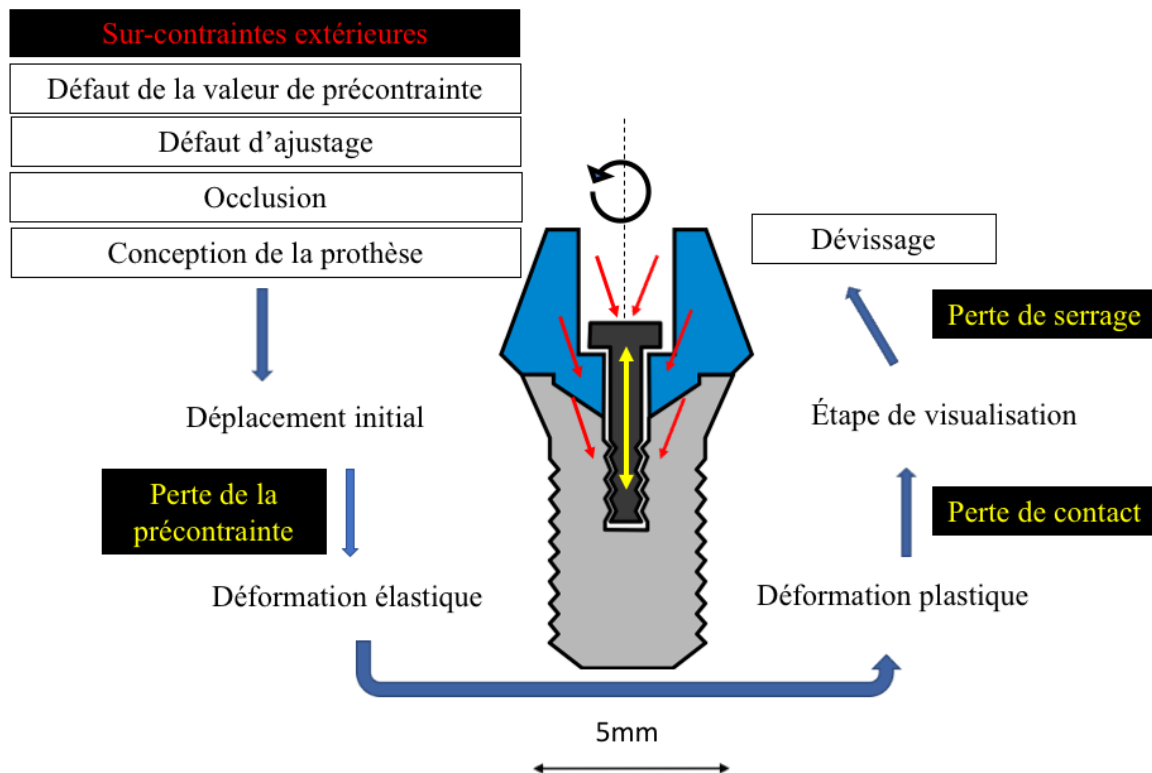


Figure I-15 Schéma représentatif des différentes étapes du desserrage : de la perte de la précontrainte au dévissage

I.3.2 Optimisation de la valeur de précontrainte initiale

Une imprécision dans le couple de serrage appliqué entraîne une précontrainte altérée ayant pour conséquence une augmentation du risque d’échec. La précision du couple dépend de la façon dont le serrage est effectué : manuel ou à l’aide d’une clé dynamométrique.^{22,60,61,71} Pour optimiser la précontrainte, plusieurs stratégies ont été étudiées : augmenter la valeur du couple de serrage,^{57,72} contrôler périodiquement le serrage^{35,73} ou encore effectuer deux couples de serrages successifs.^{37,62,74–78}

Le serrage manuel produit des valeurs de couple de serrages variables²² et doit donc être évité. L'utilisation de dispositifs, tels que des clés dynamométriques est recommandée par les fabricants d'implants. Malheureusement, ces dispositifs se dérèglent en fonction de leur fréquence d'utilisation et procédés de décontamination,^{60,71} et peuvent aussi conduire à des imprécisions de couple de serrage.^{60,61} Deux types de clés dynamométriques existent : clés à déclenchement (Figure I-16) qui émettent un claquement lorsque le couple de serrage désiré est obtenu, et les clés à ressort (Figure I-17), moins sensibles à la corrosion,⁶⁰ qui utilisent la flexion d'une pièce jointe pour correspondre à la valeur de couple désirée selon la subjectivité de l'opérateur.²²

Aucune différence significative entre ces deux types de clés sur le degré de précisions du couple de serrage après 5 ans d'utilisation n'est à signaler.⁶⁰ Les fabricants recommandent toutefois de ré-étalonner régulièrement les clés dynamométriques pour limiter les erreurs de couple de serrage.⁷¹ En cas de dévissage ou de fracture de vis, le premier élément à contrôler est la précision de la clé dynamométrique.

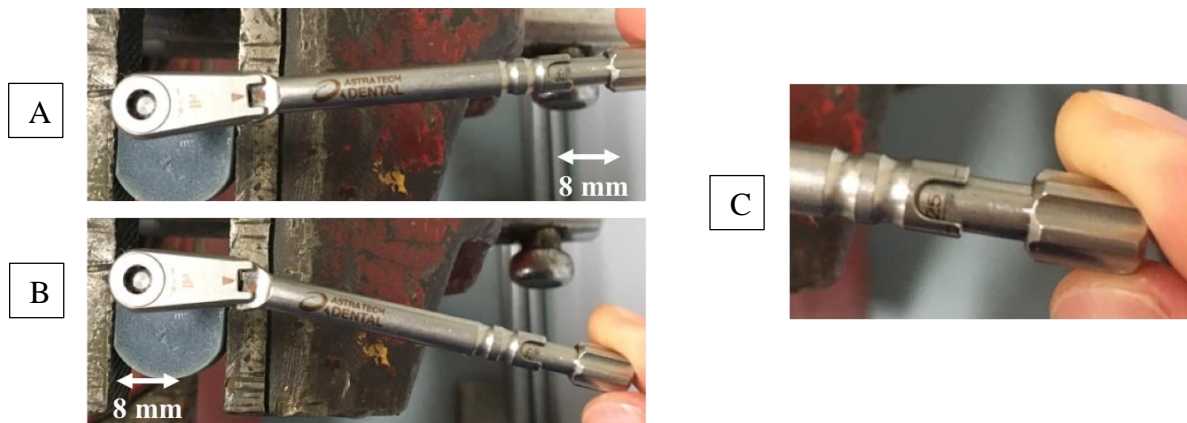


Figure I-16 Clé dynamométrique à déclenchement : A : Mise en place de la clé, B : Application du torque, C : Choix du torque de serrage

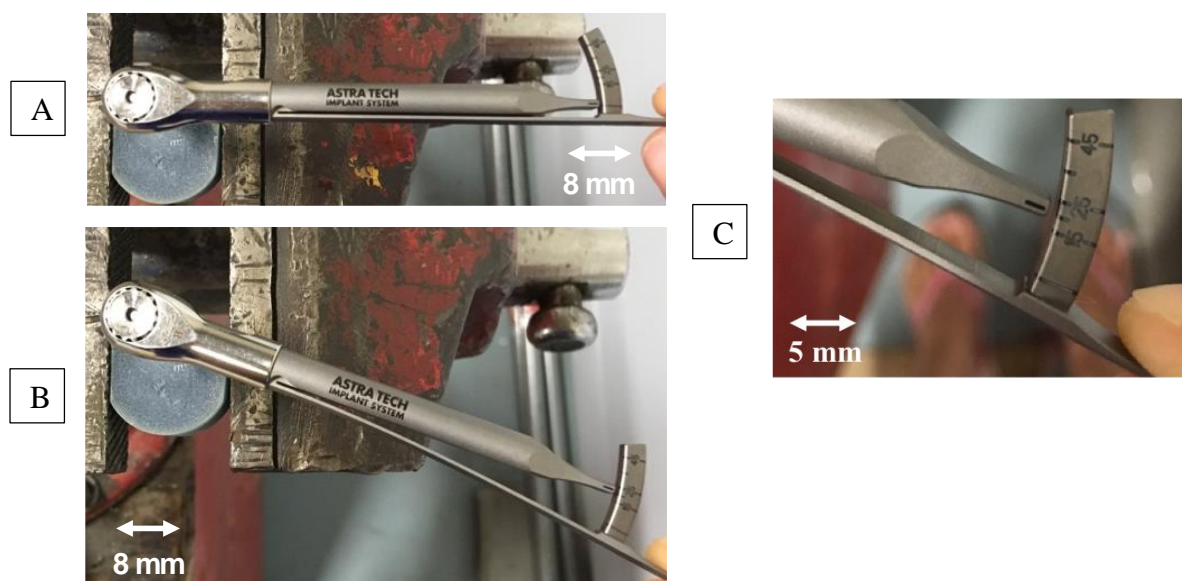


Figure I-17 Clé dynamométrique à ressort : A : Mise en place de la clé, B : Application du torque, C : Choix du torque de serrage

L'utilisation d'un couple de serrage plus élevé que celui donné par le fabricant,⁵⁷ peut générer des défauts d'ajustage ayant pour conséquence des sur-contraintes dans le système implantaire, responsable d'un risque accru de rupture des matériaux.⁷² Le respect du couple de serrage du fabricant^{52,79} est donc primordial pour assurer la meilleure valeur de précontrainte et éviter toute complication future en prothèse implantaire.

Les contraintes mécaniques cycliques appliquées sur le système implantaire, lors de la mastication par exemple, favorisent les micromouvements au niveau de l'interface vis/implant, et contribuent à la perte de contact et d'usure des éléments implanto-prothétiques.⁸⁰ Pour éviter la perte de précontrainte, certains auteurs^{35,73} recommandent de vérifier périodiquement le couple de serrage lors de la première année de mise en service de la prothèse. Cette recommandation n'est, par contre, possible qu'avec une prothèse transvissée qui facilite le resserrage grâce à l'accès facilité au puit de vis directement en bouche, contrairement à la prothèse scellée qui le recouvre.

La présence d'irrégularités de surface liées à l'usinage sur les différents éléments de la prothèse implantaire font que les éléments ne sont pas en contact sur toutes leurs surfaces mais uniquement sur les parties hautes lors du serrage.³⁷ La mise sous tension de la vis, à l'image

d'un ressort, induit une force de compression entre la vis et le pilier, entre le pilier et l'implant, et entre l'implant et la vis.

Deux étapes se produisent, responsables d'une diminution de la précontrainte⁸² : la première est liée à la relaxation des contraintes dans la vis, la seconde aux propriétés élastiques des matériaux et à leur comportement plastique qui vont se déformer.^{83,84} Certains auteurs^{37,74-78} recommandent ainsi d'attendre 10 minutes pour effectuer un second serrage afin d'augmenter la valeur de la précontrainte et la stabilité de l'assemblage, par augmentation des surfaces de contact.⁶² Cette augmentation de précontrainte ne semble valable qu'en absence de défauts d'ajustage entre les différents éléments implanto-prothétique.⁸⁵

1.3.3 Influence de l'ajustage des éléments implanto-prothétiques sur la précontrainte

Un problème d'ajustage entre les pièces implanto-prothétiques génère une imprécision dans la valeur de la précontrainte. Brånemark *et al.*⁶ ont suggéré que les défauts d'ajustage entre les différents éléments implantaires ne devaient pas dépasser 10µm, mais ce degré de précision n'est pas toujours respecté par certains fabricants.⁸¹ Cela peut s'expliquer, en partie, par les technologies utilisées qui ne fournissent pas toutes une telle précision d'usinage. Ceci engendre un défaut de contact entre les différentes interfaces (implant, pilier, vis, prothèses) pouvant être responsables d'une valeur de précontrainte minorée.⁶³

Les formes des connexions implantaires varient d'un fabricant à un autre. Il est courant qu'une entreprise produise des piliers « compatibles » pouvant être utilisés avec des implants provenant d'une autre société (ex : société Atlantis™). Ceci a pour avantage de permettre de travailler avec différentes marques d'implants sans modifier sa logistique ou les outils spécifiques. Cependant, cette approche n'est pas sans risque pour le système implantaire. Kim *et al.*¹⁹ ont ainsi étudié l'impact de la variabilité entre les différents composants de plusieurs fabricants en prothèse implantaire et ils ont constaté des variations d'ajustage (Figure I-18). Ils préconisent ainsi, comme plusieurs autres auteurs, d'utiliser les piliers fabriqués par la même société que les implants.^{19,22,86-89} Même s'il est possible d'inter-changer les piliers entre différents fabricants du point de vue de la forme des connexions, ces derniers présentent des variations dans leur composition chimique ou dans leur microstructure, pouvant être responsables de modifications de leurs caractéristiques physiques et sur la valeur de précontrainte obtenue. De plus, le processus d'usinage a une influence drastique sur la rugosité de la surface des éléments

qui peut entraîner, une valeur de précontrainte différente par la variation de l'énergie dissipée lors du frottement.

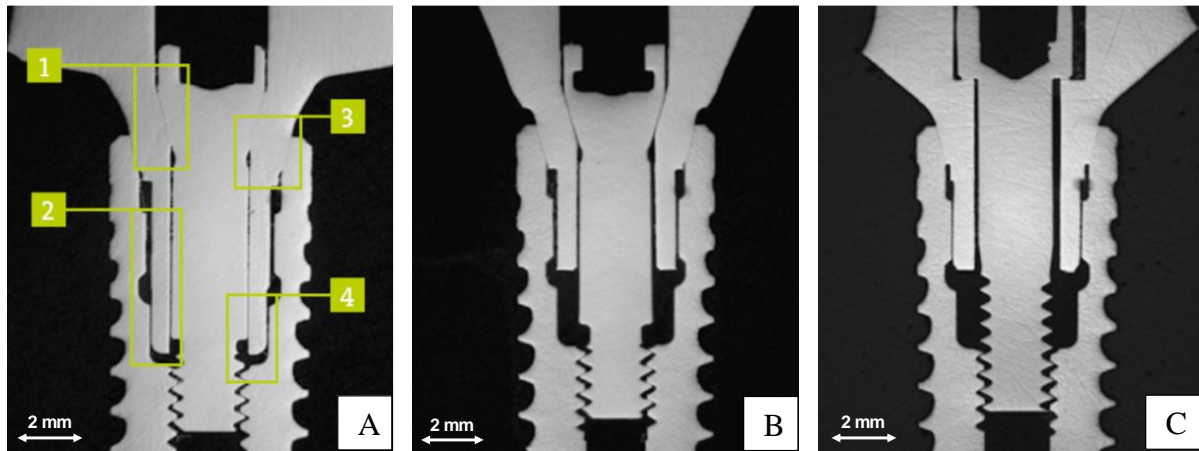


Figure I-18 Imagerie de tomographie 3D révélant les différences d'adaptation sur un implant Straumann™ RC 4.1 (Straumann⁴) : A : Avec pilier original Straumann™ (1 : tête de vis conique ; 2 : Surfaces de contact radiales ; 3 : Interface implant/pilier conique ; 4 : Engrènement profond implant/pilier) ; B : Avec pilier compatible NobelProcera™ ; C : Avec pilier compatible Atlantis™

Les défauts d'ajustage unilatéraux (Figure I-19) influencent la précontrainte mais uniquement au moment du serrage.⁸¹ Une fois soumis à des contraintes cycliques, aucune différence significative n'est détectée jusqu'à 200 μm de défaut d'ajustage entre l'implant et le pilier.⁸¹ Une absence d'adaptation partielle n'a donc semble-t-il aucune conséquence sur la précontrainte, après mise en service de la prothèse. À contrario, en cas de malpositions par rotation de plus de 5 degrés, la probabilité d'un desserrage de vis augmente.^{90,91}

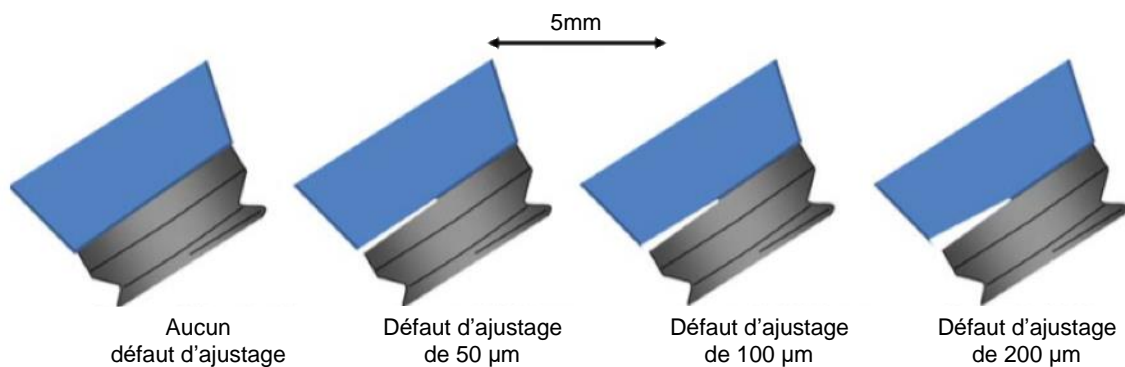


Figure I-19 Schéma présentant différents degrés de défaut d'ajustage unilatéral (Assunção et al.⁸¹)

Le contrôle de l'ajustage des prothèses implantaire est important, en particulier dans le cas de prothèses de grande étendue. L'étude de Sananez *et al.*⁹² sur les prothèses complètes fixées sur

implants, a ainsi mis en évidence que les vis situées sur les implants les plus antérieurs étaient plus susceptibles d'être dévissées que les vis en position les plus postérieures. Ce résultat met également en évidence que l'occlusion* est un autre paramètre susceptible de perturber la stabilité de la précontrainte.

1.3.4 Influence de l'occlusion sur la précontrainte

L'occlusion par l'intermédiaire des fonctions oraux-faciales est la principale source de sur-contraintes extérieures dans le système implantaire. Les organes dentaires ont pour principales fonctions de permettre la ventilation, la phonation, la mastication et la déglutition.

La force moyenne de mastication chez un individu denté sans parafunction varie de 150 N à 370 N sur le secteur antérieur^{86,93} et de 450 N à 550 N sur le secteur postérieur (2^e prémolaire).^{53,68} Les patients avec prothèses implantaires ont tendance à exercer une force de mastication plus importante causée par l'absence de proprioception* autour de leurs implants.⁹⁴ Face une contrainte occlusale « normale », tous les types de restaurations prothétiques implantaires sont censés résister à cette surcharge selon l'étude par éléments finis menée par Alkan *et al.*⁵⁸ Cependant, face à des contraintes obliques non centrées sur l'axe principal de l'implant,¹¹ le maintien de la précontrainte est compromis, tout comme dans le cadre de parafunctions telles que le bruxisme*.

Les forces obliques (non centrées sur l'axe principal de l'implant) déplacent la vis dans la direction de la contrainte (Figure I-20). Cette dernière étant engagée dans la structure interne de l'implant et du pilier, tend à se tordre au niveau de son corps⁵² entraînant un risque plus important d'échecs. Le réglage de l'occlusion doit donc éviter toute contrainte non centrée sur l'axe principal de l'implant. Les prothèses à cantilever*, les faces occlusales larges sur des implants à faible diamètre, les contacts inter-proximaux excessifs, doivent être limités afin de ne pas nuire à la connexion implantaire qui serait alors plus vulnérable. Le type de prothèse, et à fortiori, le type de connexion a donc une influence sur le maintien de la précontrainte.

*Lexique de l'odontologiste

- Occlusion^b : Rapport inter-arcades, à un moment donné, défini par au moins un contact dento-dentaire. Par extension, toute situation de contacts inter-arcades.

- Proprioception^b : Perception de la stimulation des récepteurs sensitifs intra-tissulaires, informant sur les mouvements et les positions du corps.

- Bruxisme^b : 1. Comportement d'origine centrale, caractérisé par une activité motrice involontaire des muscles manducateurs, continue, rythmique ou spasmodique, conduisant à des contacts occlusaux de serrages (clenching) ou de grincements d'intensité et d'amplitude variables, différents de ceux observés pendant la mastication et pouvant participer au trauma occlusal.

2. Usure parafunctionnelle des dents.

- Prothèse à cantilever^b : Bridge en extension sans appui terminal (prothèse en porte-à-faux)

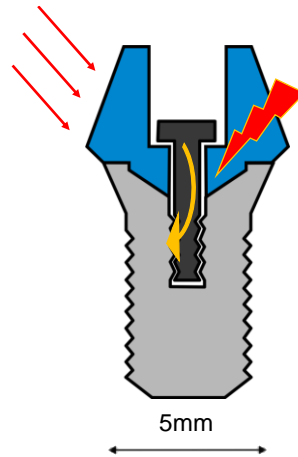


Figure I-20 Répartition des contraintes dans la connexion implantaïre en cas de contraintes obliques, responsable de torsions au niveau du corps de la vis pouvant conduire à une fracture

I.3.5 Influence du type de connexion implantaïre sur la précontrainte

Chaque type de connexion, au niveau implantaïre ou prothétique, présente des caractéristiques qui influencent, en fonction du contexte clinique, les éventuelles contraintes au sein du complexe implanto-prothétique.

I.3.5.A Au niveau implantaïre : connexion externe et connexion interne

Au niveau implantaïre, on différencie deux types de connexion : la connexion externe développée par Brånemark et, la connexion interne qui a été conçue pour limiter les contraintes à l'interface implant/pilier/vis.^{65,66}

Dans les connexions externes, la vis est l'élément qui va préférentiellement se fracturer en cas de sur-contraintes,^{63,64} plus particulièrement en présence de contraintes latérales ou obliques au sein de la prothèse.⁶⁵ La fracture par fatigue se produit généralement soit entre le corps lisse et le début du filetage, soit au niveau de la tête de vis.⁹⁵ Un défaut d'ajustage par rotation du pilier est généralement en cause.⁹¹ Cette connexion est plus couramment utilisée dans le cadre de restaurations implantaïres sur arcade complète avec des implants non parallèles (type « all-on-four », Figure I-21), mais elle peut également être utilisée sur des restaurations unitaires.^{65,95,96}

Dans ce cas, afin de limiter l'application de contraintes latérales au niveau de la vis, il est recommandé que les implants soient placés de telle sorte que l'occlusion soit centrée selon le grand axe de l'implant avec une face occlusale peu cuspidée. Dans le cadre des prothèses « all-

on-four », où les implants sont fortement inclinés, la répartition des contraintes doit être centrée sur l'axe principal des piliers coniques pour limiter les contraintes au sein de la connexion.

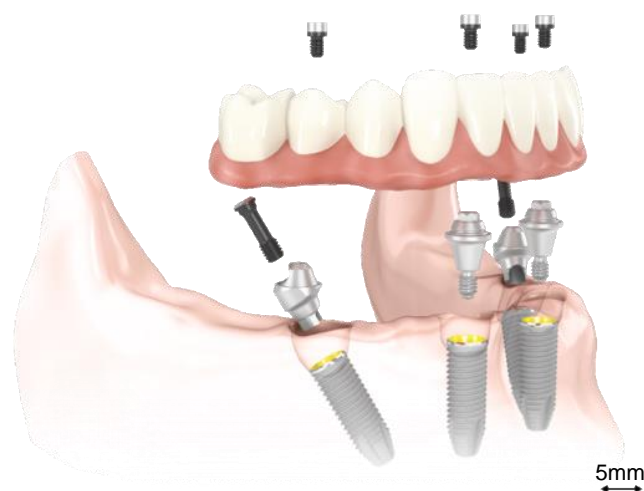


Figure I-21 Prothèse transvissée de type « All-on-four » (Nobel Biocare³)

Les connexions internes ont été conçues pour améliorer la répartition des contraintes dues aux forces externes latérales.^{63,65-68} Le degré de la connexion interne permet de réduire les micromouvements et donc contribue à améliorer la stabilité du complexe implanto-prothétique. Cependant, des fractures de vis ou d'implant⁶⁴, mais également de pilier,⁶⁶ sont décrits également avec cette connexion. L'échec apparaît par fatigue suite à l'effet de sollicitations répétées. La connexion dite en « cône morse » permet de mieux résister aux sur-contraintes occlusales,⁶⁴ plus particulièrement avec les piliers en zircone (Y-TZP).⁹⁷ Elle limite aussi les torsions ou les fractures au niveau du pilier ou de la vis,^{64,98} et présente la meilleure étanchéité face à la percolation bactérienne.⁹⁸ Par conséquent, cette connexion est celle qui limite le plus le risque de desserrage.⁹⁹

*Lexique de l'odontologiste

- Ti-base^d : Pièce métallique qui s'insère dans la connexion implantaire sur laquelle s'assemble une suprastructure ou une mésostructure en céramique
- Suprastructure^d : Partie supérieure en céramique d'une prothèse implantaire reconstituant la couronne dentaire qui est assemblée à la Ti-base (prothèse transvissée)
- Mésostructure^d : Partie intermédiaire en céramique d'une prothèse implantaire reconstituant la portion coronaire du pilier implantaire qui est assemblée à la Ti-base, le tout est ensuite surmonté d'une couronne périphérique (prothèse scellée)

Les connexions internes, plus particulièrement en « cône morse » présentent ainsi une meilleure stabilité et répartition des contraintes que les connexions externes.^{11,58,64,67,94,98,100-105} Seule, l'étude de Seetoh *et al.*¹⁰⁶ a montré un résultat différent dans les mêmes conditions. Selon eux, ce fait peut s'expliquer par le plus gros diamètre de la connexion externe au niveau du pilier qui améliorerait la résistance aux contraintes,¹⁰⁶ notamment dans le cadre de restaurations tout céramique sur implant à faible diamètre.¹⁰⁷ Cependant, dans ces situations très esthétiques, l'utilisation d'une connexion métallique de type « ti-base* » (Figure I-22), surmontée d'une suprastructure* ou d'une mésostructure* collée en céramique est à privilégier pour limiter le risque de fracture.¹⁰⁸



Figure I-22 Restauration prothétique esthétique transvissée à l'aide d'une ti-base métallique et une suprastructure en céramique

La connexion interne reste, pour l'instant, à privilégier pour limiter les contraintes mécaniques au sein de la connexion implantaire et donc optimiser le maintien de la précontrainte.⁹⁸

1.3.5.B Au niveau prothétique : prothèse scellée et prothèse transvissée

Au niveau prothétique, on différencie deux types de connexion : la prothèse transvissée et la prothèse scellée. Certains auteurs^{23,59,69,70} ont ainsi mis en évidence que les prothèses scellées présentaient des caractéristiques supérieures, en terme de passivité des infrastructures et de répartition des contraintes liées à l'occlusion. Ces prothèses par l'intermédiaire du ciment présentent plus facilement un ajustement passif qui compense les écarts dimensionnels entre le pilier et la restauration. Le ciment limite la transmission des contraintes dans la connexion implantaire et limite le risque d'échec.⁵⁹ Il transfère ainsi uniformément les contraintes entre l'implant, la prothèse et l'os.^{58,69,70,100}

Les prothèses transvissées sont plus faciles à retirer et simplifient considérablement les protocoles de resserrage et de maintenance, mais sollicitent plus la vis implantaire et peuvent donc compromettre plus aisément la précontrainte.²³ La revue systématique de Sailer *et al.*¹⁰⁹ a mis en évidence, que les prothèses transvissées présentaient plus de problèmes mécaniques et des taux plus élevés d'échecs prothétiques. Ce constat suggère qu'elles doivent être privilégiées en cas de risques biologiques (problème parodontaux, patients diabétiques par exemple) pour éviter tout risque d'inflammation lié au ciment de scellement,¹⁰⁹ ou dans des situations de restaurations esthétiques avec l'utilisation de ti-base et d'une suprastructure en céramique.¹⁰⁸ Les prothèses scellées doivent, quant à elles, être privilégiées en présence d'un contexte clinique avec risque de sur-contraintes mécaniques pour limiter le risque d'échec et optimiser le maintien de la précontrainte.

I.4 Problématiques

Le dévissage est l'aléa thérapeutique le plus courant en prothèse implantaire. Il arrive principalement durant la première année de service de la prothèse.^{84,110} Face à un dévissage, il faut rapidement procéder au resserrage pour éviter toute autre complication majeure, telle qu'une fracture.

La vis subit, lors du serrage, des contraintes de déformations. Sa mise sous tension entraîne une contrainte de compression sur le filetage. Cette déformation engendre la précontrainte qui maintient l'ensemble des éléments entre eux. Cette précontrainte dépend, entre autres, des aspérités de surface dues au processus d'usinage des composants implantaires qui tendent à s'aplatir lors du serrage. Pendant le serrage, une déformation plastique a donc lieu sur les surfaces en contact. Lorsque la prothèse implantaire est soumise à des contraintes externes excessives, des micromouvements (de quelques microns) peuvent se produire entre les surfaces en contact, responsables d'usure⁸² pouvant conduire à terme au dévissage. Durant ce processus, la vis subit de nouveau des contraintes de déformations plastiques. Une vis desserrée a donc subi plusieurs cycles de déformations lors du vissage et du dévissage.

Les fabricants recommandent ainsi d'utiliser une vis neuve après tout dévissage. La multiplicité des marques et de composants disponibles actuellement sur le marché font qu'il est difficile de stocker un exemplaire de chaque type de vis au sein d'un cabinet dentaire. Cette recommandation n'est pas toujours suivie par les praticiens pour des raisons financières ou pour, plus simplement, éviter aux patients de revenir une deuxième fois en attendant de recevoir la nouvelle vis. Cette pratique, peut-elle être à l'origine de futures complications sur le complexe implantaire ? Ces dégradations évoquées sont-elles suffisantes pour justifier l'utilisation d'une nouvelle vis à chaque desserrage ? Les implants et les piliers subissent-ils également des dégradations au fil des cycles de serrage/desserrages, et au cours du temps ?

I.4.1 Tribologie au sein de la connexion implantaire

Les 3 éléments composant la connexion implantaire, implant, pilier et vis, s'imbriquent les uns avec les autres mettant en évidence plusieurs interfaces susceptibles de s'user par micro-déplacements (Figure I-23) :

- Interface implant/pilier
- Interface pilier/vis
- Interface vis/implant

La connexion implantaire est soumise à des micromouvements causés par la mastication et les contraintes de l'environnement buccal.¹¹¹ Ce phénomène s'amplifie d'autant plus lorsque le couple de serrage n'est pas respecté.¹¹²

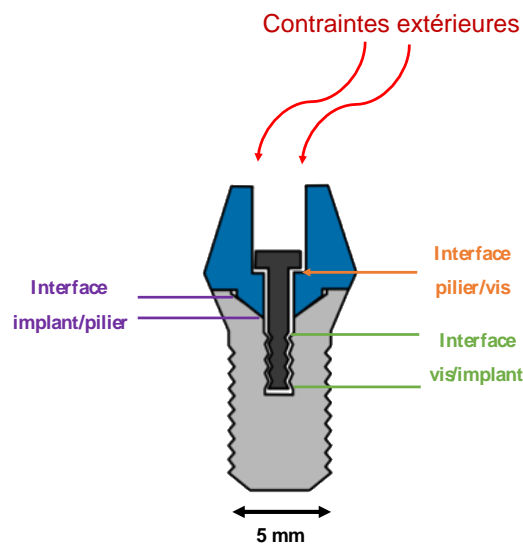


Figure I-23. Interfaces de frottement dans un implant dentaire

L'étude du frottement est basée, en partie, sur la loi mécanique de Coulomb, selon laquelle le coefficient de frottement μ , est défini par une composante normale N qui presse les éléments les uns contre les autres, et une composante tangentielle T qui tend à s'opposer au frottement :

$$\mu = T / N \quad (2)$$

Avec : μ : coefficient de frottement

T : force tangentielle résistant au frottement (N)

N : force normale (N)

Ce coefficient de frottement est fonction des couples de matériau en contact (géométrie de la surface, paramètres de rugosité) ainsi qu'au système en général (pression, température, humidité).

Dans le cas de la prothèse implantaïre, les conditions du frottement sont particulières car réalisées dans la cavité buccale. Cette dernière étant un milieu humide, ces interfaces de frottement avec présence d'éléments métalliques sont également susceptibles de se corroder. Il y a ainsi formation d'une anode et d'une cathode. L'anode entraîne la perte d'un électron. On parle alors de réaction anodique d'oxydation.



Les électrons libérés peuvent ainsi conduire à deux types de réaction d'oxydo-réduction. On parle de réaction cathodique de réduction.



Les deux réactions se produisent simultanément de sorte que le courant électrique total est en apparence nul mais tout de même présent : l'intensité cathodique est équivalente à l'intensité anodique.

Les phénomènes d'usure au sein de la connexion implantaïre font donc appel à des études par tribocorrosion, voire même de fretting-corrosion, dû au faible débattement qui s'opère entre les différents éléments de l'ordre de quelques microns.^{113,115-118} (Figure I-24)

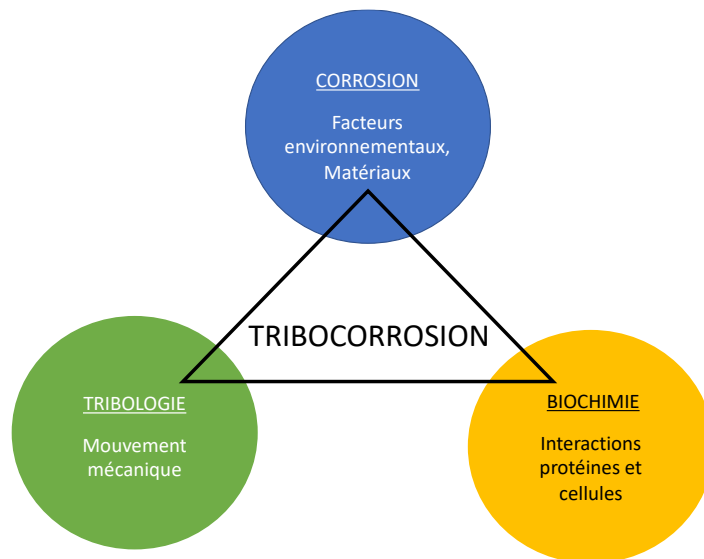


Figure I-24 Schéma définissant la tribocorrosion (d'après Mathew¹¹³)

La grande variété des paramètres qui détermine le comportement du système tribologique dans ces conditions est particulièrement complexe à maîtriser. Les travaux de Mischler,¹¹⁹⁻¹²³ Celis,¹²⁴ Ponthiaux,^{114,125} Fouvry,¹²⁶⁻¹³¹ Mac Donald, Geringer,¹³² Mathew^{113,133} entre autres, ont permis de mieux appréhender les études par fretting-corrosion (Figure I-25).

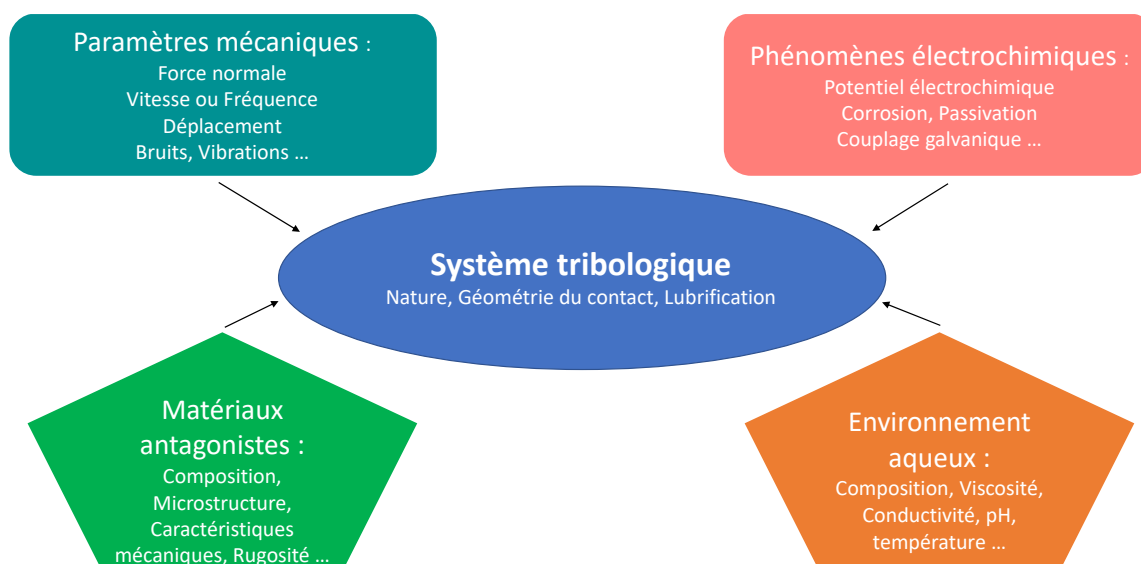


Figure I-25 Différents paramètres mécaniques, phénomènes électrochimiques, et caractéristiques du système aux influences simultanées à prendre en compte en tribocorrosion (d'après Ponthiaux¹¹⁴)

Leurs travaux ont ainsi pu mettre en évidence que l'usure totale observée (W) équivaut à la combinaison de l'usure mécanique (W_m) et de l'usure corrosive (W_c) mais également par l'usure synergique des deux précédents mécanismes (ΔW) :

$$W = W_m + W_c + \Delta W \quad (6)$$

L'enjeu de cette approche est de déterminer l'influence de l'usure synergique (ΔW) qui peut soit amplifier la perte de matériau dû au frottement ou, au contraire, limiter l'usure par la présence d'une couche protectrice due à la corrosion.¹³⁴

L'analyse des microstructures des surfaces en contact, communément appelée TTS (Tribological Transformed Structured) permet d'appréhender, en partie, les mécanismes mis en jeu lors du frottement.¹²⁷

I.4.2 Usure des vis implantaires

Les vis implantaires sont le siège de dégradations, d'une part, lors de l'élaboration des prothèses liées aux cycles d'insertion/désinsertion nécessaire à leurs confections, et d'autre part, lors de

la mise en service de la prothèse liées aux sollicitations extérieures responsable de micromouvements au sein de la connexion.

Pour concevoir une prothèse implantaire unitaire, un minimum de 3 cycles de vissage/dévisage est nécessaire entre les étapes cliniques et de laboratoire pour la vis (Tableau I-2). Ce nombre augmente avec le nombre d’éléments prothétiques et d’étapes de laboratoire. Le serrage des pièces est réalisé à l’aide de tournevis manuel qui ne permettent pas de contrôler le couple de serrage. Selon Al Rafee *et al.*³⁵, il semblerait que les cycles de vissage/dévisage n’influence pas la contrainte à la rupture jusqu’à minimum 20 serrages, ce qui laisse supposer que les vis peuvent être réutiliser sans risque.

	Cycles de vissages/dévisage	
	Au niveau de l’implant	Au niveau de la vis implantaire
Chirurgie	Vissage de la vis de couverture Dévisage de la vis de couverture	
	Vissage du pilier de cicatrisation	
Empreinte	Dévisage du pilier de cicatrisation	
	Vissage du transfert d’empreinte	
	Dévisage du transfert d’empreinte	
Laboratoire de prothèse	Vissage du piler de cicatrisation	Réception du pilier implantaire Vissage du pilier sur le modèle de travail Réalisation de l’armature
Essayage armature	Dévisage du pilier de cicatrisation	Dévisage du pilier du modèle de travail
	Vissage du pilier +armature Dévisage du pilier +armature	Vissage du pilier + armature en bouche Dévisage du pilier
	Vissage du piler de cicatrisation	Vissage du pilier sur modèle de travail
Laboratoire de prothèse		Réalisation de la céramique
Essayage esthétique	Dévisage du pilier de cicatrisation	Dévisage du pilier du modèle de travail
	Vissage du pilier + couronne	Vissage du pilier + prothèse en bouche
Mise en place de la prothèse d’usage	Serrage d’usage	Serrage d’usage
Nombre de cycles de vissage/dévisage	6	3

Tableau I-2 Nombre minimum de cycles de vissage/dévisage nécessaire à l’élaboration d’une prothèse unitaire sur implant

Cependant, concernant la valeur de desserrage (soit la force nécessaire pour rompre la précontrainte), plusieurs études ont constaté que la valeur de desserrage diminuait au fur et à mesure des cycles d’insertion/désinsertion.^{34,82,83,135} Le vissage/dévisage serait à l’origine d’une diminution du coefficient de frottement au niveau de la tête de vis, du filetage et de tout élément en contact. Guzaitis *et al.*³⁴ conseillent ainsi, qu’après 10 cycles, une nouvelle vis prothétique soit utilisée pour optimiser le couple de serrage et suggèrent, avec d’autres auteurs, de ne pas utiliser la même vis pour les étapes de confection de la prothèse que pour l’insertion

finale du pilier.^{34,82,83,135} Ce constat peut s'expliquer par la diminution de la rugosité de surface créée par l'usinage qui diminueraient la précontrainte au fur et à mesure des vissages successifs.⁸³ De plus, pour optimiser la valeur de précontrainte, la vis doit être exempte de tout débris si elle a déjà été utilisée. Or, la manipulation des vis entre les essayages en bouche et les travaux de laboratoire entraîne la formation de débris qui peuvent nuire à l'intégrité de la connexion interne de l'implant. Un nettoyage à l'Argon sous forme gazeuse (plasma) est préconisé par certains auteurs mais difficilement applicable en clinique.^{34,83} L'utilisation de vis de laboratoire pour les étapes d'essayage et l'utilisation d'une vis neuve pour le serrage final semblent préférable pour s'assurer de l'absence de débris. Butkevica *et al*¹³⁵, ont constaté que la valeur moyenne du couple de desserrage la plus élevée était observée au premier desserrage. L'utilisation d'une vis neuve au sein d'une connexion qui a subi plusieurs cycles de vissage/dévisage permet d'obtenir une valeur de précontrainte plus élevée.³⁴ Cependant, ces études in-vitro ne considèrent pas l'influence de la mastication sur la connexion implantaire mais uniquement les contraintes liées au serrage/desserrage, leurs résultats doivent donc être pondérés.

L'usure des vis dans le temps a été étudiée par l'équipe d'Al Jabbari *et al*.¹³⁶ qui ont observé l'usure de deux vis d'un même patient sur une même prothèse après 9 et 31 mois de mise en service. Ils ont ainsi mis en évidence que le temps avait un impact sur l'apparition d'usure par adhérence sur les vis. Ce comportement tribologique ne peut être évité et doit être considérée comme une conséquence normale d'une utilisation à long terme.¹³⁶ Selon Patterson et John,¹³⁷ la durée de service « normale » d'une vis implantaire serait d'environ 20 ans. Au-delà, les vis doivent être renouvelée.

L'utilisation d'une vis neuve après dévisage est un sujet controversé auprès des chirurgiens-dentistes, et plus encore lorsque le desserrage apparaît quelques mois seulement après l'insertion de la prothèse. Dans la revue systématique de Theoharidou *et al*.¹⁰⁵ sur le desserrage, il semble que la majorité des échecs mécaniques surviennent la première année de mise en service de la prothèse. Dans ce cas, cette complication pourrait être liée non pas à une sur-contrainte, mais tout simplement à un défaut du couple de serrage, causé par une erreur de la clé dynamométrique. La vis peut alors présenter une faible dégradation, provoquée uniquement par le vissage/dévisage. Les études d'Al Rafee *et al*.³⁵ et Guzaitis *et al*.³⁴ ont souligné que les vis pouvaient subir jusqu'à 10 cycles de serrage/desserrage. Après vérification de l'absence de problèmes d'occlusion et d'inadaptation des éléments prothétiques qui sont les principales sources de sur-contraintes dans la connexion, la vis pourrait ainsi être réutilisée.

Des précautions sont tout de même nécessaires avant de réutiliser une vis. La présence de rayures qui influence négativement la précontrainte peuvent conduire à un risque plus élevé d'échec par propagation des fissures.³⁰ L'accent doit être mis sur : l'analyse de l'occlusion, l'absence de défaut d'ajustage entre les différents éléments (notamment en rotation), l'absence de dégradation sur la vis et les autres composants, ainsi que le temps écoulé entre le vissage et le dévissage. Il semble plus raisonnable de limiter la réutilisation des vis aux prothèses scellées avec connexion interne, qui grâce à leur meilleure répartition des contraintes, limitent le risque de dégradation au niveau des vis. Le revissage doit alors être effectué à l'aide d'une clé dynamométrique ré-étalonnée pour éviter tout risque de défaut de couple de serrage.

Dans toutes les autres situations, l'utilisation d'une vis neuve semble être une option plus sûre^{31,135}. Des études supplémentaires sont tout de même nécessaires pour conclure sur des recommandations plus spécifiques. En effet, peu d'études se sont intéressées à l'effet des cycles de vissage/dévissage sur l'usure de la connexion implantaire et aucune en situation clinique.

L'analyse des vis fracturées, menée par Yokoyama *et al.*,¹³⁸ met en évidence que ces dernières sont toujours associées à la présence de fissures ou d'autres défauts préalables. La déformation plastique qui se produit lors du serrage de la vis ne crée pas immédiatement des fissures, mais se produisent peu de temps après l'insertion, au cours du processus de relaxation des contraintes dans la vis. La fracture par fatigue est donc causée suite à l'accumulation de charges répétées.⁸³ Une fracture de la vis met ainsi en évidence un problème dans la conception de la prothèse responsable d'une sur-contrainte : défaut d'occlusion, défauts d'ajustage et/ou défauts dans les matériaux eux-mêmes (défaut d'usinage, présence d'impureté, etc.). Dans cette situation, l'utilisation d'une vis neuve, accompagnée d'un nouveau pilier et/ou d'une nouvelle prothèse sont donc à envisager en fonction du contexte clinique.

Pour limiter le risque d'échec au niveau de la vis, deux axes d'amélioration sont à envisager : amélioration de l'état de surface ou modification de la géométrie de la partie supérieure de la vis.¹³⁹ Cependant, la vis qui représente l'élément le plus fragile d'une connexion implantaire, est également l'élément le plus facile et le moins onéreux à changer.¹¹ Renforcer les vis pour éviter leur usure ou fracture pourrait avoir des conséquences contre-productives sur l'usure des piliers ou même des implants. Les perspectives de recherche au niveau des vis ne doivent pas supplanter la résistance des autres composants.

I.4.3 Usure des implants et des piliers

L'usure des implants et des piliers ne fait quasiment pas l'objet d'études dans la littérature. Pourtant ces éléments sont aussi susceptibles de présenter des dégradations liées aux cycles de serrage/desserrage et après leur mise en service.

Plusieurs familles de matériaux sont utilisées dans les connexions implantaïres aux caractéristiques mécaniques différentes (Tableau I-3). Actuellement, les plus fréquemment rencontrés sont le titane pur (Ti, grade 4), le titane allié (Ti-6Al-4V, grade 5) et la zircone yttrée (Y-TZP). L'utilisation de ces matériaux varie en fonction de leurs propriétés esthétiques principalement mais leur comportement au sein de la connexion dans le temps est pour l'instant peu étudié. Cependant, les fabricants d'implants garantissent généralement les travaux avec piliers implantaïres en titane à vie, contre une garantie de 5 ans avec les piliers à base de zircone.¹ De plus, des échecs par fracture sont fréquemment décrits dans la littérature avec les piliers ou implants en zircone.¹⁴⁰ L'utilisation de ces matériaux nécessitent des études complémentaires pour comprendre les endommagements qui ont lieu dans la connexion implantaïre.

Caractéristiques physico-mécaniques	Ti	Ti-6Al-4V	Y-TZP
Module d'élasticité (GPa) ¹⁴¹	100-105	114-117	205
Résistance à la compression (MPa) ¹⁴¹	130-170	848-1080	2000
Résistance à la traction (MPa) ¹⁴¹	240-360	862-1200	∅
Dureté Vickers (HV) ¹⁴¹	280	396	1350

Tableau I-3 Principales caractéristiques mécaniques des matériaux utilisés dans une connexion implantaïre

Shemtov *et al.*¹⁴² ont observé l'usure de plus de 100 implants récupérés dans la cavité buccale en raison d'une péri-implantite. Plus de la majorité des implants (60%) présentaient des défauts avec présences des fissures (Figure I-26). Ces défauts étaient plus présents dans les implants en titane pur (grade 4) que dans les implants en alliage de titane (Ti-6Al-4V, grade 5). Ce constat suggère que les implants en titane allié sont moins sensibles aux phénomènes d'endommagements que les implants en titane pur. Cela s'explique par les caractéristiques mécaniques supérieures du titane allié. Cependant, cette étude ne s'est intéressée qu'aux dégradations sur la face extérieure en contact avec l'os et non à la connexion implantaïre. Des

études complémentaires sont donc nécessaires pour comprendre les endommagements qui ont lieu au sein de la connexion.

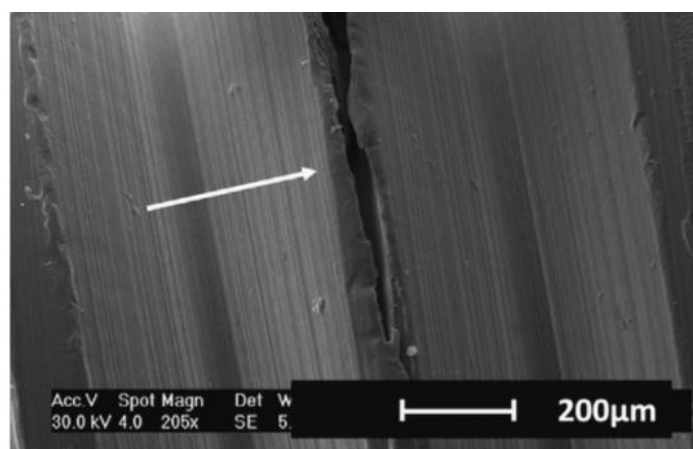


Figure I-26 Image de Microscopie Électronique à Balayage montrant de la présence d'une fissure sur un implant ex-vivo (Shemtov-Yona et al.¹⁴⁸)

Le nombre de cycles de vissage/dévisage affecte la précontrainte, suite à une usure de la vis, mais l'implant qui est encore plus sujet au cycle de vissage/dévisage (Tableau I-2) pourrait également en être affecté. La connexion implantaïre est sujette au vieillissement. Contrairement aux vis et aux piliers, les implants sont difficilement interchangeables et la possibilité de mélanger des composants neufs aux composants anciens doit se poser. Les défauts d'ajustage au sein de la connexion implantaïre entraîne une diminution de la précontrainte, l'utilisation d'un implant usé avec des composants neufs pourraient alors être à l'origine de défauts d'ajustage.^{80,143-147}

I.5 Ce qu'il faut retenir

L'assemblage du complexe implantaire est réalisé par l'intermédiaire de la précontrainte qui s'exerce au sein de la vis lors du serrage. Elle résulte de sa mise en tension et des forces de compressions qui s'exercent entre les différents composants implantaires.

Pour optimiser la précontrainte, le couple de serrage donnée par le fabricant doit être respecté et appliqué à l'aide d'une clé dynamométrique régulièrement calibrée. L'ajustage des composants implantaires doit éviter toute malposition par rotation. Le réglage de l'occlusion doit être centré sur l'axe principal de l'implant pour éviter tout « porte-à-faux ». Les implants à connexion interne de type « cône morse » et les prothèses scellées, répartissent mieux les contraintes dans la connexion implantaire et sont à favoriser dans les situations cliniques présentant des sur-contraintes.

L'utilisation d'une vis neuve pour le serrage d'usage est recommandée, ou doit être exempte de tout débris pour ne pas nuire à la connexion interne de l'implant et assurer une meilleure valeur de précontrainte.

La vis est l'élément le plus fragile de la connexion implantaire et fait l'objet de la majorité des complications thérapeutiques. Elle subit des déformations plastiques lors du serrage et du desserrage. La réutilisation de la vis après desserrage semble possible en fonction du contexte clinique.

L'ensemble des composants implantaires présentent des signes d'usure lors des cycles d'insertion/désinsertion qui affectent la précontrainte et, dans le temps par tribocorrosion.

L'objectif de ce travail est de se focaliser sur deux types d'endommagement :

- **Ceux liés aux cycles de vissage/dévissage**, étapes indispensables à la réalisation d'une prothèse sur implant afin d'étudier leur impact sur la connexion implantaire ;
- **Ceux observés suite à la mise en service de la prothèse**, par l'intermédiaire d'une étude par fretting-corrosion, pour simuler **l'usure de la connexion dans le temps**

Bibliographie :

5. Branemark P-I. Osseointegration and its experimental background. *J Prosthet Dent.* 1983;50:399–410.
6. Brånemark P-I, Zarb GA, Albrektsson T. Tissue-integrated prostheses: Osseointegration in clinical dentistry. *J Prosthet Dent.* 1985;54:611–2.
7. Branemark R, Bahuaud J, Bertrand M. L'Ostéointégration : un nouveau concept chirurgical dans la réhabilitation des amputés. *E-Mém Académie Natl Chir.* 2006;5:36–40.
11. Möllersten L, Lockowandt P, Lindén L-Å. Comparison of strength and failure mode of seven implant systems: An in vitro test. *J Prosthet Dent.* 1997;78:582–91.
12. Morsch CS, Rafael CF, Dumes JFM, Juanito GMP, de Souza JGO, Bianchini MA. Failure of prosthetic screws on 971 implants. *Braz J Oral Sci.* 2015;14:195–8.
13. Martin WC, Woody RD, Miller BH, Miller AW. Implant abutment screw rotations and preloads for four different screw materials and surfaces. *J Prosthet Dent.* 2001;86:24–32.
14. Stüker RA, Teixeira ER, Beck JCP, Costa NP da. Preload and torque removal evaluation of three different abutment screws for single standing implant restorations. *J Appl Oral Sci.* 2008;16:55–8.
15. Hernigou P, Queinsec S, Flouzat Lachaniette CH. One hundred and fifty years of history of the Morse taper: from Stephen A. Morse in 1864 to complications related to modularity in hip arthroplasty. *Int Orthop.* 2013;37:2081–8.
17. Dhingra A, Weiner S, Luke AC, Ricci JL. Analysis of Dimensional Changes in the Screw and the Surface Topography at the Interface of a Titanium Screw and a Zirconia Abutment Under Cyclic Loading: An In Vitro Study. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2013;28:661–9.
18. Guillot J. Calcul des assemblages vissés - Assemblages chargés axialement. *Tech Ing.* 2007.
19. Seong Kyun K, Jai Young K, Seong Joo H, Taylor TD, Sook R, Su Young L. Screw Loosening with Interchangeable Abutments in Internally Connected Implants After Cyclic Loading. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2012;27:42–7.
20. Elias CN, Figueira DC, Rios PR. Influence of the coating material on the loosening of dental implant abutment screw joints. *Mater Sci Eng C.* 2006;26:1361–6.
21. Bulaqi HA, Mousavi Mashhadi M, Geramipanah F, Safari H, Paknejad M. Effect of the coefficient of friction and tightening speed on the preload induced at the dental implant complex with the finite element method. *J Prosthet Dent.* 2015;113:405–11.
22. Britton-Vidal E, Baker P, Mettenburg D, Pannu DS, Looney SW, Londono J, et al. Accuracy and precision of as-received implant torque wrenches. *J Prosthet Dent.* 2014;112:811–6.
23. Hebel KS, Gajjar RC. Cement-retained versus screw-retained implant restorations: Achieving optimal occlusion and esthetics in implant dentistry. *J Prosthet Dent.* 1997;77:28–35.
25. Millet Y. Corrosion du titane et de ses alliages. *Tech Ing.* 2012.
26. Fleck Neumann EA, Villar CC, Gomes Franca FM. Fracture resistance of abutment screws made of titanium, polyetheretherketone, and carbon fiber-reinforced polyetheretherketone. *Braz Oral Res.* 2014;28:369–73.
27. Schwitalla AD, Abou-Emara M, Zimmermann T, Spintig T, Beuer F, Lackmann J, et al. The applicability of PEEK-based abutment screws. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;63:244–51.
28. Frêne J, Zaïdi H. Introduction à la tribologie. 2011;17.

29. Xie Y, Zhou J, Wei Q, Yu ZM, Luo H, Zhou B, et al. Improving the long-term stability of Ti6Al4V abutment screw by coating micro/nano-crystalline diamond films. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;63:174–82.
30. Choe HC, Lee CH, Jeong YH, Ko YM, Son MK, Chung CH. Fatigue Fracture of Implant System Using TiN and WC Coated Abutment Screw. *Procedia Eng.* 2011;10:680–5.
31. Anchieta RB, Machado LS, Bonfante EA, Hirata R, Freitas AC, Coelho PG. Effect of Abutment Screw Surface Treatment on Reliability of Implant-Supported Crowns. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2014;29:585–92.
32. Bacchi A, Paludo L, Ferraz Mesquita M, Schuh C, Federizzi L, Oro Spazzin A. Loosening torque of prosthetic screws in metal–ceramic or metal–acrylic resin implant-supported dentures with different misfit levels. *J Biomech.* 2013;46:1358–62.
33. Jeong Y-H, Lee C-H, Chung C-H, Son M-K, Choe H-C. Effects of TiN and WC coating on the fatigue characteristics of dental implant. *Surf Coat Technol.* 2014;243:71–81.
34. Guzaitis KL, Knoernschild KL, Viana MAG. Effect of repeated screw joint closing and opening cycles on implant prosthetic screw reverse torque and implant and screw thread morphology. *J Prosthet Dent.* 2011;106:159–69.
35. Al Rafee MA, Nagy WW, Fournelle RA, Dhuru VB, Tzenakis GK, Pechous CE. The effect of repeated torque on the ultimate tensile strength of slotted gold prosthetic screws. *J Prosthet Dent.* 2002;88:176–82.
36. Dibart S, Warbington M, Su MF, Skobe Z. In vitro evaluation of the implant-abutment bacterial seal: the locking taper system. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2005;20:732–7.
37. Bacchi A, Regalin A, Brillhante Bhering CL, Alessandretti R, Spazzin AO. Loosening torque of Universal Abutment screws after cyclic loading: influence of tightening technique and screw coating. *J Adv Prosthodont.* 2015;7:375–9.
38. Eliasson A, Eriksson T, Johansson A, Wennerberg A. Fixed Partial Protheses Supported by 2 or 3 Implants: A Retrospective Study up to 18 Years. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2006;21:567–74.
39. Jemt T, Pettersson P. A 3-year follow-up study on single implant treatment. *J Dent.* 1993;21:203–8.
40. Konstantinidis IK, Jacoby S, Rädcl M, Böning K. Prospective evaluation of zirconia based tooth- and implant-supported fixed dental protheses: 3-Year results. *J Dent.* 2015;43:87–93.
41. Loza-Herrero MA, Rivas-Tumanyan S, Morou-Bermudez E. Success and complications of implant-retained protheses provided by the Post-Doctoral Prosthodontics Program, University of Puerto Rico: A cross-sectional study. *J Prosthet Dent.* 2015;114:637–43.
42. Naert I, Quirynen M, van Steenberghe D, Darius P. A six-year prosthodontic study of 509 consecutively inserted implants for the treatment of partial edentulism. *J Prosthet Dent.* 1992;67:236–45.
43. Naert I, Quirynen M, Steenberghe D van, Darius P. A study of 589 consecutive implants supporting complete fixed protheses. Part II: Prosthetic aspects. *J Prosthet Dent.* 1992;68:949–56.
44. Norton MR. Biologic and Mechanical Stability of Single-Tooth Implants: 4- to 7-Year Follow-up. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2001;3:214.
45. Parein AM, Eckert SE, Wollan PC, Keller EE. Implant reconstruction in the posterior mandible: A long-term retrospective study. *J Prosthet Dent.* 1997;78:34–42.
46. Priest G, Smith J, Wilson MG. Implant survival and prosthetic complications of mandibular metal-acrylic resin implant complete fixed dental protheses. *J Prosthet Dent.* 2014;111:466–75.

47. Romeo E, Storelli S. Systematic review of the survival rate and the biological, technical, and aesthetic complications of fixed dental prostheses with cantilevers on implants reported in longitudinal studies with a mean of 5 years follow-up. *Clin Oral Implants Res.* 2012;23:39–49.
48. Wittneben J-G, Buser D, Salvi GE, Bürgin W, Hicklin S, Brägger U. Complication and Failure Rates with Implant-Supported Fixed Dental Prostheses and Single Crowns: A 10-Year Retrospective Study. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2014;16:356–64.
49. Salinas T, Eckert S. Implant-Supported Single Crowns Predictably Survive to Five Years with Limited Complications. *J Evid Based Dent Pract.* 2010;10:56–7.
50. Chang C-L, Lu H-K, Ou K-L, Su P-Y, Chen C-M. Fractographic analysis of fractured dental implant components. *J Dent Sci.* 2013;8:8–14.
51. Barbosa GS, Silva-Neto JP da, Simamoto-Júnior PC, Neves FD das, Mattos M da GC de, Ribeiro RF. Evaluation of screw loosening on new abutment screws and after successive tightening. *Braz Dent J.* 2011;22:51–5.
52. Ban Fui T, Tan KB, Nicholls JI. Critical Bending Moment of Implant-Abutment Screw Joint Interfaces: Effect of Torque Levels and Implant Diameter. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2004;19:648–58.
53. Nergiz I, Schmage P, Shahin R. Removal of a fractured implant abutment screw: A clinical report. *J Prosthet Dent.* 2004;91:513–7.
54. Walia MS, Arora S, Luthra R, Walia PK. Removal of Fractured Dental Implant Screw Using a New Technique: A Case Report. *J Oral Implantol.* 2012;38:747–50.
55. Nguyen HQ, Tan KB, Nicholls JI. Load Fatigue Performance of Implant-Ceramic Abutment Combinations. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2009;24:636–46.
56. Liaw K, Delfini RH, Abrahams JJ. Dental Implant Complications. *Semin Ultrasound CT MRI.* 2015;36:427–33.
57. Lee J, Kim Y-S, Kim C-W, Han J-S. Wave analysis of implant screw loosening using an air cylindrical cyclic loading device. *J Prosthet Dent.* 2002;88:402–8.
58. Alkan I, Sertgöz A, Ekici B. Influence of occlusal forces on stress distribution in preloaded dental implant screws. *J Prosthet Dent.* 2004;91:319–25.
59. Silva GC, Cornacchia TM, de Magalhães CS, Bueno AC, Moreira AN. Biomechanical evaluation of screw- and cement-retained implant-supported prostheses: A nonlinear finite element analysis. *J Prosthet Dent.* 2014;112:1479–88.
60. Mitrani R, Nicholls JI, Phillips KM, Ma T. Accuracy of electronic implant torque controllers following time in clinical service. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2001;16:394–9.
61. Gutierrez J, Nicholls JI, Libman WJ, Butson TJ. Accuracy of the implant torque wrench following time in clinical service. *Int J Prosthodont.* 1997;10:562–7.
62. Bulaqi HA, Mousavi Mashhadi M, Safari H, Samandari MM, Geramipannah F. Dynamic nature of abutment screw retightening: finite element study of the effect of retightening on the settling effect. *J Prosthet Dent.* 2015;113:412–9.
63. Rodrigues Neto DJ, Cerutti-Kopplin D, do Valle AL, Pereira JR. A method of assessing the effectiveness of the friction fit interface by measuring reverse torque. *J Prosthet Dent.* 2014 Oct;112(4):839–42.
64. Almeida EO, Freitas Jr AC, Bonfante EA, Marotta L, Silva NRFA, Coelho PG. Mechanical Testing of Implant-Supported Anterior Crowns with Different Implant/Abutment Connections. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2013;28:103–8.
65. Michalakakis KX, Calvani P (Lino), Muftu S, Pissiotis A, Hiroshi Hirayama. The Effect of Different Implant-Abutment Connections on Screw Joint Stability. *J Oral Implantol.* 2014;40:146–52.

66. Freitas AC, Bonfante EA, Martins LM, Silva NRFA, Marotta L, Coelho PG. Reliability and failure modes of anterior single-unit implant-supported restorations. *Clin Oral Implants Res.* 2012;23:1005–11.
67. Dogus SM, Kurtz KS, Watanabe I, Griggs JA. Effect of Engaging Abutment Position in Implant-Borne, Screw-Retained Three-Unit Fixed Cantilevered Prostheses. *J Prosthodont.* 2011;20:348–54.
68. Conrad HJ, Schulte JK, Vallee MC. Fractures related to occlusal overload with single posterior implants: A clinical report. *J Prosthet Dent.* 2008;99:251–6.
69. Zarone F, Sorrentino R, Traini T, Di Iorio D, Caputi S. Fracture resistance of implant-supported screw- versus cement-retained porcelain fused to metal single crowns: SEM fractographic analysis. *Dent Mater.* 2007;23:296–301.
70. Torrado E, Ercoli C, Mardini MA, Graser GN, Tallents RH, Cordaro L. A comparison of the porcelain fracture resistance of screw-retained and cement-retained implant-supported metal-ceramic crowns. *J Prosthet Dent.* 2004;91:532–7.
71. Yilmaz B, L'Homme-Langlois E, Beck FM, McGlumphy E. Effect of long-term steam autoclaving on changes in torque delivery of spring- and friction-type torque wrenches. *J Prosthet Dent.* 2016;115:718–21.
72. Dailey B, Jordan L, Blind O, Tavernier B. Axial displacement of abutments into implants and implant replicas, with the tapered cone-screw internal connection, as a function of tightening torque. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2009;24:251–6.
73. Al Jabbari YS, Fournelle R, Ziebert G, Toth J, Iacopino AM. Mechanical behavior and failure analysis of prosthetic retaining screws after long-term use in vivo. Part 1: Characterization of adhesive wear and structure of retaining screws. *J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont.* 2008;17:168–80.
74. Siamos G, Winkler S, Boberick KG. Relationship between implant preload and screw loosening on implant-supported prostheses. *J Oral Implantol.* 2002;28:67–73.
75. Krishnan V, Tony Thomas C, Sabu I. Management of abutment screw loosening: review of literature and report of a case. *J Indian Prosthodont Soc.* 2014;14:208–14.
76. Farina AP, Spazzin AO, Consani RLX, Mesquita MF. Screw joint stability after the application of retorque in implant-supported dentures under simulated masticatory conditions. *J Prosthet Dent.* 2014;111:499–504.
77. Shin Y-G, Kim S-Y, Lee H-K, Jeong C-M, Lee S-H, Huh J-B. Effect of Double Screw on Abutment Screw Loosening in Single-Implant Prostheses. *Int J Prosthodont.* 2016;29:445–7.
78. Winkler S, Ring K, Ring JD, Boberick KG. Implant screw mechanics and the settling effect: overview. *J Oral Implantol.* 2003;29:242–5.
79. Haas R, Mensdorff-Pouilly N, Mailath G, Watzek G. Branemark single tooth implants: A preliminary report of 76 implants. *J Prosthet Dent.* 1995;73:274–9.
80. Tsuge T, Hagiwara Y, Matsumura H. Marginal Fit and Microgaps of Implant-abutment Interface with Internal Anti-rotation Configuration. *Dent Mater J.* 2008;27:29–34.
81. Assunção WG, Barão VAR, Delben JA, Gomes ÉA, Garcia Jr. IR. Effect of unilateral misfit on preload of retention screws of implant-supported prostheses submitted to mechanical cycling. *J Prosthodont Res.* 2011;55:12–8.
82. Tzenakis GK, Nagy WW, Fournelle RA, Dhuru VB. The effect of repeated torque and salivary contamination on the preload of slotted gold implant prosthetic screws. *J Prosthet Dent.* 2002;88:183–91.
83. Micarelli C, Canullo L, Baldissara P, Clementini M. Implant Abutment Screw Reverse Torque Values Before and After Plasma Cleaning. *Int J Prosthodont.* 2013;26:331–3.

84. Sakaguchi RL, Borgersen SE. Nonlinear contact analysis of preload in dental implant screws. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 1995;10:295–302.
85. Nejer Al-Otaibi H, Fadul Akeel R. The Effects of Two Torque Values on the Screw Preload of Implant-Supported Prosthesis with Passive Fit or Misfit. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2014;29:1058–63.
86. Rosentritt M, Hagemann A, Hahnel S, Behr M, Preis V. In vitro performance of zirconia and titanium implant/abutment systems for anterior application. *J Dent*. 2014;42:1019–26.
87. Jaarda MJ, Razzoog ME, Gratton DG. Ultimate tensile strength of five interchangeable prosthetic retaining screws. *Implant Dent*. 1996;5:16–9.
88. Jaarda MJ, Razzoog ME, Gratton DG. Geometric comparison of five interchangeable implant prosthetic retaining screws. *J Prosthet Dent*. 1995;74:373–9.
89. Al Jabbari YS, Fournelle R, Ziebert G, Toth J, Iacopino AM. Mechanical behavior and failure analysis of prosthetic retaining screws after long-term use in vivo. Part 4: Failure analysis of 10 fractured retaining screws retrieved from three patients. *J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont*. 2008;17:201–10.
90. Binon PP. The Effect of Implant/Abutment Hexagonal Misfit on Screw Joint Stability. *Int J Prosthodont*. 1996;9:149–60.
91. Binon PP, McHugh MJ. The effect of eliminating implant/abutment rotational misfit on screw joint stability. *Int J Prosthodont*. 1996;9:511–9.
92. Sananez A, Lefebvre C, Looney S, Baker P, Mettenburg D, Rueggeberg FA. In vitro mechanical analysis of complete-arch mandibular implant-supported fixed prostheses abutment screws after cyclic loading. *J Prosthet Dent*. 2015;113:432–9.
93. Alqahtani F, Flinton R. Postfatigue fracture resistance of modified prefabricated zirconia implant abutments. *J Prosthet Dent*. 2014;112:299–305.
94. Torcato LB, Pellizzer EP, Verri FR, Falcón-Antenucci RM, Santiago Júnior JF, de Faria Almeida DA. Influence of parafunctional loading and prosthetic connection on stress distribution: A 3D finite element analysis. *J Prosthet Dent*. 2015;114:644–51.
95. Khraisat A, Abu-Hammad O, Al-Kayed AM, Dar-Odeh N. Stability of the Implant/Abutment Joint in a Single-Tooth External-Hexagon Implant System: Clinical and Mechanical Review. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2004;6:222–9.
96. Cibirka RM, Nelson SK, Lang BR, Rueggeberg FA. Examination of the implant—abutment interface after fatigue testing. *J Prosthet Dent*. 2001;85:268–75.
97. Sui X, Wei H, Wang D, Han Y, Deng J, Wang Y, et al. Experimental research on the relationship between fit accuracy and fracture resistance of zirconia abutments. *J Dent*. 2014;42:1353–9.
98. Schmitt CM, Nogueira-Filho G, Tenenbaum HC, Lai JY, Brito C, Döring H, et al. Performance of conical abutment (Morse Taper) connection implants: a systematic review. *J Biomed Mater Res A*. 2014;102:552–74.
99. Sahin C, Ayyildiz S. Correlation between microleakage and screw loosening at implant-abutment connection. *J Adv Prosthodont*. 2014;6:35–8.
100. Freitas Jr AC, Bonfante EA, Rocha EP, Silva NRFA, Marotta L, Coelho PG. Effect of implant connection and restoration design (screwed vs. cemented) in reliability and failure modes of anterior crowns. *Eur J Oral Sci*. 2011;119:323–30.
101. Freitas-Júnior AC, Rocha EP, Bonfante EA, Almeida EO, Anchieta RB, Martini AP, et al. Biomechanical evaluation of internal and external hexagon platform switched implant-abutment connections: An in vitro laboratory and three-dimensional finite element analysis. *Dent Mater*. 2012;28:e218–28.

102. Khraisat A, Stegaroiu R, Nomura S, Miyakawa O. Fatigue resistance of two implant/abutment joint designs. *J Prosthet Dent.* 2002;88:604–10.
103. Asvanund P, Morgano SM. Photoelastic stress analysis of external versus internal implant-abutment connections. *J Prosthet Dent.* 2011;106:266–71.
104. Coray R, Zeltner M, Özcan M. Fracture strength of implant abutments after fatigue testing: A systematic review and a meta-analysis. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2016;62:333–46.
105. Theoharidou A, Petridis HP, Tzannas K, Garefis P. Abutment screw loosening in single-implant restorations: a systematic review. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2008;23:681–90.
106. Seetoh YL, Tan KB, Chua EK, Quek HC, Nicholls JI. Load Fatigue Performance of Conical Implant-Abutment Connections. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2011 Aug;26(4):797–806.
107. Delben JA, Barão VAR, Ferreira MB, da Silva NRFA, Thompson VP, Assunção WG. Influence of abutment-to-fixture design on reliability and failure mode of all-ceramic crown systems. *Dent Mater.* 2014;30:408–16.
108. Protopapadaki M, Monaco Jr. EA, Kim H-I, Davis EL. Comparison of fracture resistance of pressable metal ceramic custom implant abutment with a commercially fabricated CAD/CAM zirconia implant abutment. *J Prosthet Dent.* 2013;110:389–96.
109. Sailer I, Mühlemann S, Zwahlen M, Hämmerle CHF, Schneider D. Cemented and screw-retained implant reconstructions: a systematic review of the survival and complication rates. *Clin Oral Implants Res.* 2012;23:163–201.
110. Jemt T. Modified single and short-span restorations supported by osseointegrated fixtures in the partially edentulous jaw. *J Prosthet Dent.* 1986;55:243–7.
111. Vieira AC, Ribeiro AR, Rocha LA, Celis JP. Influence of pH and corrosion inhibitors on the tribocorrosion of titanium in artificial saliva. *Wear.* 2006;261:994–1001.
112. Gratton DG, Aquilino SA, Stanford CM. Micromotion and dynamic fatigue properties of the dental implant–abutment interface. *J Prosthet Dent.* 2001;85:47–52.
113. Mathew MT, Kerwell S, Lundberg HJ, Sukotjo C, Mercuri LG. Tribocorrosion and oral and maxillofacial surgical devices. *Br J Oral Maxillofac Surg.* 2014;52:396–400.
114. Ponthiaux P, Wenger F, Richard C. Tribocorrosion. *Tech Ing.* 2017.
115. Souza JCM, Barbosa SL, Ariza E, Celis J-P, Rocha LA. Simultaneous degradation by corrosion and wear of titanium in artificial saliva containing fluorides. *Wear.* 2012;292–293:82–8.
116. Apaza-Bedoya K, Tarce M, Benfatti C a. M, Henriques B, Mathew MT, Teughels W, et al. Synergistic interactions between corrosion and wear at titanium-based dental implant connections: A scoping review. *J Periodontal Res.* 2017.
117. Revathi A, Borrás AD, Muñoz AI, Richard C, Manivasagam G. Degradation mechanisms and future challenges of titanium and its alloys for dental implant applications in oral environment. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017;76:1354–68.
118. Rodrigues DC, Valderrama P, Wilson TG, Palmer K, Thomas A, Sridhar S, et al. Titanium Corrosion Mechanisms in the Oral Environment: A Retrieval Study. *Mater Basel Switz.* 2013;6:5258–74.
119. Mischler S. Triboelectrochemical techniques and interpretation methods in tribocorrosion: A comparative evaluation. *Tribol Int.* 2008;41:573–83.
120. Mischler S, Rosset E, Stachowiak GW, Landolt D. Effect of sulphuric acid concentration on the rate of tribocorrosion of iron. *Wear.* 1993;167:101–8.
121. Mischler S, Rosset EA, Landolt D. Effect of Corrosion on the Wear Behavior of Passivating Metals in Aqueous Solutions. In: Dowson D, Taylor CM, Childs THC, Godet M, Dalmaz G, editors. *Tribology Series.* Elsevier; 1993. p. 245–53.

122. Mischler S, Munoz AI. Tribocorrosion. In: Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering. Elsevier; 2018.
123. Mischler S, Ponthiaux P. A round robin on combined electrochemical and friction tests on alumina/stainless steel contacts in sulphuric acid. *Wear*. 2001;248:211–25.
124. Celis J-P, Ponthiaux P, Wenger F. Tribo-corrosion of materials: Interplay between chemical, electrochemical, and mechanical reactivity of surfaces. *Wear*. 2006;261:939–46.
125. Ponthiaux P, Wenger F, Drees D, Celis JP. Electrochemical techniques for studying tribocorrosion processes. *Wear*. 2004;256:459–68.
126. Fouvry S, Kapsa P, Vincent L. Quantification of fretting damage. *Wear*. 1996;200:186–205.
127. Fouvry S, Kapsa P, Vincent L. Analysis of sliding behaviour for fretting loadings: determination of transition criteria. *Wear*. 1995;185:35–46.
128. Fouvry S, Kapsa P, Zahouani H, Vincent L. Wear analysis in fretting of hard coatings through a dissipated energy concept. *Wear*. 1997;203–204:393–403.
129. Fouvry S, Liskiewicz T, Kapsa P, Hannel S, Sauger E. An energy description of wear mechanisms and its applications to oscillating sliding contacts. *Wear*. 2003;255:287–98.
130. Fouvry S, Paulin C, Liskiewicz T. Application of an energy wear approach to quantify fretting contact durability: Introduction of a wear energy capacity concept. *Tribol Int*. 2007;40:1428–40.
131. Fouvry S, Kapsa P. An energy description of hard coating wear mechanisms. *Surf Coat Technol*. 2001;138:141–8.
132. Geringer J, Kim K, Pellier J, Macdonald DD. Fretting corrosion processes and wear mechanisms in medical implants. In: Yan Y, editor. *Bio-Tribocorrosion in Biomaterials and Medical Implants*. Woodhead Publishing; 2013. p. 45–73.
133. Mathew MT, Barão VA, Yuan JC-C, Assunção WG, Sukotjo C, Wimmer MA. What is the role of lipopolysaccharide on the tribocorrosive behavior of titanium? *J Mech Behav Biomed Mater*. 2012;8:71–85.
134. Cruz HV, Souza JCM, Henriques M, Rocha LA. Tribocorrosion and Bio-Tribocorrosion in the Oral Environment: The Case of Dental Implants. In: *Biomedical tribology*. Nova Science Publishers. 2011.
135. Butkevica A, Nathanson D, Pober R, Strating H. Measurements of Repeated Tightening and Loosening Torque of Seven Different Implant/Abutment Connection Designs and Their Modifications: An In Vitro Study. *J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont*. 2016.
136. Al Jabbari YS, Fournelle RA, Zinelis S, Iacopino AM. Biotribological Behavior of Two Retrieved Implant Abutment Screws after Long-Term Use In Vivo. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2012;27:1474–80.
137. Patterson EA, Johns RB. Theoretical analysis of the fatigue life of fixture screws in osseointegrated dental implants. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 1991 1992;7:26–33.
138. Yokoyama K, Ichikawa T, Murakami H, Miyamoto Y, Asaoka K. Fracture mechanisms of retrieved titanium screw thread in dental implant. *Biomaterials*. 2002;23:2459–65.
139. Hernandez-Rodriguez MAL, Contreras-Hernandez GR, Juarez-Hernandez A, Beltran-Ramirez B, Garcia-Sanchez E. Failure analysis in a dental implant. *Eng Fail Anal*. 2015;57:236–42.
140. Chang J-S, Ji W, Choi C-H, Kim S. Catastrophic failure of a monolithic zirconia prosthesis. *J Prosthet Dent*. 2015;113:86–90.
142. Shemtov-Yona K, Rittel D. On the mechanical integrity of retrieved dental implants. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015;49:290–9.

143. Pereira J, Morsch CS, Henriques B, Nascimento RM, Benfatti CA, Silva FS, et al. Removal Torque and Biofilm Accumulation at Two Dental Implant-Abutment Joints After Fatigue. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2016;31:813–9.
144. Lopes PA, Carreiro AFP, Nascimento RM, Vahey BR, Henriques B, Souza JCM. Physicochemical and microscopic characterization of implant-abutment joints. *Eur J Dent*. 2018;12:100–4.
145. El Haddad E, Gianni AB, Mancini GE, Cura F, Carinci F. Implant-abutment leaking of replace conical connection nobel biocare® implant system. An in vitro study of the microbiological penetration from external environment to implant-abutment space. *ORAL Implantol*. 2016;9:76–82.
146. Teixeira W, Ribeiro RF, Sato S, Pedrazzi V. Microleakage into and from two-stage implants: an in vitro comparative study. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2011;26:56–62.
147. Piattelli A, Scarano A, Paolantonio M, Assenza B, Leghissa GC, Di Bonaventura G, et al. Fluids and microbial penetration in the internal part of cement-retained versus screw-retained implant-abutment connections. *J Periodontol*. 2001;72:1146–50.
148. Shemtov-Yona K, Rittel D. On the mechanical integrity of retrieved dental implants. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015;49:290–9.
 - a. Branemark R, Bahuaud J, Bertrand M. L'Ostéointégration : un nouveau concept chirurgical dans la réhabilitation des amputés. 2006;5.
 - b. Archien C, Begin M, Thepin J-C, Unger F. Dictionnaire de prothèse odontologique. 1^{er} édition. SNPMD ; 2004.
 - c. ZouitenO, Abitol J. La péri-implantite : définitions, prévalence, diagnostic. *Fil dent*. 2013 ;85 :14-5.
 - d. Landwerlin O. Cas clinique de couronnes sur piliers implantaïres CFAO CAD/CAM. 2013 ;4 :26-9.

Webographie :

1. Implants dentsply web [Internet]. [cited 2018 Sep 12]. Available from: <https://www.dentsplysirona.com/>
2. implants biomet 3i zimmer [Internet]. [cited 2018 Sep 12]. Available from: <https://www.zimmerbiometdental.com/>
3. implants Nobel Biocare [Internet]. [cited 2018 Sep 12]. Available from: <https://www.nobelbiocare.com/fr/fr/home/products-and-solutions.html>
4. Implants straumann [Internet]. [cited 2018 Sep 12]. Available from: <https://www.straumann.com/>
8. Implants dentaires: souriez, vous pouvez réduire la facture [Internet]. 2015 [cited 2018 Sep 12]. Available from: http://leparticulier.lefigaro.fr/jcms/p1_1585350/implants-dentaires-souriez-vous-pouvez-reduire-la-facture
9. European Patent Office. Les Européens fixent une norme d'excellence pour le marché des implants dentaires dans le monde [Internet]. [cited 2018 Aug 3]. Available from: http://www.epo.org/learning-events/european-inventor/finalists/2011/branemark/impact_fr.html
10. Dental Implants Market Size, Share, Growth | Industry Report 2018-2024 [Internet]. [cited 2018 Sep 12]. Available from: <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/dental-implants-market>
16. SCIT - Study Club Implantaïre - Accueil [Internet]. [cited 2018 Sep 12]. Available from: <http://implant-scit.com/>

24. Gold (Au) - Properties, Applications [Internet]. AZoM.com. 2013 [cited 2018 Sep 16]. Available from: <https://www.azom.com/article.aspx?ArticleID=9083>

141. Titanium. L. Klein Sa [Internet]. [cited 2018 Oct 8]. Available from: <http://www.kleinmetals.ch/titanium/>

II. Matériels et Méthodes

II.1	PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	56
II.1.1	Étude de l'endommagement de la connexion implantaire lié au vissage/dévissage	56
II.1.2	Étude de l'endommagement de la connexion implantaire dans le temps par fretting-corrosion	64
II.1.3	Observations de l'endommagement sur des échantillons ex-vivo	69
II.2	METHODES EXPERIMENTALES	71
II.2.1	Caractérisation des matériaux avant endommagement	71
II.2.2	Observations des surfaces endommagées par Microscopie	73
II.2.3	Analyse de l'endommagement par étude de la topographie de surface	76
II.2.4	Analyse du volume d'usure	83
II.2.5	Analyse du couple de desserrage	87
II.2.6	Analyses physico-chimiques en fretting-corrosion	89
	BIBLIOGRAPHIE	95
	WEBGRAPHIE	96

II.1 Protocoles expérimentaux

Ce travail est basé sur l'étude de deux types d'endommagement au sein de la connexion implantaire : l'un, en relation avec les cycles de vissages/dévisage nécessaires à l'élaboration d'une prothèse sur implant ayant pour but d'étudier les usures initiées par le praticien ; l'autre, en relation avec l'endommagement subi au cours du temps au sein de la connexion implantaire par tribocorrosion.

II.1.1 Étude de l'endommagement de la connexion implantaire lié au vissage/dévisage

L'élaboration d'une prothèse implantaire, qu'elle soit scellée ou transvissée, unitaire ou plurale, nécessite un certain nombre de cycle de vissage/dévisage du pilier sur l'implant, tant au niveau clinique que lors des phases de conception par le technicien de laboratoire. En moyenne le nombre des cycles vissage/dévisage pour les étapes cliniques et de laboratoire se situe entre 5 et 15,¹ en fonction du type de prothèses et des nombres d'essayage. Cette étude a donc pour objectif d'analyser l'influence de ces cycles sur l'endommagement de la connexion.

II.1.1.A Étude *in-vitro*

Cette étude est fondée sur l'analyse de l'endommagement de la connexion implantaire à l'aide de pièces implantaires achetées directement chez un fabricant, afin d'étudier les mécanismes de dégradation au plus près des conditions réelles d'utilisation.

II.1.1.A.a Dispositif expérimental

Cette étude a été réalisée sur 2 groupes de 5 assemblages implantaires à connexion interne. Les expérimentations réalisées en environnement sec ont nécessité que les implants soient positionnés à l'aide d'un niveau, dans un bloc de résine à froid (Cold Resin KM-U™, Presi™, Le Locle, Suisse) pour éviter de nuire à la connexion lors des diverses manipulations. Une clé de repositionnement a été confectionnée pour chaque échantillon afin de garantir le repositionnement du pilier dans la connexion (Figure II-1), à l'image des piliers implantaires angulés ou personnalisés qui occupent toujours la même position dans un implant *in-vivo*.



Figure II-1 Repositionnement du pilier dans l'implant grâce à la clé

Avant chaque serrage, les différents éléments ont été décontaminés dans un bain d'alcool (éthanol) à ultrasons pendant minimum 15 minutes, puis sécher à l'air chaud sans résidu.

Chaque serrage a été effectué à l'aide d'une clé dynamométrique à déclenchement (Figure II-2) : Clé Cresco™ (Dentply Implants™, Limburg, Belgique) en acier inoxydable, regraissée tous les 5 serrages. Cette clé dynamométrique neuve n'a subi aucun cycle de désinfection, ni stérilisation durant toute la durée de l'étude afin de garantir la fiabilité de son couple de serrage.



Figure II-2 A : Clé à déclenchement Cresco™, B : Disposition des éléments lors des serrage

Pour chaque serrage, l'implant était positionné dans un étau pour s'assurer de sa stabilité. Un premier serrage était effectué à l'aide de la clé dynamométrique ; puis 10 minutes après, un second serrage, selon le même procédé était réalisé pour s'assurer du couple de serrage.²⁻⁷

Les éléments sont restés assemblés au minimum 24h avant d'être dévissés à l'aide d'un couplemètre (Figure II-3) : TOR11-D200X-00™ (Blet Measurement Group™, Rueil Malmaison, France) d'une précision de 0,1N.cm. Pour ce faire, l'implant était bloqué dans un étau pour s'assurer de sa stabilité puis le desserrage était réalisé avec le couplemètre indiquant alors la valeur du couple de desserrage.



Figure II-3 Utilisation du couplemètre TOR11-D200X-00™

Deux couples de serrage ont été étudié sur les différents éléments répartis selon le Tableau II-1 :

- Groupe S25 : serrage à 25 N.cm correspondant au serrage préconisé par le fabricant sur ce type de connexion afin d’étudier l’influence du revissage d’une même vis lors d’un dévissage ou d’une maintenance ;
Ce groupe est composé de 5 échantillons, nommés respectivement A, B, C, D et E
- Groupe S15 : serrage à 15 N.cm correspondant à un serrage manuel afin d’étudier l’influence des différentes étapes d’essayage. D’après l’étude de Gross *et al.*,⁸ il existe une grande différence entre les opérateurs pour le serrage manuels des éléments prothétiques sur implant : de 9,4 N.cm à 19,9 N.cm. La valeur de 15 N.cm a donc été prise comme moyenne et valeur de référence concernant le serrage manuel.
Ce groupe est composé de 5 échantillons, nommés respectivement V, W, X, Y et Z.

Échantillon	Groupe S25			Échantillon	Groupe S15		
	Implant	Pilier	Vis		Implant	Pilier	Vis
Ech. A	Implant A	Pilier A	Vis A	Ech. V	Implant V	Pilier V	Vis V
Ech. B	Implant B	Pilier B	Vis B	Ech. W	Implant W	Pilier W	Vis W
Ech. C	Implant C	Pilier C	Vis C	Ech. X	Implant X	Pilier X	Vis X
Ech. D	Implant D	Pilier D	Vis D	Ech. Y	Implant Y	Pilier Y	Vis Y
Ech. E	Implant E	Pilier E	Vis E	Ech. Z	Implant Z	Pilier Z	Vis Z

Tableau II-1 Répartition des échantillons et des éléments étudiés en fonction des couples de serrage

Les cycles de vissage/dévisage se sont succédés jusqu'à 40 serrages. Différentes analyses ont été faites en fonction des cycles de vissage/dévisage, à l'aide des outils suivants :

- Diffraction des rayons X
- Couple de desserrage
- Microscopie Électronique à Balayage
- Microscopie confocale
- Interférométrie laser
- Tomographie 3D à rayons

L'analyse de la littérature⁸⁻¹⁴ a démontré que les vis présentaient une perte de la précontrainte au fur et à mesure des cycles de desserrage. Selon ces auteurs, cette chute est particulièrement ressentie au premier desserrage,¹¹⁻¹³ au quinzième desserrage¹⁵ et au trentième desserrage.¹⁵ A l'image des études précédentes, cette étude se focalisera sur l'endommagement subi à partir du 15^e desserrages en analysant les différents échantillons tous les 5 desserrages. Des analyses complémentaires ont été faites entre 1 et 15 serrages pour corrélés aux résultats précédents de la littérature. L'ensemble des expérimentations réalisés suit le Tableau II-2.

Nombre de serrages	Couple de desserrage	MEB	Microscopie Confocale	Interférométrie Laser	Tomographie 3D
Avant serrage	∅	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY	Vis neuves	Ech E Ech.Z
1 à 4	Ech.BCD Ech.WXY	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Pilier A Pilier V		Ech E Ech.Z
5	Ech.BCD Ech.WXY	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY		Ech E Ech.Z
6 à 9	Ech.BCD Ech.WXY	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Pilier A Pilier V		
10	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY		Ech E Ech.Z
11 à 14	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ				
15	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY	Vis ABCD Vis VWXY	Ech E Ech.Z
16 à 19	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ				
20	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY	Vis ABCD Vis VWXY	Ech E Ech.Z
21 à 24	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ				
25	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY	Vis ABCD Vis VWXY	Ech E Ech.Z
26 à 29	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ				
30	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY	Vis ABCD Vis VWXY	Ech E Ech.Z
31 à 35	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ				
35	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV	Piliers ABCD Piliers VWXY	Vis ABCD Vis VWXY	Ech E Ech.Z
36 à 39	Ech.ABCDE Ech.VWXYZ				
40	Ech.ABCD Ech.VWXY	Implant-Pilier-VisA Implant-Pilier-VisV Ech. E et Ech.Z	Piliers ABCD Piliers VWXY	Vis ABCD Vis VWXY	Ech E Ech.Z

Tableau II-2 Tableau de synthèse des expérimentations menées

II.1.1.A.b Présentation des échantillons

II.1.1.A.b.1 Implants

Les implants étudiés (Figure II-4), de type OsseoSpeed™ (Dentsply Implant™, Limburg, Belgique) sont des dispositifs médicaux respectant la norme ISO 13485. Ces implants cylindriques, à connexion interne de type « cône morse », sont usinés selon le fabricant dans des barres en titane pur de grade 4 (Ti). La connexion interne est un dodécagone qui permet d’adapter la position des piliers angulés à connexion hexagonale en fonction de la situation clinique. L’indexation se réalise grâce à des repères de formes triangulaires. (Figure II-5).


Fabriquant	Dentsply Implant™ (Limburg, Belgique)	
Modèle	OsseoSpeed™	
Forme	Cylindrique : diamètre 4,5mm – longueur 13 mm	
Connexion	Cône morse indexé (dodécagone interne)	
Matériau	Titane de grade 4 (Ti)	
Lot	138801	
Référence	24990	

Figure II-4 Principales caractéristiques techniques des implants (Dentsply¹⁶)

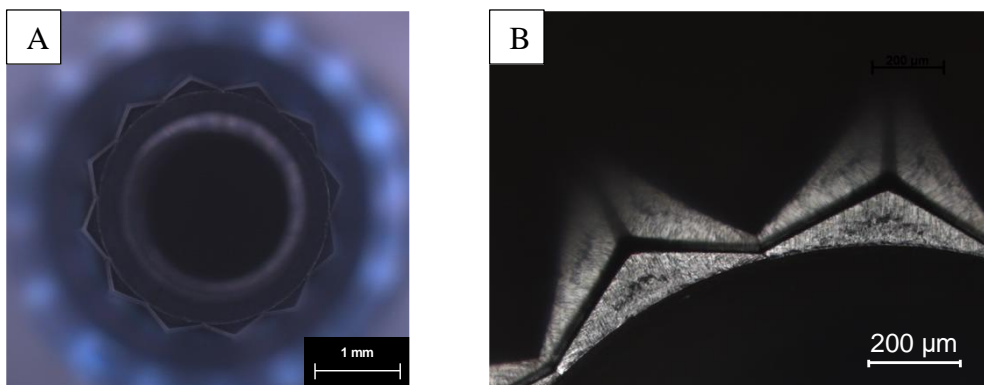


Figure II-5 Imagerie de microscopie optique d’un implant A : visualisation du col implantaire ; B : visualisation de la zone d’indexation de la connexion

II.1.1.A.b.2 Pilier implantaire

Les piliers étudiés (Figure II-6), de type TiDesign™ (Dentsply Implant™, Limburg, Belgique) sont des composants transmuqueux, conçu pour des reconstructions prothétiques scellées. La zone d'indexation à l'implant est de forme hexagonale afin de faciliter son positionnement et s'adapter aux différentes situations cliniques (Figure II-7). Ils sont usinés, selon le fabricant, dans des barres en titane pur de grade 4 (Ti).


Fabricant	Dentsply Implant™ (Limburg, Belgique)	
Modèle	TiDesign™ - Prothèse scellée	
Forme	Cylindrique : diamètre 4,5mm/5,0mm	
Connexion	Dispositif de positionnement hexagonal	
Couple de serrage	25 N.cm	
Matériau	Titane de grade 4 (Ti)	
Référence	24236	

Figure II-6 Caractéristiques principales techniques des piliers étudiés (Dentsply¹⁶)

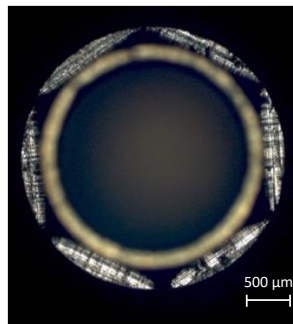


Figure II-7 Imagerie de microscopie optique de la connexion d'un pilier implantaire

II.1.1.A.b.3 Vis implantaire

Les vis implantaires (Figure II-8) ont été conçues spécifiquement pour les piliers TiDesign™ et sont fournis par le même fabricant, Dentsply Implant™ (Limburg, Belgique). La longueur totale de la vis est de 10,0 mm dont 6,0 mm dédiée au filetage avec un pas de vis régulier de 400 μm environ (Figure II-9). Elles sont usinées dans des barres d'alliages de titane de grade 5. Le couple de serrage préconisé pour l'assemblage d'usage des pièces implantaire est de 25 N.cm.


Fabriquant	Dentsply Implant™ (Limburg, Belgique)	
Modèle	Vis pour TiDesign™	
Tête de vis	Tournevis hexagonale 1,2mm	
Col	Cylindrique – Diamètre 1,4mm	
Pas de vis	Longueur 6,0 mm	
Couple de serrage	25 N.cm	
Matériau	Titane de grade 5 (Ti-6Al-4V)	
Référence	24209	

Figure II-8 Caractéristiques principales des vis étudiées (Dentsply¹⁶)

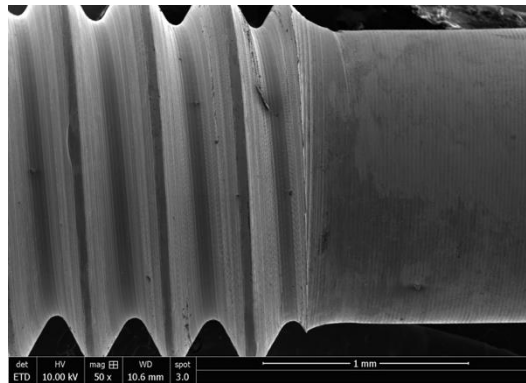


Figure II-9 Imagerie MEB d'une vis implantaire

II.1.1.B Étude par élément finis

L'étude par éléments finis a été réalisée en parallèle, à l'aide de deux projets de recherche codirigés avec l'aide de Sébastien Allain et de Franck Cleymand : un rédigé par Pierre Hirtz (Assistant hospitalo-Universitaire, Master 2 recherche BioSciences et Ingénierie de la santé), et un autre par Clément Atlan, Hugo Grange et Alexandre Kot (élèves ingénieurs de l'école des mines de Nancy, projet industriel).

Ces projets ont eu pour but de développer l'étude des contraintes qui s'exercent au sein de la connexion implantaire lors du serrage par éléments finis. Les modélisations ont été réalisées à l'aide des logiciels Solidworks™ (Dassault systèmes™, Vélisy, France) et Abaqus™ « Standard » (Dassault systèmes™, Vélisy, France).

II.1.1.B.a Conception numérique des échantillons

A partir des imageries de tomographie 3D, les différents éléments implantaires ont été modélisés grâce au logiciel Solidworks™ qui est un logiciel de Conception et modélisation de pièces et d'assemblages Assistée par Ordinateur (CAO) ().

Les modèles numériques obtenus ont ensuite été importés sous Abaqus™ pour la réalisation du maillage en volume et permettre ainsi les calculs de mécanique des milieux continus. Le maillage a été fait à l'aide d'éléments tétraédriques linéaires à 4 nœuds (C3D4) et en acceptant les éléments prismatiques à 6 nœuds (C3D6). Les pièces volumiques maillées sont composées de 78135 éléments pour l'implant, 19042 pour le pilier et 22507 pour la vis (Figure II-11).

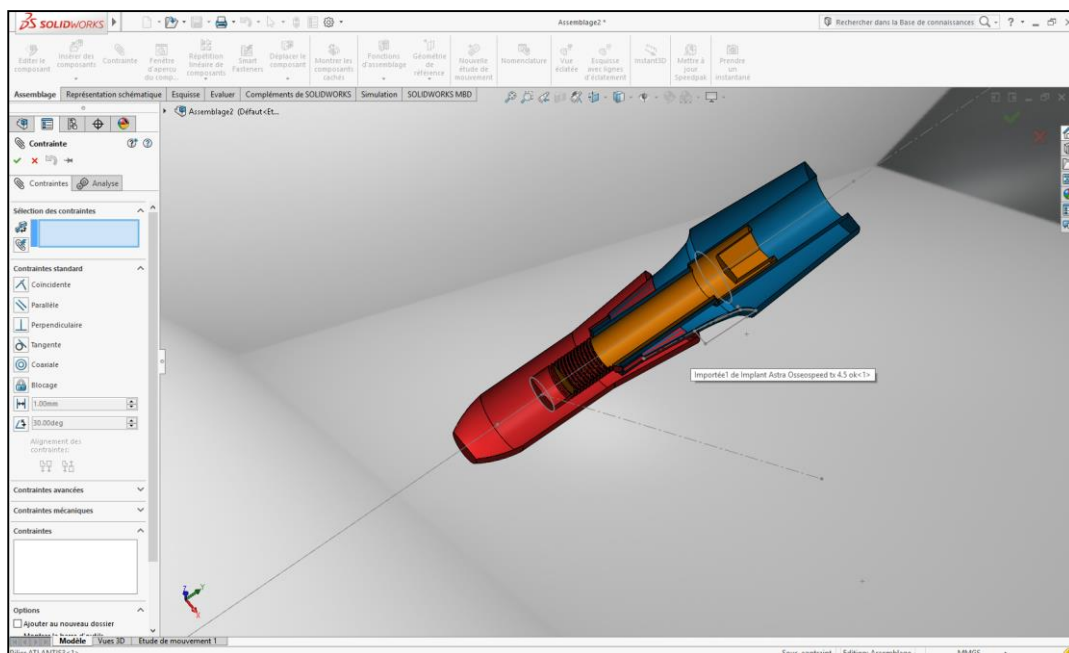


Figure II-10 Création des modèles de CAO de l'implant, du pilier et de la vis à l'aide du logiciel Solidworks™

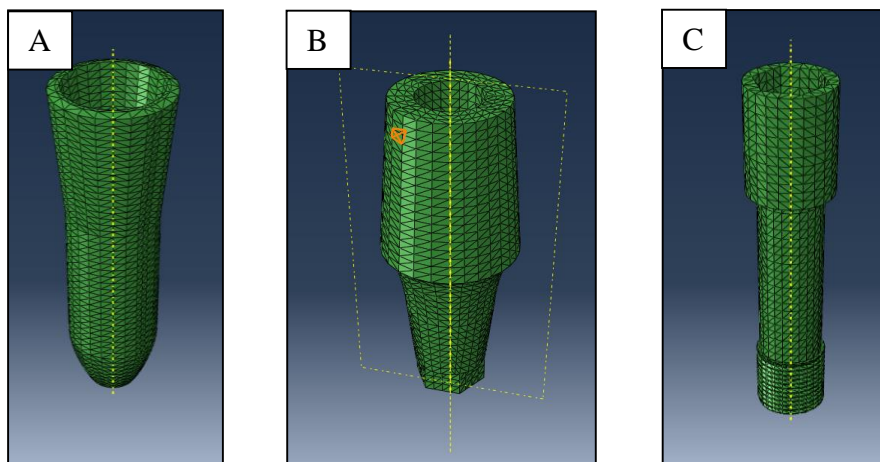


Figure II-11 Représentation des pièces implantaires après maillage sous Abaqus™ : A : Implant ; B : Pilier implantaire ; C : Vis implantaire

II.1.1.B.b Conditions aux limites

Dans cette étude, comme la majorité des études par élément finis en implantologie, la surface externe de l'implant est considérée comme encastree. En réalité, les os maxillaires autour des implants présentent une plasticité qu'il serait intéressant d'intégrer dans les modélisations par éléments finis.

II.1.1.B.c L'assemblage des éléments

L'assemblage des éléments a été réalisé dans AbaqusTM en utilisant une méthode de transposition point à point. La modélisation a consisté en la simulation des contraintes présentes au sein du complexe implantaire lors du serrage lors d'un demi-tour de vis, soit 180°.

II.1.1.B.d Loi de comportement des matériaux

Le modèle de plasticité utilisé a tenu compte des couples contraintes-déformations observés sur un alliage de titane sur un essai de traction.¹⁷ Ainsi, la limite élastique était de 820 MPa et le module d Young utilisé était de 110 GPa.

II.1.1.B.e Simulations étudiées

Les simulations qui ont été abordées dans ce travail ont consisté à faire varier le coefficient de friction (de 0,6 à 1,2)¹⁸ afin d'étudier les différentes énergies et contraintes développées dans le système.

II.1.2 Étude de l'endommagement de la connexion implantaire dans le temps par fretting-corrosion

La connexion implantaire est le siège d'endommagements dans le temps par fretting-corrosion.¹⁹⁻²³ Cette étude a donc pour objectif d'analyser l'influence sur des éprouvettes standardisées des principaux matériaux utilisés dans une connexion implantaire pour mieux appréhender leur potentiel dégradation dans le temps.

II.1.2.A Dispositif expérimental

Les expérimentations ont été réalisées sur un tribocorrosimètre (Figure II-12) conçu et développé en collaboration entre l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et la société TA instruments™. Ce dispositif a été cofinancé par le Conseil Général de la Loire, Saint-Etienne Métropole et la donation de Christian Cabal.

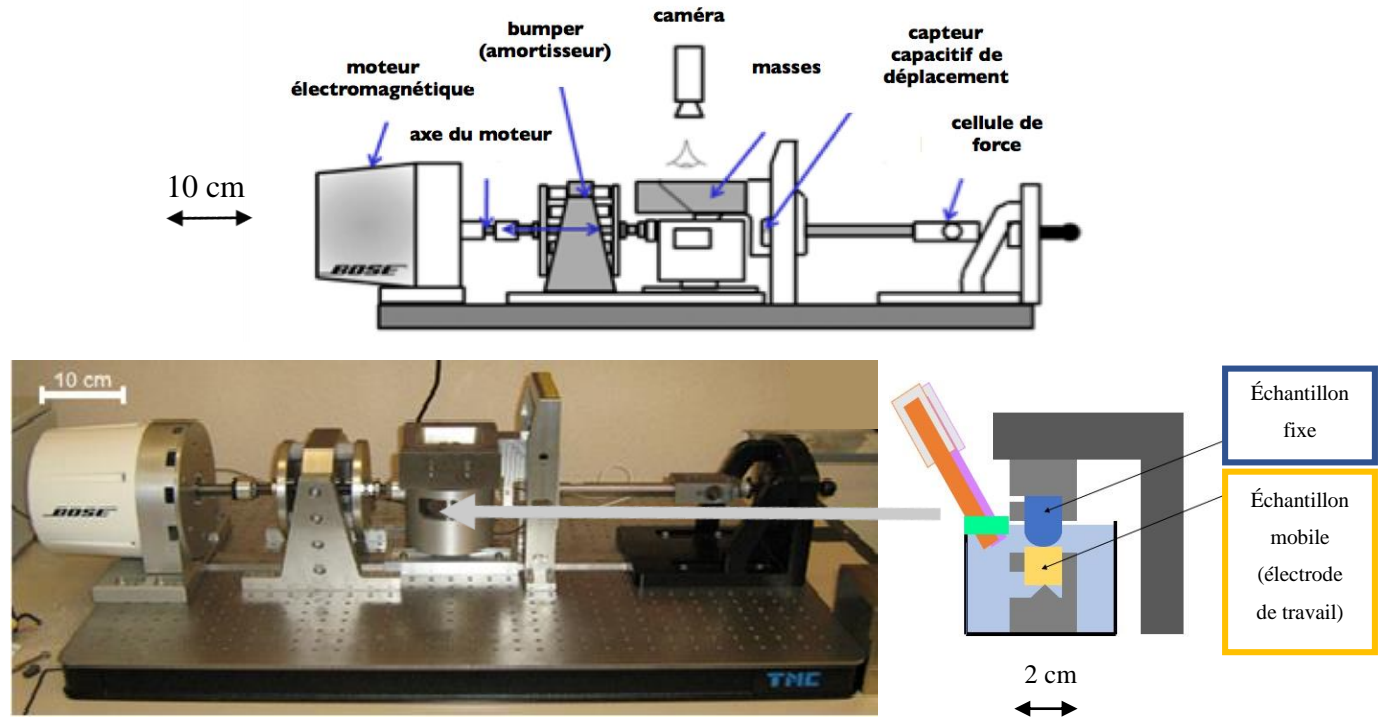


Figure II-12. Tribocorrosimètre

Ce dispositif est composé d'un moteur électromagnétique dont le mouvement alternatif du déplacement est réalisé à l'aide d'un amortisseur. Un bac amovible d'un volume de 300 ml (environ) permet d'effectuer les essais en solution.

Les échantillons métalliques doivent être isolés électriquement, afin de mesurer un courant uniquement dû à la corrosion par frottement. Pour cela, le support des échantillons est en Zircalloy (alliage de zirconium) suite à un traitement thermique qui permet la formation d'une couche d'oxydes isolante. De plus, les échantillons métalliques sont isolés électriquement à l'aide de plaquettes de Zircalloy de 1 mm d'épaisseur sur les trois faces non frottées recouvertes ensuite par du vernis isolant sur les arrêtes et les faces. Ces trois sécurités permettent d'assurer l'isolation électrique des échantillons en contact durant le frottement.

L'alignement des échantillons est vérifié grâce à la forme pyramidale du support de l'échantillon, laissant libre la position de ce dernier lors du contact avec l'échantillon opposé. Ceci permet de s'assurer de la rectangularité et de la planéité, de la zone de contact. Le déplacement lors d'un essai de fretting-corrosion se mesure grâce à un capteur capacitif (Lion Precision™, Minnesota, États-Unis). Ce dernier permet d'imposer des déplacements jusqu'à 1µm. La cellule de force est en acier inoxydable et est conçue pour minimiser les effets des forces « désaxées ». La force maximale mesurable est de 220 N. L'application de la force normale est facilitée par l'ajout de masses qui permet d'adapter la valeur de la force normale appliquée. Le déplacement est imposé et la force tangentielle F_t est mesurée grâce à la cellule de force. L'enregistrement des cycles de frottement (cycles $F_t(\delta)$) se fait grâce au logiciel Wintest™ (Testometric™, Rochdale, Royaume-Unis). Quatre cycles de 1200 points (300 points par cycle) sont enregistrés tous les 120 cycles. Le dispositif permet de travailler pour une gamme de fréquences comprises entre 10^{-5} et 200 Hz.

Dans cette étude, les conditions expérimentales ont été réalisées en fonction des contraintes exercées dans la connexion implantaire extrapolée sur les échantillons conditionnés pour s'adapter au tribocorrosimètre en présence, ainsi qu'aux conditions expérimentales les plus fréquemment rencontrées en fretting-corrosion.

II.1.2.B Matériaux étudiés et conditions expérimentales

Les matériaux étudiés ont été sélectionnés en fonction des couples de matériaux les plus fréquemment utilisés dans les connexions implantaires à l'heure actuelle :

- Le titane de grade 4 (Ti) : représentant les implants ou les piliers implantaires ;
- Le titane allié de grade 5 (Ti-6Al-4V) : représentant les implants, les piliers implantaires ou les vis ;
- La zircone stabilisée à l'yttrium (Y-TZP) : représentant les implants ou les piliers implantaires.

II.1.2.B.a Titane de grade 4

Les propriétés remarquables d'ostéo-intégration du titane pur dans les os maxillaires en font le matériau de choix pour la fabrication des implants dentaires. Il est également utilisé pour la fabrication de piliers implantaires.

L'ensemble des échantillons de titane de grade 4 proviennent d'une barre achetée auprès de la société Carpenter™ (Carpenter™, Virginie, États-Unis).

II.1.2.B.b Alliage de titane de grade 5

Ce matériau est principalement utilisé dans la confection des piliers implantaires, du fait de ses propriétés mécaniques supérieures au titane de grade 4, mais il est également utilisé dans la confection d'implant dentaire.²⁴

Le titane de grade 5 avec lequel ont été fabriqués les échantillons de cette étude provient de la société Carpenter™ (Carpenter™, Virginie, États-Unis).

II.1.2.B.c Zircone yttrée

La zircone est un matériau employé en odontologie pour la fabrication de pilier implantaire ou d'implant. Ce matériau est utilisé comme alternative « esthétique » afin d'éviter l'aspect grisâtre entre l'implant et le pilier.

Étant donné que ces éléments sont usinés dans de la zircone pré-frittée, l'élaboration des échantillons nécessaires à notre étude a été réalisée par la société Euromax-Monaco™ (Euromax-Monaco™, Monaco) qui fabrique des piliers implantaires. La zircone utilisée est du dioxyde de zirconium stabilisée à l'yttrium qui a subi les mêmes traitements mécaniques et physiques qu'un pilier implantaire.

II.1.2.B.d Conditions expérimentales

- La fréquence choisie pour les essais a été de : $f = 1 \text{ Hz}$.
- Le déplacement a été de $\pm 40 \mu\text{m}$
- Les contraintes appliquées pour la force normale ont été de 85 N ou 127,5 N en fonction des couples de matériaux en présence et de la dimension des échantillons afin de s'approcher au plus près des conditions cliniques d'usure d'une connexion implantaire (Annexe II - 1)

L'ensemble des couples étudiés et des conditions expérimentales sont synthétisées dans le Tableau II-3.

Couple de matériaux étudiés	Solution	Durée (h)	Force Normale (N)	Déplacement (μm)
Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V	Salive humaine	16h	127,5 N	+ / - 40μm
Ti-6Al-4V/Ti	Salive humaine	16h	127,5 N	+ / - 40μm
Ti-6Al-4V/Y-TZP	Salive humaine	16h	85 N	+ / - 40μm
Ti/Y-TZP	Salive humaine	16h	85 N	+ / - 40μm

Tableau II-3 Synthèse des conditions expérimentales en Fretting-corrosion

II.1.2.C Solution : Salive humaine

Le milieu buccal est un environnement aqueux donc propice aux phénomènes de corrosion. De nombreuses études se sont ainsi consacrées à l'analyse de ce phénomène sur les différents matériaux de restauration employés en odontologie à l'aide de salive artificielle (notamment sérum physiologique, salive de Fusayama, etc.)

La salive humaine est un électrolyte particulièrement complexe qui présente non seulement une hétérogénéité de composition entre individus mais également intra-individuelle, en fonction du temps et de son environnement. Elle est sécrétée essentiellement par 3 paires de glandes principales (glandes parotides, glandes submandibulaires et glandes sublinguales) et, dans une moindre mesure par les glandes salivaires accessoires réparties dans les muqueuses de la cavité buccale. La salive est donc un amalgame des sécrétions muco-séreuses de ces glandes et de leur environnement.

On distingue 3 types de salive :

- La salive totale : constituée à un moment donné en bouche qui inclut les salives des différentes glandes, le fluide gingival, les bactéries, les leucocytes et les éléments cellulaires gingivaux ayant desquamés ;
- La salive mixte : qui correspond à la salive des glandes obtenue après centrifugation et élimination des éléments cellulaires ;
- La salive pure : qui correspond à la sécrétion d'un seul type de glande salivaire.

La salive est principalement constituée d'eau à 95%, de mucus, d'éléments organiques et inorganiques. Son pH est neutre ou faiblement alcalin en fonction des sécrétions.

La composition de la salive varie en fonction de son débit sécrétoire. On distingue :

- Le débit salivaire basal : avec des concentrations relativement faibles à l'exception des ions K^+ et HCO_3^- ;
- Le débit salivaire augmenté : qui fait suite à une stimulation avec une concentration en ions augmentée de Na^+ et Cl^- notamment.

La salive a pour rôles principaux d'humidifier les muqueuses du système digestif supérieur, de participer aux premières étapes de la digestion et de faciliter la progression des aliments du pharynx à l'œsophage. De plus, elle participe grandement à la protection des structures dentaires grâce à son pouvoir tampon qui permet de rééquilibrer le pH du milieu buccal en fonction de son environnement. Les glandes salivaires sécrètent en moyenne entre 500 et 1200 millilitres de salive par jour en fonction des différents stimuli environnants.

La salive présente une viscosité variable en fonction du type de salive récolté. De plus, sa composition et sa viscosité peuvent varier en fonction des médications des individus.

La grande variabilité de cet électrolyte a conduit les précédentes études en corrosion à utiliser des salives artificielles. Pour cette étude en tribocorrosion, il a été choisi d'utiliser de la salive humaine non-stimulée pour s'approcher au plus près des conditions réelles, ce qui n'a encore jamais été réalisé auparavant. La salive utilisée a été récoltée auprès de 40 individus (étudiants en 3^e année de chirurgie dentaire) à l'aide de cotons salivaires disposés sous le plancher de bouche. Ces derniers ont ensuite été exsudés. L'ensemble des salives exprimée a été mélangé afin d'obtenir une salive humaine moyenne. La solution obtenue a été conservée dans un surgélateur (-30 à -50°C) jusqu'à utilisation.

II.1.3 Observations de l'endommagement sur des échantillons *ex-vivo*

Une analyse d'échantillons *ex-vivo* a été entreprise afin de visualiser l'endommagement réellement présent dans la connexion implantaire. L'ensemble de ces échantillons est issu du service d'odontologie du CHRU de Nancy. Ils ont été récoltés entre le 1^{er} Janvier 2014 et le 1^{er} septembre 2018 dans les secteurs cliniques de prothèses ou de parodontologie. En tout 12 échantillons ont été récoltés :

- 6 échantillons non fracturés permettant de visualiser les mécanismes d'usure ;
- 6 échantillons fracturés permettant de visualiser les faciès de rupture.

Le faible nombre d'échantillons, s'explique d'une part, par le faible nombre d'aléas thérapeutiques en prothèse implantaire, et d'autre part, par le fait que la majorité des composants implantaires sont garantis par le fabricant qui revendique, dans ce cas, le renvoi des composants défectueux.

Avant analyse par Microscopie Électronique à Balayage, les échantillons ont subi un cycle de désinfection dans un bain d'éthanol à ultrasons de 20 à 30 minutes, puis ont été séchés à l'aide d'un spray sans résidu pour ne pas polluer leur surface.

II.2 Méthodes expérimentales

Les méthodes expérimentales employées dans le cadre de ce travail sont basées sur :

- La caractérisation des matériaux avant endommagement
- L'observation des surfaces endommagées par microscopie
- L'analyse de l'endommagement par étude de la topographie de surface
- L'analyse du volume d'usure
- L'analyse de la précontrainte dans la connexion implantaire
- L'analyse des paramètres physico-chimiques en fretting-corrosion

II.2.1 Caractérisation des matériaux avant endommagement

L'ensemble des matériaux étudiés ont été caractérisés avant endommagement afin de confirmer la nature des matériaux en termes de composition, structure et microstructure. Cette étude préalable permet ainsi de mieux appréhender l'évolution des matériaux au fur et à mesure de l'endommagement.

La caractérisation des matériaux a été faite à l'aide de :

- La Microscopie Électronique à Balayage (MEB) couplée d'une sonde pour analyse dispersive en énergie par spectroscopie (EDS, *Energy dispersive X-ray spectrometry*, EDX) ;
- La Microscopie Électronique en Transmission (MET) couplée d'une sonde pour analyse EDS ;
- La diffraction des rayons X.

II.2.1.A Microscopie Électronique à Balayage

Cette analyse a été réalisée sur le microscope Quanta™ 650 FEG (FEI™, Oregon, États-Unis). La tension d'accélération utilisée a varié de 10 à 30 kV.

II.2.1.A.a Échantillons métalliques

Chaque système (implant, pilier, vis, titane pur et alliage de titane utilisés en fretting-corrosion) a été enrobé à l'aide d'une résine à froid conductrice de méthyl méthacrylate (Presi™, Eybens,

France). Un polissage a été réalisé sur chaque échantillon à l'aide de disque de papier au carbure de silicium à granulométrie décroissante, selon les procédures métallographiques classiques : 120 => 300 => 600 => 800 => 1200 => 2400. Puis, le poli miroir est obtenu à l'aide de spray diamantée de 9 μ m et 3 μ m ; suivi d'un polissage chimique-mécanique à l'aide d'un mélange de silice colloïdale OP-S (Struers™, Champigny-Sur-Marne, France) et de peroxyde d'hydrogène (30%). Pour finir, une attaque chimique est réalisée sur chaque échantillon à l'aide du réactif de Kroll (Presi™, Eybens, France) durant quelques secondes.

La microstructure révélée des échantillons a été observée au MEB à l'aide d'électrons rétrodiffusés (mode BSE, *Back-Scatter Electron detector*) et une microanalyse chimique élémentaire par EDS a également été effectuée. Cinq mesures de 1 μ m³ ont été réalisées sur chaque échantillon. Après analyse des spectres obtenus, une analyse semi-quantitative a été effectuée. Les valeurs obtenues ont ensuite été analysées selon leurs moyennes, écart-types et intervalles de confiance.

II.2.1.A.b Échantillons céramiques

Pour l'étude de la microstructure de la zircone, aucun traitement préalable n'a été effectuée. Son observation au MEB ainsi que les analyses EDS ont été effectuée en mode environnemental (*Low Vacuum*) à l'aide du détecteur LFD (*Large Field Detector*). Cinq mesures de 1 μ m³ ont été réalisées sur cet échantillon. Après analyse des spectres obtenus, une analyse semi-quantitative a été effectuée. Les valeurs obtenues ont ensuite été analysées selon leurs moyennes, écart-types et intervalles de confiance.

II.2.1.B Microscopie Électronique en Transmission

Les analyses au Microscope Électronique en Transmission (MET) ne sont possibles que sur des lames minces d'épaisseur 50 μ m qui ont été préparées à l'aide d'un dispositif utilisant la technologie d'un faisceau ionique focalisée (FIB, *Focused Ion Beam*).

Les lames minces ont été réalisées à l'aide du MEB/FIB Helios Nanolab 600i™ (ThermoFisher Scientific™, Massachusetts, États-Unis) avec Sylvie MIGOT. Les analyses MET ont ensuite été réalisées avec Jaafar GHANBAJA sur le microscope haute résolution JEOL™ ARM200F

cold FEG (JEOL™, Tokyo, Japon) corrigé en sonde et en image. La tension utilisée était de 200 kV.

Les analyses de spectroscopie à dispersion d'énergie des photons X (EDS) ont été réalisées à l'aide du spectromètre Centurio avec une surface active de 100 mm² et un « angle solide » de 1 sr.

Ces analyses n'ont pu être réalisées que sur des échantillons plans de 3 mm de hauteur. Pour ce faire, les découpes ont été réalisées dans les barres issues des échantillons de fretting-corrosion de titane pur et alliage de titane.

II.2.1.C Diffraction des rayons X

Les analyses par DRX ont été menées, avec l'aide de Pascal BOULET, sur différents diffractomètres en fonction de la taille des échantillons présentés :

- D8 Advance CuK α_1 (Bruker™, Wissembourg, France) pour les vis avec une source de Cuivre
- Kappa APEX II (Bruker™) pour les implants, les piliers, le titane pur et l'alliage de titane avec une source de Cobalt

Les analyses des diffractomètres ont été conduites à l'aide du logiciel Diffrac.EVA™ (Bruker™, Massachussetts, États-Unis).

II.2.2 Observations des surfaces endommagées par Microscopie

L'observation des surfaces par Microscopie permet d'étudier l'évolution des surfaces au fur et à mesure de l'endommagement, mais également de mettre en évidence la présence de débris.

Cette étude a été faite à l'aide de :

- La Microscopie Électronique à Balayage (MEB)
- La Microscopie Électronique en Transmission (MET)

II.2.2.A Microscopie Électronique à Balayage

II.2.2.A.a Étude de l'endommagement de la connexion implantaire par vissage/dévisage

L'observation des différents éléments composant la connexion implantaire par Microscopie Électronique à Balayage (MEB) a pour but de mettre en évidence l'endommagement visible pouvant nuire à la stabilité de la connexion.

Ces analyses MEB ont été conduites sur le microscope Quanta™ 650 FEG (FEI™, Oregon, États-Unis) en mode sous vide (*High vacuum*) à l'aide d'un détecteur Everhart-Thornley (ETD). La tension d'accélération des électrons a varié de 5 kV à 10 kV.

- L'analyse de l'endommagement lié au serrage/desserrage sur les implants s'est focalisée sur le col implantaire et la zone de connexion interne de l'implant qui assure le positionnement du pilier dans ce dernier (Figure II-13).

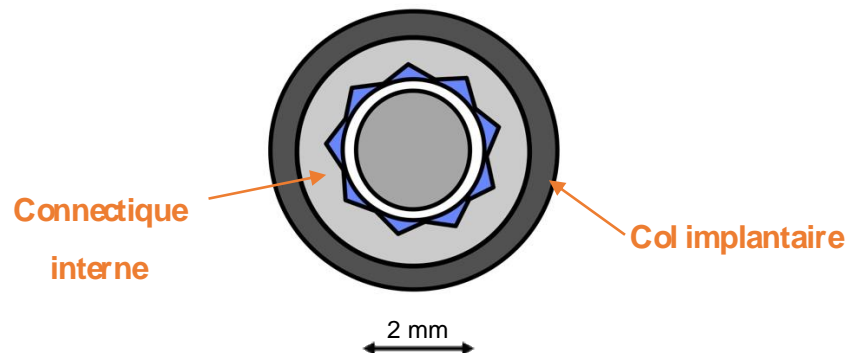


Figure II-13 Zones observées sur l'implant au MEB

- L'analyse de l'endommagement lié aux phénomènes de vissage/dévissages au niveau des piliers s'est située principalement au niveau des arêtes et des méplats en lien avec la connexion interne de l'implant (Figure II-14). Afin d'assurer la reproductibilité des observations, un marquage a permis d'observer toujours le même méplat durant toute la durée de l'étude.

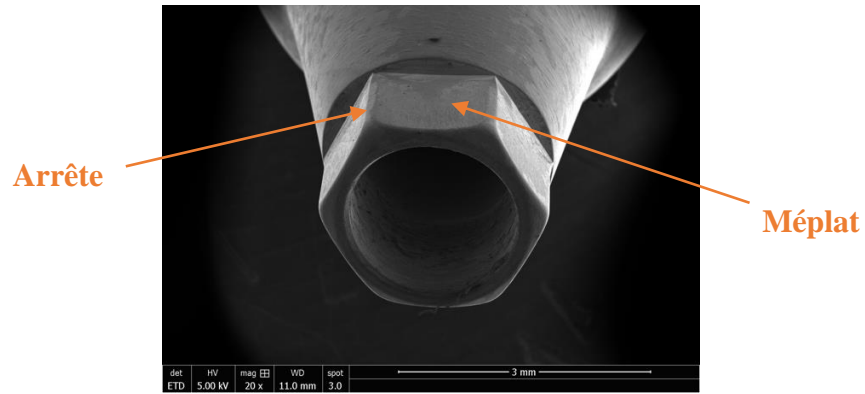


Figure II-14 Zones observées sur le pilier au MEB

- L'analyse de l'endommagement sur la vis tout au long des serrages successifs a été essentiellement réalisée au niveau des premières spires et sur les sommets du pas de vis (Figure II-15). Une rainure à l'aide d'une fraise diamantée a été effectuée sur l'ensemble des fûts de vis afin de garantir la reproductibilité des différentes observations.

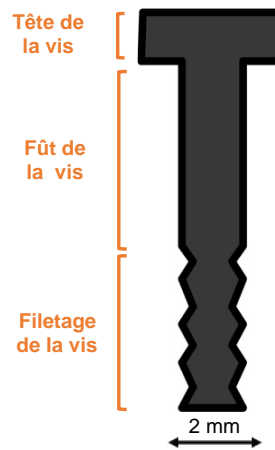


Figure II-15 Zones observées sur la vis au MEB : schéma présentant les différentes parties d'une vis implantaire

II.2.2.A.b Étude de l'endommagement de la connexion implantaire dans le temps par fretting-corrosion

Les analyses des zones frottées suite aux expérimentations de fretting-corrosion par microscopie ont pour but d'étudier la zone tribologiquement modifiée (*Tribological Transformed Structured*, TTS) afin de mettre en évidence la formation de débris et les types d'endommagement qui ont eu lieu sur et en dehors de la zone frottée.

Ces observations ont été réalisées sur différents MEB : le JEOL™ 6400 (JEOL™, Tokyo, Japon), le JEOL™ 6500 FEG (Field Emission Gun) et le Quanta™ 650 FEG (FEI™, Oregon, États-Unis), tous combinés à une sonde à dispersion d'énergie (EDS, Energy Dispersive X-ray Spectroscopy). Les tensions d'accélération ont varié de 10 à 15 kV.

Certains échantillons ont nécessité un prétraitement pour améliorer leur conductivité avant analyse MEB. Ce prétraitement a consisté en la déposition d'une fine couche d'or. Des observations en mode environnemental ont permis d'éviter la mise en place de ce prétraitement sur certains échantillons de zircone.

Les analyses MEB ont été réalisées avec l'aide de Gilles Blanc, Maryline Mondon et Sergio Jao.

II.2.2.B Microscope Électronique en Transmission (MET)

Comme vu précédemment, les analyses MET sont possibles que sur des lames minces préparées au MEB/FIB issues des échantillons plans de fretting-corrosion. Ces analyses ont été réalisées suivant le même protocole donné préalablement (voir II.2.1.B).

Deux lames ont été prélevées sur chaque zone endommagée dont les couples de matériaux étudiés étaient différents afin de mettre en évidence une interpénétration du contre-matériau soit :

- Ti-6Al-4V contre Ti ;
- Ti-6Al-4V contre Y-TZP ;
- Ti contre Y-TZP.

II.2.3 Analyse de l'endommagement par étude de la topographie de surface

L'analyse de l'évolution de la topographie après endommagement a pour but d'identifier les mécanismes d'usure à l'échelle micrométrique lié au frottement.

Pour information, une surface n'est jamais parfaite car elle présente toujours des défauts et des imperfections. Les défauts peuvent être macro-géométriques, on parle d'ondulation ou micro-géométriques désignées plus communément sous le nom de rugosité. Les défauts de rugosité

ont une influence sur les fonctions des surfaces notamment la sensibilité à la corrosion, à l'usure et à ses propriétés d'adhérence et d'accrochage.²⁵

Pour étudier l'état de surface des échantillons, plusieurs éléments qui composent la microgéométrie de surface doivent être considérés. En effet, le profil « brut » d'une surface se décline en quatre grands ordres (Figure II-16) :

- Défauts de premier ordre : défauts dus à des écarts de forme et de position (défauts de rectitude, de parallélisme, de cylindricité, etc.) provenant de la déformation de la pièce pendant ou après l'usinage
- Défauts de deuxième ordre : défauts plus petits ayant l'aspect général d'une ondulation provenant du tournage ou du fraisage.
- Défauts de troisième ordre : stries et sillons dus souvent à l'arête coupante de l'outil
- Défauts de quatrième ordre : fentes et piqûres dues à des marques d'outils ou à des vibrations.
-

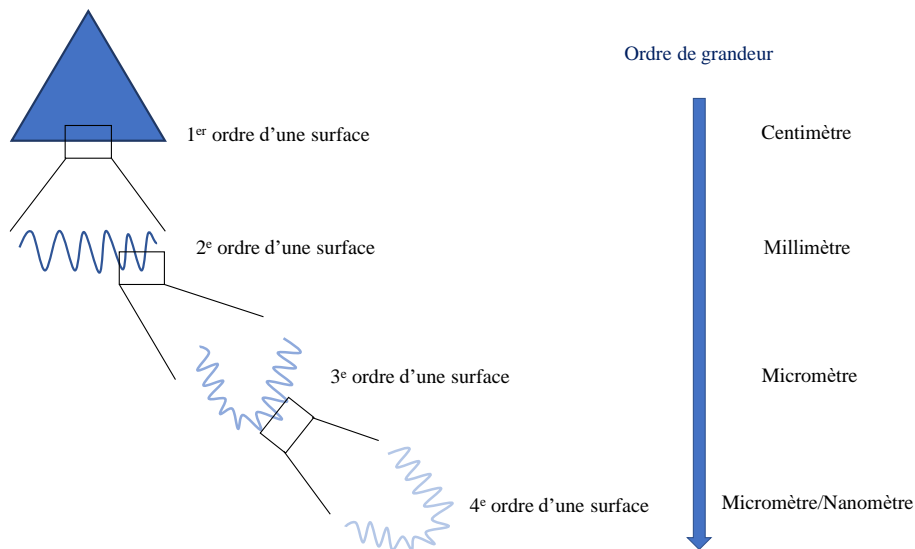


Figure II-16 Représentation schématique des quatre grands ordres d'une surface

Cette étude, qui se base sur l'analyse des défauts de 3^e ordre a été faite à l'aide de :

- La microscopie confocale
- L'interférométrie laser

II.2.3.A Microscope confocal

L'analyse par microscopie confocale a été réalisée avec l'aide de Florimonde Lesdel. Cette technique a permis d'étudier les paramètres de rugosité des piliers implantaires au fur et à mesure des cycles de serrages/desserrage. Les mesures ont été effectuées à l'aide du Microscope Confocal LSM 700 (Zeiss™, Oberkochen, Allemagne). L'objectif utilisé était de 50X/0,8 pour une zone d'observation est de 255,9 x 255,9 µm. La source de lumière d'excitation était un laser de 0,5 mW fournissant une lumière monochromatique de $\lambda = 405$ nm. Les différentes coupes optiques d'épaisseur 1,2 µm obtenues pour caractériser l'état de surface du matériau ont été réalisées avec un pas d'avancement vertical (selon l'axe « z ») de 0,6 µm. Ce pas d'avancement est optimisé selon les spécificités de l'objectif et des conditions d'acquisition des sections optiques. Les filtres gaussiens ont été utilisés en *low-pass* pour les paramètres d'ondulation (W) et en *high-pass* pour les paramètres de rugosité (R) avec un *cut-off* de 8 µm.

Quatre mesures sur le même méplat ont été effectuées sur chaque pilier étudié tout au long des 40 cycles de serrage/desserrage suivant le Tableau II-2. Les valeurs obtenues ont ensuite été analysées selon leurs moyennes, écart-types et intervalles de confiance. Les analyses statistiques qualitatives ont été menées à l'aide du logiciel GraphPad™ Prism7 (GraphPad™, Californie, États-Unis) à l'aide des tests non-paramétriques de Kruskal-Wallis pour les comparaisons multiples ($\alpha = 0,05$) et de U Mann-Whitney pour les comparaisons deux-à-deux. La probabilité $p < 0,05$ a été considérée comme significative.

Les tests de comparaisons effectués ont eu pour but de mettre en évidence des différences entre les deux groupes étudiés (S15 et S25) et, au sein d'un même groupe, des différences entre la valeur d'avant endommagement (0 serrage) et les différents cycles réalisés.

Pour information, cette technique d'analyse n'a pas permis de mesurer l'évolution des surfaces du pas de vis et de la partie interne des implants. L'absence de planéité sur le filetage a entraîné des difficultés d'analyse et à fortiori d'exploitation de données. Concernant les mesures de l'état de surface de la connexion interne des implants, c'est l'impossibilité de placer l'objectif à la bonne distance focale qui a limité son étude.

II.2.3.B Interféromètre laser

L'analyse par interférométrie laser a été utilisée pour l'étude des paramètres de rugosité des vis implantaires au fur et à mesure des cycles de serrages/desserrage. Les mesures ont été effectuées à l'aide de l'interféromètre SmartWLI Extended (GBS™, Ilmenau, Allemagne) à lumière blanche et analysées par l'intermédiaire du logiciel Mountains™ Map Imaging Topography (Digital Surf™, Besançon, France). L'objectif utilisé était de 50X pour une zone d'observation est de 1,06 x 0,83 mm. Les filtres gaussiens ont été utilisés en *low-pass* pour les paramètres d'ondulation (W) et en *high-pass* pour les paramètres de rugosité (R).

Cinq mesures ont été effectuées sur l'ensemble du pas de vis, au niveau du marquage effectué pour garantir la reproduction des valeurs étudiées, tout au long des 40 cycles de serrage/desserrage suivant le Tableau II-2. Les valeurs obtenues ont ensuite été analysées selon leurs moyennes, écart-type et intervalles de confiance. Les analyses statistiques qualitatives ont été menées à l'aide du logiciel GraphPad™ Prism7 (GraphPad™, Californie, États-Unis) à l'aide des tests non-paramétriques de Kruskal-Wallis pour les comparaisons multiples ($\alpha = 0,05$) et de U Mann-Whitney pour les comparaisons deux-à-deux. La probabilité $p < 0,05$ a été considérée comme significative.

Les tests de comparaisons effectués ont eu pour but de mettre en évidence des différences entre les deux groupes étudiés (S15 et S25) et, au sein d'un même groupe, des différences entre la valeur d'avant endommagement (0 serrage) et les différents cycles réalisés.

Pour information, cette technique, malgré une profondeur de champ augmentée par rapport à la microscopie confocale n'a pas permis de mesurer l'évolution des paramètres de rugosité de la connexion interne de l'implant lié à la déviation du faisceau transmis lors des mesures.

II.2.3.C Paramètres de rugosité étudiés

Cette étude se focalise sur l'analyse des paramètres définis, selon la norme ISO 25178 : S_a , S_q , S_z , S_{Sk} , S_{Ku} selon les paramètres d'ondulation et de rugosité obtenus après traitement du profil primaire sur un méplat de chaque pilier implantaire et sur chaque partie filetée des vis implantaires.

Une étude préalable effectuée sur une cale étalonnée, confirmée par les travaux de Bezak *et al.*²⁷, a permis de constater que les mesures d'ondulation obtenues sur les dispositifs utilisés permettaient d'étudier les paramètres de 3^e ordre, tandis que les mesures de rugosité étaient en lien avec les paramètres de 4^e ordre. L'évolution de la topographie de 3^e ordre étant en lien avec l'endommagement des surfaces, seuls les paramètres d'ondulation ont finalement été interprétés.

- S_a (valeurs en microns) représente l'écart moyen de part et d'autre de la ligne de référence (ligne moyenne du profil), soit la moyenne arithmétique des valeurs absolues des hauteurs du profil (Figure II-17). Une évolution de ce paramètre met en évidence une usure des surfaces. Ce paramètre, selon les mesures d'ondulation est dénommé W_a .

$$S_a = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N |y_i| \quad (7)$$

Avec N = le nombre de points

y = écart entre chaque point par rapport à la ligne de référence

l = la longueur de base

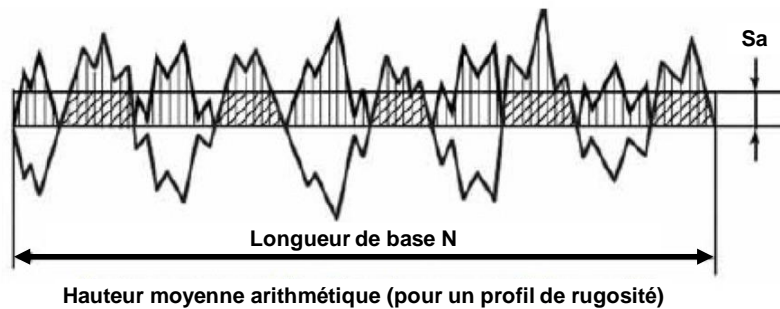


Figure II-17 Représentation schématique du paramètre S_a ²⁶

- S_q (valeurs en microns) représente l'écart moyen quadratique du profil sur une longueur de base, appelée valeur RMS (*Root Mean Square*), soit la moyenne quadratique des valeurs des hauteurs du profil (Figure II-18). S_q est plus représentative sur le plan statistique que S_a car elle prend mieux en compte les grands pics et les grands creux. Une augmentation de ces valeurs mettrait en évidence une répartition asymétrique des irrégularités. Ce paramètre, selon les mesures d'ondulation est dénommé W_q .

$$S_q = RMS = \left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (8)$$

Avec N = le nombre de points

y = écart entre chaque point par rapport à la ligne de référence

l = la longueur de base

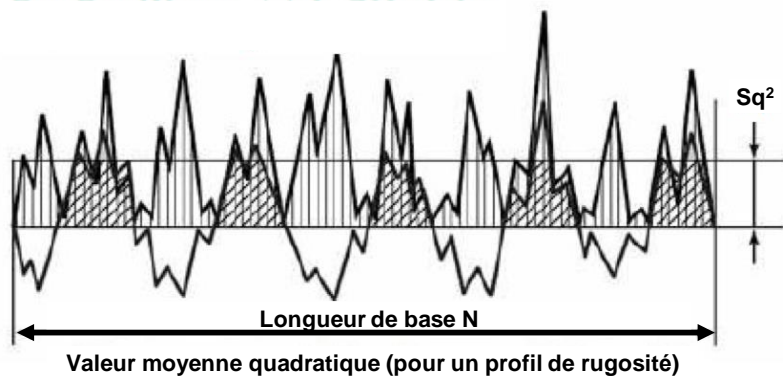


Figure II-18 Représentation schématique du paramètre S_q^{26}

- S_z (valeurs en microns) représentent l'écart absolu entre la hauteur maximale des pics et la profondeur maximale des vallées sur la longueur de base (Figure II-19). Une augmentation de ces valeurs mettrait en évidence que le profil présente des saillies ou des creux dont la hauteur maximum augmenterait en lien avec une usure des matériaux. Ce paramètre, selon les mesures d'ondulation est dénommé W_{max} .

$$S_z = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N R_{ti} \quad (9)$$

Avec N = le nombre de points

R_t = écart entre la hauteur maximale et la profondeur maximale

l = la longueur de base

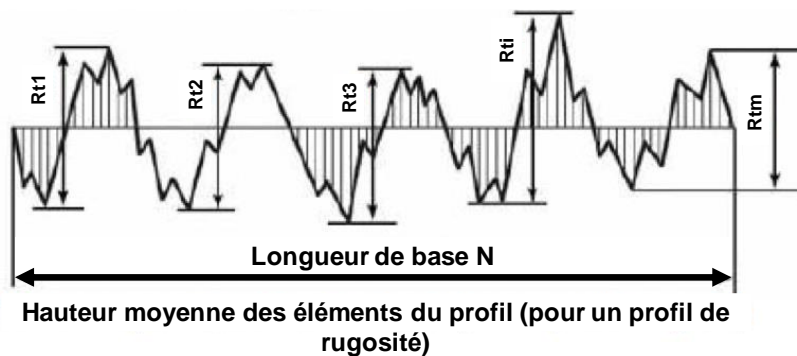


Figure II-19 Représentation schématique du paramètre S_z^{26}

- S_{sk} (*Skewness*) représente le coefficient d'asymétrie du profil. Cette valeur est obtenue par la courbe de distribution des amplitudes à l'intérieur d'une longueur d'évaluation (Figure II-20).

Un profil « normal » présente une répartition égale autour de la ligne de référence, la courbe suit alors une loi gaussienne et S_{sk} est égale à 0.

Quand $S_{Sk} < 0$, la courbe de distribution est asymétrique à gauche et fait référence à un profil « plein ». La surface possède alors un meilleur comportement au frottement.

Quand $S_{Sk} > 0$, la courbe de distribution est asymétrique à droite et fait référence à un profil « creux ». Ce paramètre, selon les mesures d'ondulation est dénommé W_{Sk} .

$$S_{Sk} = \frac{1}{S_q^3} \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i^3 \quad (10)$$

Avec S_q = écart moyen quadratique du profil sur une longueur de base

N = le nombre de points

y = écart entre chaque point par rapport à la ligne de référence

l = la longueur de base

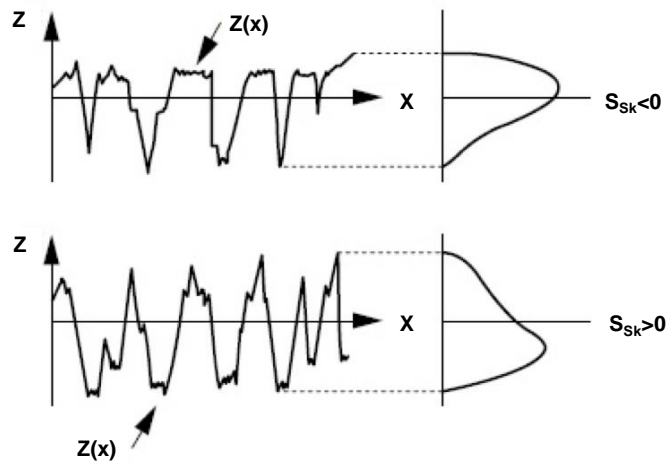


Figure II-20 Représentation schématique du paramètre S_{Sk} ²⁶

- S_{Ku} (*Kurtosis*) caractérise l'étalement ou l'aplatissement de la courbe de distribution d'amplitude (Figure II-21).

Un profil « normal » présente une majorité de points autour de la ligne de référence, et est égal à 3.

Quand $S_{Ku} < 3$, la distribution des points est large. Le profil est qualifié de « large ».

Quand $S_{Ku} > 3$, la distribution des points est serrée. Le profil est qualifié de « serré ».

Ce paramètre, selon les mesures d'ondulation est dénommé W_{Ku} .

$$S_{Ku} = \frac{1}{S_q^4} \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i^4 \quad (11)$$

Avec S_q = écart moyen quadratique du profil sur une longueur de base

N = le nombre de points

y = écart entre chaque point par rapport à la ligne de référence

l = la longueur de base

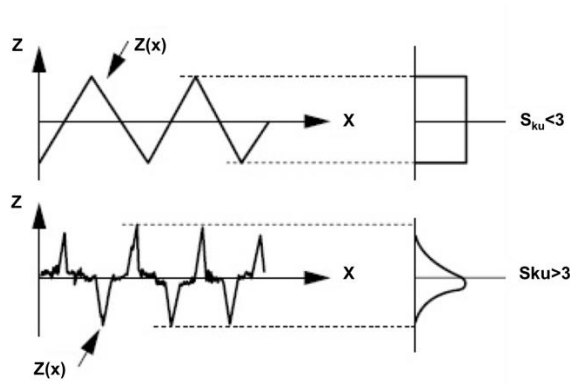


Figure II-21 Représentation schématique du paramètre S_{ku} ²⁶

II.2.4 Analyse du volume d'usure

L'analyse des volumes d'usure a pour but de mettre en évidence, d'un point de vue qualitatif, les usures observées après endommagement.

Cette étude a été faite à l'aide de :

- La tomographie 3D à rayons X
- Le profilomètre optique

II.2.4.A Tomographie 3D à rayons X

Cette technique a été utilisée pour visualiser l'évolution des surfaces en contact dans la connexion implantaire à travers les différents cycles de serrage/desserrage. Les mesures par tomographie ont été réalisées avec Olivier FERRY à l'aide du Nanotom™ Phoenix X-Ray™ (GE Measurement™, Massachusetts, États-Unis). La source de rayons X est un nano-foyer Phoenix GE (160kV, 15 W, 0,9µm) avec une tension de 180 kV. La résolution spatiale est de 0,9 µm à 50 µm.

Cette technique d'analyse, n'ayant qu'un but qualitatif, a été utilisée uniquement sur les échantillons assemblés E et Z, tout au long des 40 cycles de serrage/desserrage suivant le Tableau II-2.

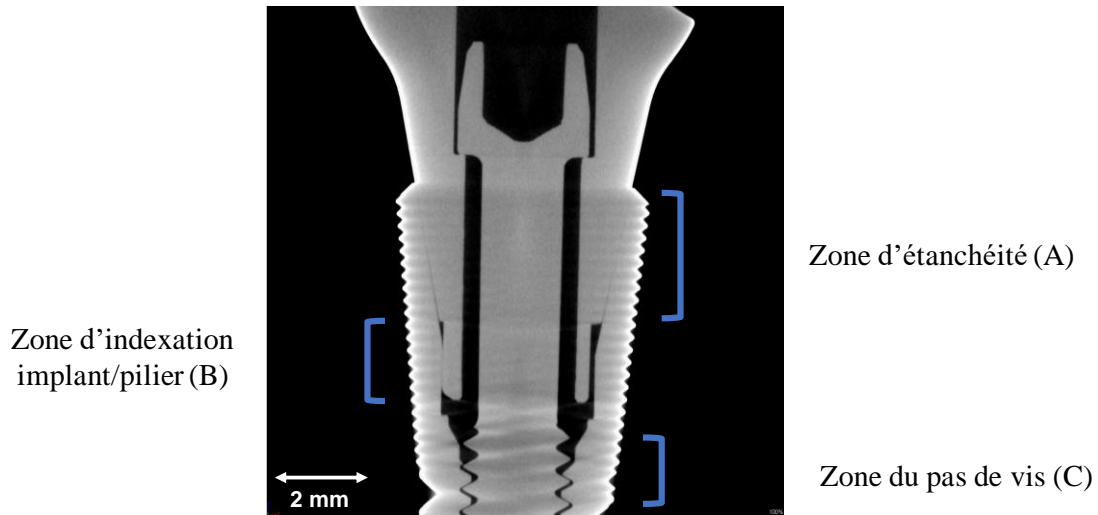
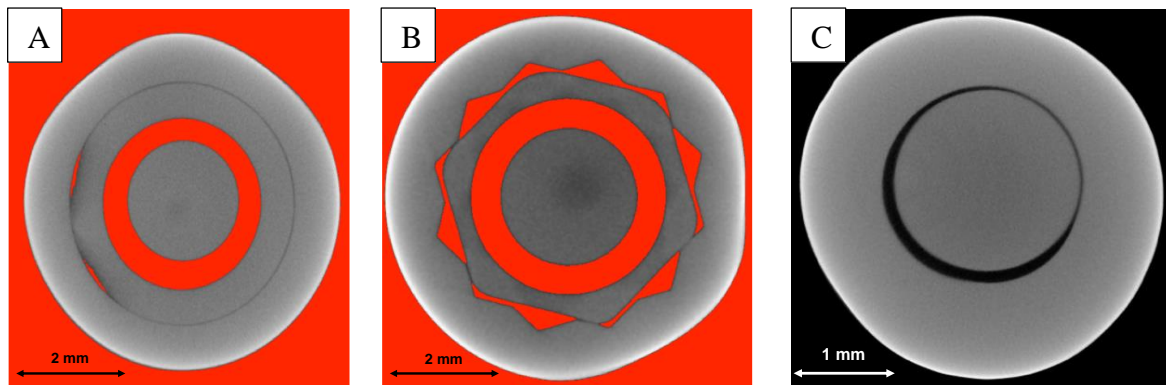


Figure II-22 Délimitation des zones étudiées au niveau de la connexion implantaire à l'aide du tomographe et logiciel ImageJ™



Figures II-23 Imageries obtenues par Tomographie 3D couplé au logiciel ImageJ™ montrant les zones de non-contact au sein de la connexion implantaire : A : partie haute de la connexion ; B : Zone d'indexation pilier/implant ; C : Zone du pas de vis

➤ Analyse d'image à l'aide du logiciel imageJ™

Les séquences d'images obtenues ont ensuite été analysées à l'aide du logiciel imageJ™, qui est un logiciel « *open source* » multiplateforme de traitement et d'analyse d'images développé par le National Institutes of Health. Ce logiciel permet d'étudier l'évolution des surfaces en contact entre l'implant, le pilier et la vis au sein de la connexion implantaire au cours des différents cycles de vissage/dévisage selon les deux couples de serrage étudiés. Pour ce faire, les séries d'images correspondant aux zones d'intérêt étudiées ont été sélectionnées, puis calibrées grâce à la fonction « *set scale* » permettant par la suite d'obtenir des mesures des éléments. Pour faciliter les calculs, les images sont ensuite transformées en 8bits.

L'analyse de la connexion implantaire, à l'aide d'imageJ™ se fera à trois niveaux (Figure II-22) :

- La partie haute de la connexion : où l'implant et le pilier sont fortement en contact qui permet de garantir l'étanchéité de la connexion
- La partie basse de la connexion : où l'indexation entre l'implant et le pilier a lieu ;
- La zone du pas de vis : au niveau des cinq premières spires de la vis implantaire.

Le calcul de l'évolution des surfaces de contact est étudié par la variation des volumes de « non-contact ». En effet, idéalement, au sein de la connexion, l'ensemble des éléments implant/pilier/vis doivent être en contact pour assurer une meilleure stabilité de cette dernière. Dans les faits, les surfaces de contact sont plus restreintes et limitées aux parties les plus saillantes (Figures II-23). L'étude des non-contacts ou « zones de vides » permet par analogie de voir l'évolution des surfaces de contact. Ainsi, plus le volume de vide augmente, moins les éléments implantaires sont en contact.

➤ Analyse des volumes de vide

L'analyse des zones de vides est possible grâce à l'application d'un seuillage à l'aide du filtre « *threshold* ». Après avoir délimité les zones d'intérêt, le pourcentage et les dimensions des « zones de vide » sont obtenus à l'aide de la fonction « *analyse particles* ».

Les valeurs obtenues ne pouvant donner lieu à des analyses statistiques, les écart-types sont donnés selon l'erreur systématique.

II.2.4.B Profilomètre optique

L'analyse du volume d'usure sur les échantillons de fretting-corrosion ont été réalisées à l'aide du profilomètre optique NT9100 de la Bruker Nanoscope™ (ex Veeco™, ex Wyko™, Bruker™, Massachusetts, Etats-Unis). Les mesures effectuées grâce au profilomètre et avec l'aide d'Albert BOYER, ont permis de déterminer le volume d'usure grâce au logiciel Vision™. Selon la norme DIN EN 50321, l'usure peut être caractérisée par n'importe quel changement de longueur, volume ou masse.²⁸

➤ Analyse des volumes d'usure

Le volume d'usure a été calculé en fonction de la géométrie des différentes surfaces S (en μm^2) d'usure observée après endommagement, qui pouvait être de forme rectangulaire ou de type trapézoïdale (Figure II-24).

$$\text{Surface rectangulaire : } S = L \cdot h \quad (12)$$

$$\text{Surface trapézoïdale : } S = (L1 + L2) \cdot \frac{h}{2} \quad (13)$$

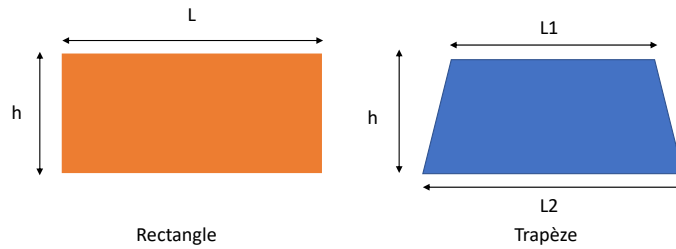


Figure II-24 Représentation schématique des paramètres mathématiques mesurés pour le calcul du volume d'usure

Cinq mesures de volume d'usure à l'aide du logiciel Vision™ (ex Veeco™, ex Wyko™, Bruker, Massachusetts, États-Unis) ont été réalisées sur chaque échantillon afin de déterminer une profondeur d'usure pondérée aux dimensions de chaque trace mesurée et étudier leur reproductibilité.

$$PD_p = \frac{VD_v}{S_m} \quad (14)$$

Avec PD_p = Profondeur D'usure Pondérée (μm)

VD_v = Volume D'usure mesurée à l'aide du logiciel Vision (μm)

S_m = Surface de trace d'usure Mesurée (μm^2)

Ces cinq profondeurs pondérées ont permis d'obtenir une profondeur d'usure moyenne.

$$PD_m = \frac{5PD_p}{5} \quad (15)$$

Avec PD_m = Profondeur D'usure Moyenne (μm)

PD_p = Profondeur D'usure Pondérée (μm)

La profondeur d'usure moyenne multipliée par la surface d'usure observée, a permis d'obtenir le volume d'usure total de chaque échantillon.

$$VD_t = PD_m \cdot S \quad (16)$$

Avec VD_t = Volume D'usure Totale (μm^3)
 PD_m = Profondeur D'usure Moyenne (μm)
 S = Surface d'usure (μm^2)

Le volume d'usure sur les échantillons de zircone ne pouvant être mesuré, lié au défaut de réflexion du faisceau transmis par le profilomètre optique, le volume d'usure n'a été mesuré que sur un échantillon de chaque série. De plus, ces mesures, étant opérateur dépendant, les valeurs observées permettent uniquement une vision qualitative et comparative.

II.2.4.C Calcul du taux d'usure

L'*American Society for Testing and Materials* (ASTM) définit le taux d'usure (*wear rate* ou *wear factor*) comme le “*rate of material removal or dimensional change due to wear per unit*”. La norme DIN EN 50324 (ASTM G99) définit ce même taux d'usure comme « le volume perdu divisé par la charge normale et la distance ». ²⁸ Ce taux d'usure permet ainsi de comparer les résultats obtenus à ceux de la littérature observé sur d'autres dispositifs, selon différentes sollicitations.

Le taux d'usure, k_v est dérivé de la loi de Preston Archard, qui suppose que la perte de volume, VD est proportionnelle à la charge normale et à la distance parcourue. ²⁹

$$k_v = \frac{VD}{F_N \cdot d} \quad (17)$$

Avec $k_v = \mu\text{m}^3/\text{N}/\text{m}$
 VD = volume d'usure en (μm^3)
 F_N = Force Normale de l'essai (N)
 d = distance parcourue (m)

II.2.5 Analyse du couple de desserrage

L'analyse du couple de desserrage a pour but d'étudier l'évolution de la précontrainte au fur et à mesure des cycles de serrages/desserrages. La précontrainte, étant la valeur nécessaire pour maintenir l'ensemble des éléments implantaire, le couple de desserrage, représentant la valeur nécessaire pour les désolidariser, sont donc étroitement lié.

La mesure du couple de desserrage est réalisée grâce à un capteur de force positionné dans un couplemètre. Ce dernier mesure ainsi la force nécessaire en fonction de la distance entre l'axe de rotation et le point d'application de force pour rompre la précontrainte.³⁰

$$C' = F \times d \quad (18)$$

Avec C' = Couple de desserrage (N.cm)

F = la force appliquée (N)

d = distance entre l'axe de rotation et le point d'application de force (cm)

Les mesures de couple de desserrage ont été faites à l'aide du couplemètre TOR11-D200X-00 (Blet™) présenté sur la Figure II-25. Les acquisitions sont réalisées avec une précision de 0,1 N.cm, dans une échelle de valeurs allant de 0 à 200 N.cm. Ce couplemètre a été étalonné par le fabricant pour garantir la fiabilité des mesures.



Figure II-25 Couplemètre TOR11-D200X-00™

L'ensemble des échantillons a été étudié, tout au long des 40 cycles de serrage/desserrage suivant le Tableau II-2. Les valeurs ont été consignées dans un tableur Excel. Un calcul de la moyenne, de l'écart-type, de l'intervalle de confiance a été réalisé. Les analyses statistiques qualitatives ont été menées à l'aide du logiciel GraphPad™ Prism7 (GraphPad™, Californie, États-Unis) à l'aide du test non-paramétriques de Kruskal-Wallis pour la réalisation de comparaisons multiples ($\alpha = 0,05$). La probabilité $p < 0,05$ a été considérée comme significative.

II.2.6 Analyses physico-chimiques en fretting-corrosion

Les études par fretting-corrosion donne lieu à différentes mesures informant sur les plusieurs mécanismes d'endommagement par tribocorrosion qui sont :

- Les potentiels libres de corrosion ;
- Les spectroscopies d'impédance électrochimique ;
- Les boucles de frottement ;
- L'énergie dissipée.

II.2.6.A Potentiel libre de corrosion

Le potentiel libre de corrosion (*Open Circuit Potential, OCP*), ou potentiel à l'abandon, est le potentiel reçu par un métal ou un alliage métallique donné par rapport à un électrolyte donné en fonction d'une électrode de référence. Il correspond au potentiel mixte entre les réactions anodique et cathodique. Le courant de corrosion total est alors nul. Le potentiostat fonctionne comme un voltmètre et mesure la différence de potentiel entre une électrode de référence et une électrode de travail.

Les mesures électrochimiques ont été réalisées à l'aide d'un potentiostat PARSTAT 2263 (Ametec™, Pennsylvanie, États-Unis). La masse flottante du dispositif permet d'éviter les « perturbations » extérieures : parasitage des ondes électromagnétiques, bruits sur les mesures de courant ou de potentiel par exemples.

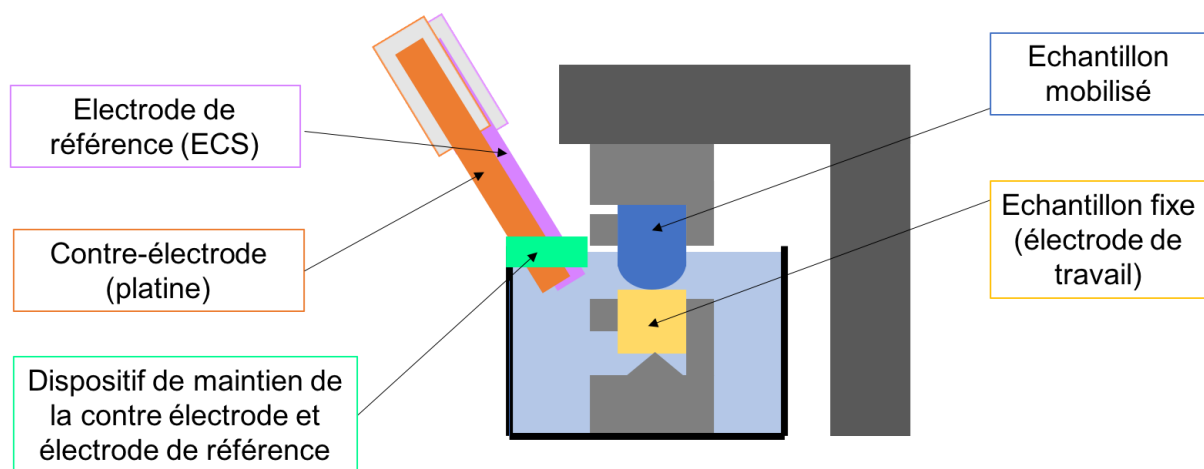


Figure II-26 Montage à trois électrodes utilisé pour les mesures électrochimique

Le montage utilisé est un montage à trois électrodes (Figure II-26) :

- L'électrode de travail est un des échantillons étudiés. Seules les surfaces frottées de chacun des échantillons métalliques, sont en contact avec la solution grâce à l'utilisation des plaquettes de zircalloy isolantes et du vernis qui isolent le reste des échantillons. L'électrode de travail est reliée au potentiostat par un fil de cuivre soudé (soudure par point) à l'échantillon ;
- La contre-électrode est en platine, et est positionnée en regard de la zone de contact des échantillons, à l'aide d'un dispositif de maintien facilitant son positionnement ;
- L'électrode de référence est une Électrode au Calomel Saturé (ECS, $E = +246 \text{ mV}$ (ESH) à $T = 22^\circ\text{C}$). Elle est placée entre les électrodes de travail et de référence à l'aide d'un dispositif de maintien facilitant son positionnement.

Selon les recommandations du comité de tribologie CEFRACOR sur l'acquisition des données électrochimique en tribocorrosion,³¹ les acquisitions des potentiels libres de corrosion ont suivi le déroulement défini par le Tableau II-4. Les valeurs obtenues ont ensuite été analysées individuellement et selon leurs moyennes.

Étape 1	Polarisation cathodique à $E = -1 \text{ V}$ (ECS) pendant 5 minutes
Étape 2	Sans frottement : mesure de l'OCP pendant 1h
Étape 3	Lors du frottement : mesure de l'OCP pendant 16h
Étape 4	Sans frottement : mesure de l'OCP pendant maximum 24h

Tableau II-4 Différentes étapes d'acquisition des données de potentiel libre de corrosion lors d'un essai de fretting-corrosion

II.2.6.B Spectroscopie d'impédance électrochimique

La spectroscopie d'impédance électrochimique (*Electrochemical Impedance Spectroscopy*, EIS) est une méthode transitoire qui permet de séparer les contributions des différents phénomènes chimiques et électrochimiques se déroulant à l'interface métal – solution, ainsi que celle de l'électrolyte compris dans l'espace inter-électrodes. Cette méthode consiste à mesurer la réponse de l'électrode face à une modulation sinusoïdale de faible amplitude du potentiel ΔE en fonction de la fréquence f où ω correspond à la pulsation ($2\pi f$).

$$E = E \sin(t) \quad (19)$$

Avec $E =$ Tension (v)
 $t =$ temps (s)

Un signal d'excitation de faible amplitude (± 10 mV) permet de rester sur un domaine pseudo-linéaire. La perturbation sinusoïdale du potentiel induit un courant sinusoïdal ΔI , superposé au courant stationnaire, et déphasé d'un angle φ par rapport au potentiel

$$I = I \sin(\omega t + \varphi) \quad (20)$$

Avec I = Intensité (A)

t = temps (s)

ω = pulsation (rad/s)

φ = angle solide (rad)

Ces deux signaux, par l'intermédiaire d'un enregistreur X – Y permet de tracer le cycle de Lissajous (Figure II-27).

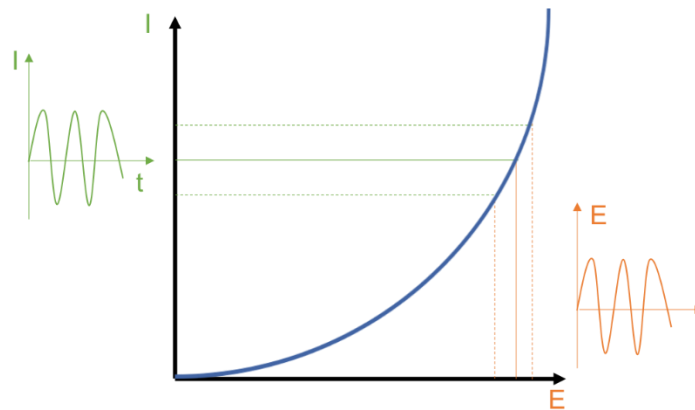


Figure II-27 Cycle de Lissajous

L'impédance $Z(\omega)$ du système est le rapport entre la tension sinusoïdale imposée et le courant résultant, et peut-être définie par un nombre complexe :

$$Z = \frac{I}{E} = \frac{E e^{j\omega t}}{I e^{j(\omega t + \varphi)}} = Z e^{j\varphi} = Z \cos\varphi + j Z \sin\varphi \quad (21)$$

Avec Z = Impédance (ohm)

E = Tension (v)

I = Intensité (A)

j = symbole imaginaire

t = temps (s)

ω = pulsation (rad/s)

φ = angle solide (rad)

L'impédance peut ainsi être représentée en coordonnées polaires par son module $|Z|$ et sa phase φ (diagramme de Bode) ou en coordonnées cartésiennes par sa partie réelle et sa partie imaginaire (diagramme de Nyquiste, Figure II-28).

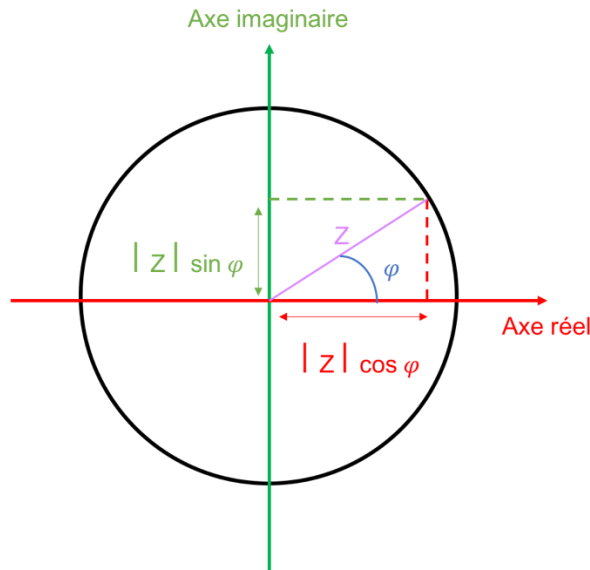


Figure II-28 Diagramme de Nyquist

Les acquisitions des spectroscopies d'impédance ont suivi le déroulement défini dans le Tableau II-5.

Étape 1	Polarisation cathodique à $E = -1$ V (ECS) pendant 5 minutes
Étape 2	Sans frottement : mesure de l'OCP pendant 1h + mesure de 1 EIS à la fin de la mesure
Étape 3	Lors du frottement : mesure de l'OCP pendant 16h + mesure de 30 EIS régulièrement échelonnées pendant 16h
Étape 4	Sans frottement : mesure de l'OCP pendant maximum 24h + mesure de 1 EIS au bout de 20 minutes

Tableau II-5 Différentes étapes d'acquisition des données lors d'un essai de fretting-corrosion

L'impédance d'un système électrochimique correspond généralement à celle d'un circuit électrique équivalent composé d'éléments passifs, tels que des résistances, des capacités et des inductances (Tableau II-6).

Composant électrique	Impédance	Unité
Résistance R	R	[Ω]
Capacitance C	$\frac{1}{jC\omega}$	[F]
Élément à Phase Constante (CPE) Q	$\frac{1}{Q}(j\omega)^{-n}$	[F]
Inductance L	$jL\omega$	[H]

Tableau II-6 Impédances des composants électriques élémentaires

Un circuit électrique équivalent ne remplace pas un modèle physique mais doit être le plus représentatif possible pour permettre de visualiser le comportement électrique d'une électrode.³² Dans cette étude, l'impédance de l'interface électrode – solution a été calculée à l'aide de deux types de circuits équivalent (Figure II-29).

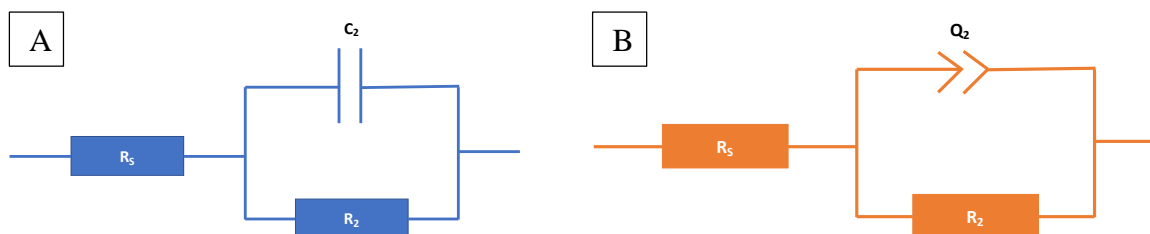


Figure II-29 Circuits électriques équivalents utilisés pour le calcul de R_s , R_2 , C_2 et Q_2 : A : Circuit $R_s + R_2 / C_2$; B : Circuit $R_s + R_2 / Q_2$

Le circuit A est composé d'une résistance en série, R_s représentant la résistance de la solution salivaire, et en parallèle, d'un condensateur (accumulation des charges à la surface du matériau métallique) C_2 et, une résistance (déplacement des charges) R_2 , représentant le comportement électrochimique des échantillons étudiés.

Le circuit B est composé d'une résistance en série, R_s représentant la résistance de la solution salivaire, et en parallèle, d'un élément à phase constante (*Constante Phase Element*, CPE, paramètres Q_2 et n) et une résistance R_2 , représentant le comportement électrochimique des échantillons étudiés.

L'ajustement du modèle aux points expérimentaux a été réalisé avec un logiciel spécifique : EC-lab™ (Bio-Logic Science Instruments™, Seyssinet-pariset, France). Ces mesures et calculs permettent d'étudier le comportement électrochimique de l'électrode de travail (couple d'échantillon étudié) dans la solution jusqu'à la contre électrode (platine). Le tout est régulé par une électrode de référence (Électrode au Calomel Saturé, ECS). Chaque expérimentation a été étudiée individuellement puis présentée à l'aide des moyennes pour faciliter la comparaison des différents couples.

II.2.6.C Boucles de frottement

Les boucles de frottement entre deux corps sont la représentation graphique de l'effet d'une force F (N) soumise à un déplacement alternatif δ (mètre).

La forme des hystérèses obtenues permet de différencier les régimes de glissement total et les régimes de glissement partiel (Figure II-30) qui mettent en évidence des contacts « élastiques » sans déplacement.

Les boucles de frottement ont été réalisées à l'aide du logiciel Matlab™ (The MathWorks™, Massachusetts, États-Unis).

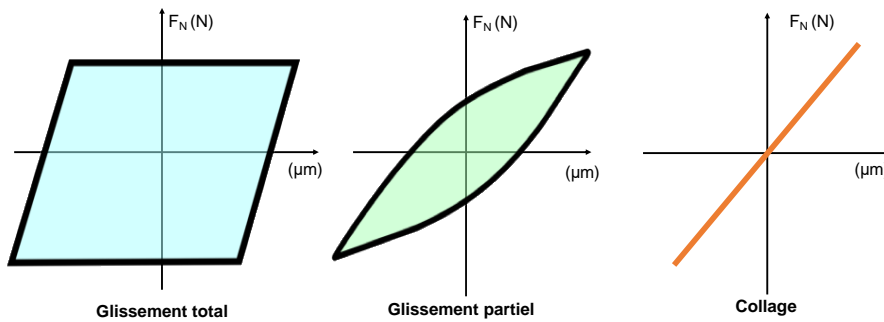


Figure II-30 Courbe Force/Déplacement

II.2.6.D Énergie dissipée

L'énergie dissipée s'exprime par la relation entre une force et son déplacement.

$$E = F \cdot \delta \quad (22)$$

Avec E : Énergie dissipée (J)

F : Force du déplacement (N)

δ : Déplacement (m)

On peut ainsi en déduire que l'énergie dissipée E_d (en Joules) correspond à l'aire de chaque boucle de frottement durant toute la durée du frottement.

$$E_d = \sum F \cdot \delta \quad (23)$$

Les calculs d'énergie dissipée ont été réalisés à l'aide du logiciel Matlab™ (The MathWorks™, Massachusetts, États-Unis). Les valeurs obtenues ont ensuite été analysées selon leurs moyennes, écart-types et intervalles de confiance.

Bibliographie :

1. Weiss EI, Kozak D, Gross MD. Effect of repeated closures on opening torque values in seven abutment-implant systems. *J Prosthet Dent.* 2000;84:194–9.
2. Bacchi A, Paludo L, Ferraz Mesquita M, Schuh C, Federizzi L, Oro Spazzin A. Loosening torque of prosthetic screws in metal–ceramic or metal–acrylic resin implant-supported dentures with different misfit levels. *J Biomech.* 2013;46:1358–62.
3. Siamos G, Winkler S, Boberick KG. Relationship between implant preload and screw loosening on implant-supported prostheses. *J Oral Implantol.* 2002;28:67–73.
4. Krishnan V, Tony Thomas C, Sabu I. Management of abutment screw loosening: review of literature and report of a case. *J Indian Prosthodont Soc.* 2014;14:208–14.
5. Farina AP, Spazzin AO, Consani RLX, Mesquita MF. Screw joint stability after the application of retorque in implant-supported dentures under simulated masticatory conditions. *J Prosthet Dent.* 2014;111:499–504.
6. Shin Y-G, Kim S-Y, Lee H-K, Jeong C-M, Lee S-H, Huh J-B. Effect of Double Screw on Abutment Screw Loosening in Single-Implant Prostheses. *Int J Prosthodont.* 2016;29:445–7.
7. Winkler S, Ring K, Ring JD, Boberick KG. Implant screw mechanics and the settling effect: overview. *J Oral Implantol.* 2003;29:242–5.
8. Gross M, Kozak D, Laufer B-Z, Weiss EI. Manual closing torque in five implant abutment systems: An in vitro comparative study. *J Prosthet Dent.* 1999;81:574–8.
9. Tzenakis GK, Nagy WW, Fournelle RA, Dhuru VB. The effect of repeated torque and salivary contamination on the preload of slotted gold implant prosthetic screws. *J Prosthet Dent.* 2002;88:183–91.
10. Al Rafee MA, Nagy WW, Fournelle RA, Dhuru VB, Tzenakis GK, Pechous CE. The effect of repeated torque on the ultimate tensile strength of slotted gold prosthetic screws. *J Prosthet Dent.* 2002;88:176–82.
11. Cerutti-Kopplin D, Rodrigues Neto DJ, Lins do Valle A, Pereira JR. Influence of reverse torque values in abutments with or without internal hexagon indexes. *J Prosthet Dent.* 2014;112:824–7.
12. Rodrigues Neto DJ, Cerutti-Kopplin D, do Valle AL, Pereira JR. A method of assessing the effectiveness of the friction fit interface by measuring reverse torque. *J Prosthet Dent.* 2014;112:839–42.
13. Cerutti-Kopplin D, Rodrigues Neto DJ, Do Valle AL, Pereira JR, Pinho LGND. Reverse torque values in indexed abutments. *J Res Dent.* 2013;1:192.
14. Guzaitis KL, Knoernschild KL, Viana MAG. Effect of repeated screw joint closing and opening cycles on implant prosthetic screw reverse torque and implant and screw thread morphology. *J Prosthet Dent.* 2011;106:159–69.
15. Weiss EI, Kozak D, Gross MD. Effect of repeated closures on opening torque values in seven abutment-implant systems. *J Prosthet Dent.* 2000;84:194–9.
17. Gilles G, Hammami W, Libertiaux V, Cazacu O, Yoon JH, Kuwabara T, et al. Experimental characterization and elasto-plastic modeling of the quasi-static mechanical response of TA-6V at room temperature. *Int J Solids Struct.* 2011;48:1277–89.
18. Vuuren DJ van, Laubscher RF. Surface Friction Behaviour of Anodized Commercially Pure Titanium Screw Assemblies. *Procedia CIRP.* 2016;45:251–4.
19. Souza JCM, Barbosa SL, Ariza E, Celis J-P, Rocha LA. Simultaneous degradation by corrosion and wear of titanium in artificial saliva containing fluorides. *Wear.* 2012;292–293:82–8.

20. Apaza-Bedoya K, Tarce M, Benfatti C a. M, Henriques B, Mathew MT, Teughels W, et al. Synergistic interactions between corrosion and wear at titanium-based dental implant connections: A scoping review. *J Periodontal Res.* 2017
21. Mathew MT, Kerwell S, Lundberg HJ, Sukotjo C, Mercuri LG. Tribocorrosion and oral and maxillofacial surgical devices. *Br J Oral Maxillofac Surg.* 2014;52:396–400.
22. Revathi A, Borrás AD, Muñoz AI, Richard C, Manivasagam G. Degradation mechanisms and future challenges of titanium and its alloys for dental implant applications in oral environment. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl.* 2017;76:1354–68.
23. Rodrigues DC, Valderrama P, Wilson TG, Palmer K, Thomas A, Sridhar S, et al. Titanium Corrosion Mechanisms in the Oral Environment: A Retrieval Study. *Mater Basel Switz.* 2013;6:5258–74.
24. Pohler OEM. Unalloyed titanium for implants in bone surgery. *Injury.* 2000 Dec;31:D7–13.
25. Raphet B. États de surface. *Tech Ing* 2008.
27. Bezak T, Kusy M, Elias M, Kopcek M. Surface roughness determination using laser scanning confocal microscope zeiss LSM 700. *Metal* 2013. 2013.
28. Woydt M. Application des données tribologiques des matériaux. *Tech Ing.* 2004.
29. Felder E, Montmitonnet P. Théorie de l'usure - Mesure, caractérisation des contacts et vitesse d'usure. *Tech Ing.* 2015.
30. Gamac N. Mesure de force et de couple. *Tech Ing.* 2008
31. Mischler S, Ponthiaux P. A round robin on combined electrochemical and friction tests on alumina/stainless steel contacts in sulphuric acid. *Wear.* 2001;248:211–25.
32. Azzi M, Szpunar JA. Tribo-electrochemical technique for studying tribocorrosion behavior of biomaterials. *Biomol Eng.* 2007;24:443–6.

Webographie :

16. Implants dentsply web [Internet]. [cited 2018 Sep 12]. Available from: <https://www.dentsplysirona.com/fr-fr/produits/implants.html>
26. Rugosité de surface spécifiée par la norme ISO 25178 | Paramètres de rugosité surfacique | Paramètres de rugosité de surface spécifiés par la norme ISO 25178 | KEYENCE International Belgium(Français) [Internet]. [cited 2018 Sept 19]. Available from: <https://www.keyence.eu/frfr/ss/products/microscope/roughness/surface/index.jsp>

III . Caractérisation des matériaux

III.1	TITANE PUR (GRADE 4)	98
III.1.1	Composition chimique	98
III.1.2	Structure cristallographique	102
III.1.3	Microstructure	103
III.1.4	Propriétés mécaniques	105
III.2	ALLIAGE DE TITANE (GRADE 5)	106
III.2.1	Composition chimique	106
III.2.2	Structure cristallographique	108
III.2.3	Microstructure	111
III.2.4	Propriétés mécaniques	115
III.3	ZIRCONE YTTRIEE	116
III.2.5	Composition chimique	116
III.2.6	Structure cristallographique	117
III.2.7	Microstructure	119
III.2.8	Propriétés mécaniques	120
III.3	CE QU'IL FAUT RETENIR...	121
	BIBLIOGRAPHIE	122
	WEBOGRAPHIE	122

Au sein des connexions implantaire, plusieurs matériaux peuvent être utilisés. Les plus utilisés sont le titane pur et le titane allié suite aux travaux de Bränemark qui a mis en évidence leur ostéo-intégration dans les os maxillaires ;¹ et plus récemment, la zircone yttrée pour satisfaire aux demandes esthétiques.

Cette partie est consacrée à la présentation de ces 3 biomatériaux avant endommagement afin de mieux appréhender par la suite leur comportement après contraintes.

III.1 Titane pur (grade 4)

Ce matériau facile à usiner est habituellement utilisé pour la fabrication des implants dentaires, mais également de certains piliers implantaires.

III.1.1 Composition chimique

Selon *l’American Society for Testing Materials* (ASTM), le titane de grade 4 correspond à un titane dit comme commercialement « pur » composé de titane à plus de 99%. Les 1% restant sont composés de fer, d’oxygène, d’azote, de carbone, ou d’hydrogène.² La composition des échantillons a été vérifiée par analyse EDS/MEB sur chaque type d’échantillon étudié.

III.1.1.A Implants dentaires

Les implants utilisés dans l’étude sur le serrage sont, selon les informations du fabricant, en titane pur de grade 4. La Figure III-1 présente un spectre réalisé sur un des échantillons. Leur identification met majoritairement en évidence la présence de titane.

L’analyse semi-quantitative est présentée dans le Tableau III-1. Elle met en évidence une présence de titane légèrement inférieur aux données attendues. Toutefois, cette technique d’analyse présentant un degré d’incertitude permet de confirmer la composition des échantillons en titane de grade 4.

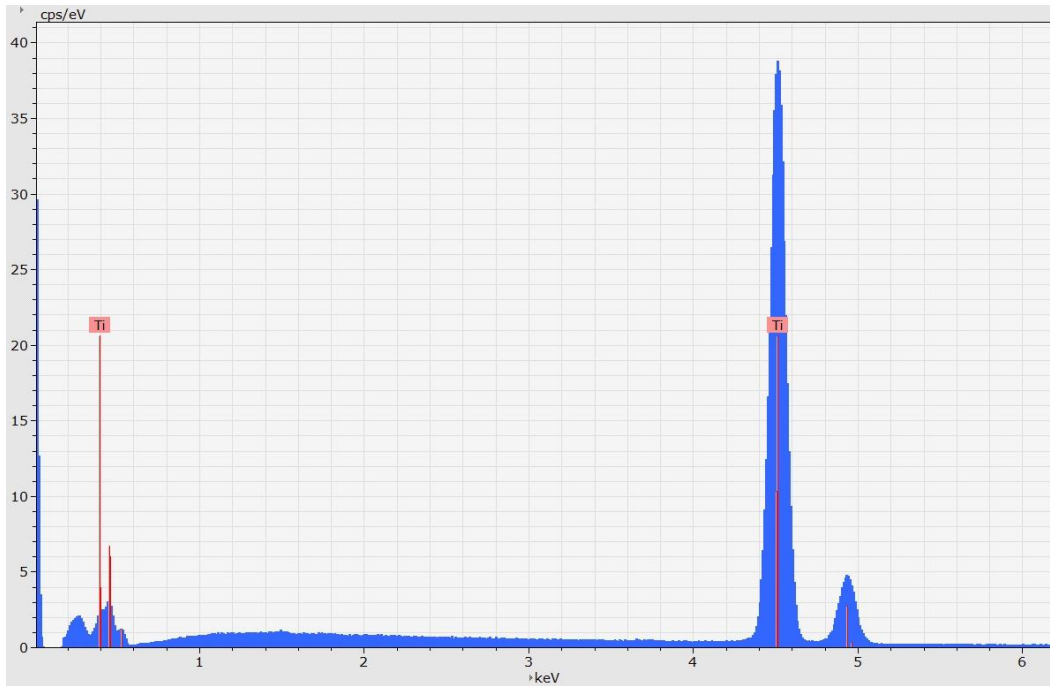


Figure III-1 Spectre EDS obtenu sur un implant dentaire OsseoSpeed™ (Dentsply Implant™)

Composition (% masse vol.)	Titane	Fer	Oxygène	Carbone	Hydrogène
Implant 1	97,0	0,2	1,8	1,0	Ø
Implant 2	97,0	0,1	1,8	1,1	Ø
Implant 3	96,9	0,1	2,1	0,9	Ø
Implant 4	96,1	0,1	2,2	1,6	Ø
Implant 5	95,1	0	2,7	2,2	Ø
Moyenne	96,4	0,1	2,1	1,4	Ø
Écart-type	0,8	0,1	0,4	0,6	Ø
Intervalle de confiance	0,7	0,1	0,3	0,5	Ø

Tableau III-1 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur un implant dentaire OsseoSpeed™ (Dentsply Implant™)

III.1.1.B Piliers implantaires

Les piliers implantaires utilisés dans l'étude sur le serrage sont, selon les informations du fabricant, en titane pur de grade 4. La Figure III-2 présente un spectre réalisé sur un des échantillons. Leur identification met en évidence la présence de titane mais également d'aluminium et de vanadium.

Les analyses semi-quantitatives (Tableau III-2) ne permettent pas de confirmer que ces échantillons sont en titane de grade 4. Pour s'assurer de la fiabilité des résultats, ces expérimentations ont été conduites sur différents piliers et ont toutes permis de conclure sur le fait que ces échantillons sont en titane allié de type Ti-6Al-4V s'apparentant au titane de grade 5. Ces échantillons seront donc étudiés dans la section III.2.

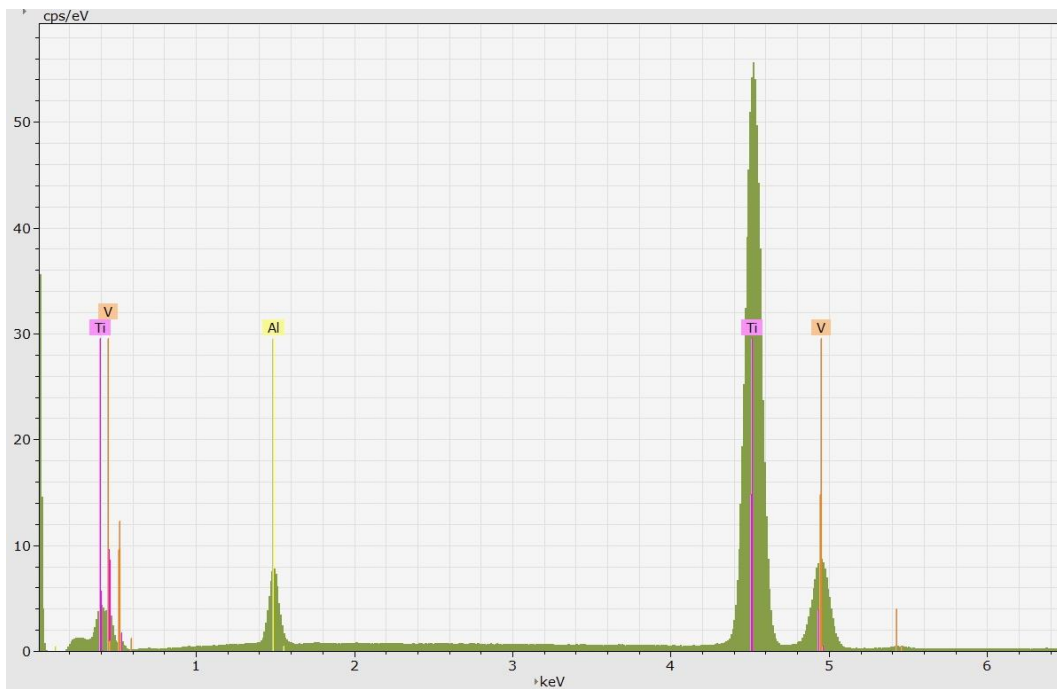


Figure III-2 Spectre EDS obtenu sur un pilier implantaire TiDesign™ (Dentsply Implant™)

Composition (% masse vol.)	Titane	Aluminium	Vanadium	Fer	Oxygène	Carbone	Hydrogène
Pilier 1	87,5	5,0	2,6	0,2	0	4,6	Ø
Pilier 2	89,4	5,6	0,8	0	0	4,3	Ø
Pilier 3	87,4	4,2	3,8	0,3	0	4,4	Ø
Pilier 4	89,0	5,5	1,0	0,1	0	4,5	Ø
Pilier 5	88,6	5,1	1,9	0,1	0	4,4	Ø
Moyenne	88,4	5,1	2,0	0,1	0	4,4	Ø
Écart-type	0,9	0,6	1,2	0,1	0	0,1	Ø
Intervalle de confiance	0,8	0,5	1,1	0,1	Ø	0,1	Ø

Tableau III-2 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur un pilier implantaire TiDesign™ (Dentsply Implant™)

III.1.1.C Échantillons de titane pur pour expérimentation de fretting-corrosion

Les échantillons de titane pur achetés auprès de la société Carpenter™ sont, selon les informations du fabricant en titane pur de grade 4. La Figure III-3 présente un spectre obtenu sur un des échantillons. La présence majoritaire de titane est confirmée par l'identification des pics.

L'analyse semi-quantitative est présentée dans le Tableau III-3. Elle met en évidence une présence de titane légèrement inférieure aux données attendues. Toutefois, cette technique d'analyse présentant un degré d'incertitude permet de confirmer la composition des échantillons en titane de grade 4. Pour faciliter la lecture du manuscrit, ils seront dénommés Ti à partir cette section.



Figure III-3 Spectre EDS obtenu sur échantillon de titane pur

Composition (% masse vol.)	Titane	Fer	Oxygène	Carbone	Hydrogène
Ti 1	96,1	0	2,3	1,6	Ø
Ti 2	96,5	0	1,7	1,8	Ø
Ti 3	95,3	0,1	2,3	2,3	Ø
Ti 4	95,6	0,1	3,5	0,8	Ø
Ti 5	95,7	0	2,5	1,6	Ø
Moyenne	99,92	0	2,5	1,6	Ø
Écart-type	0,013	0	0,7	0,5	Ø
Intervalle de confiance	0,011	0	0,6	0,5	Ø

Tableau III-3 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur un échantillon de titane pur

III.1.2 Structure cristallographique

L'analyse des structures cristallographiques par DRX et MET a été réalisée sur les implants dentaires et les échantillons Ti.

III.1.2.A Implants

L'analyse cristallographique par DRX des implants OsseoSpeed™ (Dentsply Implant™) est présentée dans la Figure III-4. Cette analyse révèle une structure cristallographique de type hexagonal réalisée à l'aide de la fiche JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standard*) 44-1294 qui figure en rouge sur le spectrogramme. Le groupe d'espace est de type P63/mmc (Figure III-5).

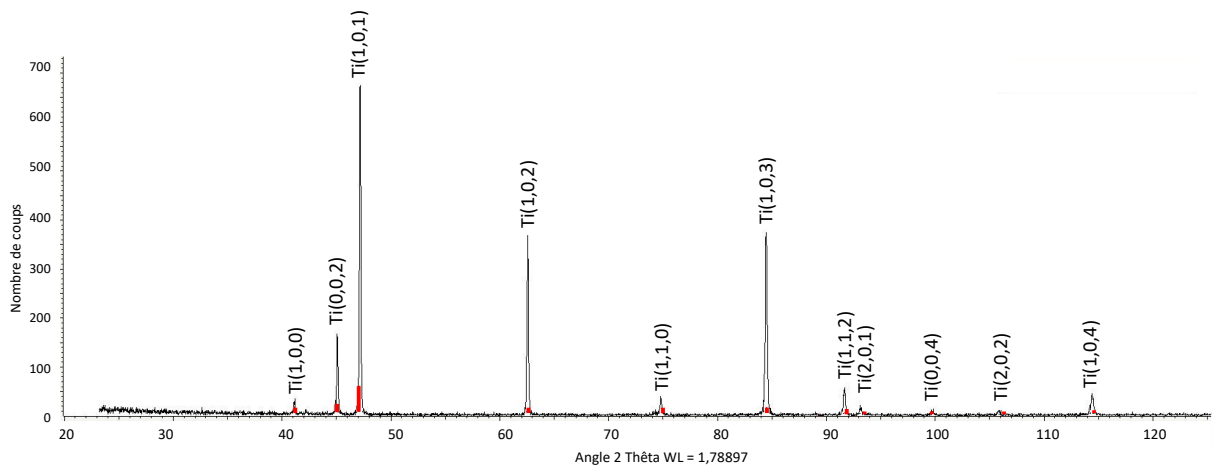


Figure III-4 Spectrogramme réalisé sur un implant dentaire OsseoSpeed™ (Dentsply Implant™)

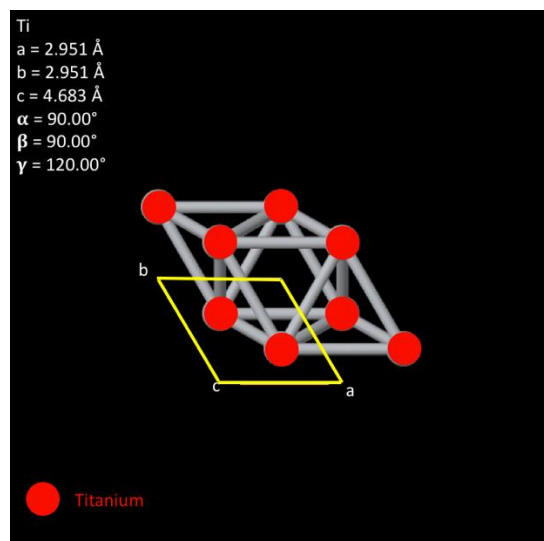


Figure III-5 Représentation du réseau de Bravais du Titane P63/mmc (d'après³)

III.1.2.B Échantillons Ti pour expérimentation de fretting-corrosion

L'analyse cristallographique par DRX des échantillons Ti est présentée dans la Figure III-6. La fiche JCPDS 44-1294 (en rouge) qui a été utilisée pour indexer le spectrogramme révèle une structure cristallographique de type hexagonal. Le groupe d'espace est de type P63/mmc (Figure III-5).

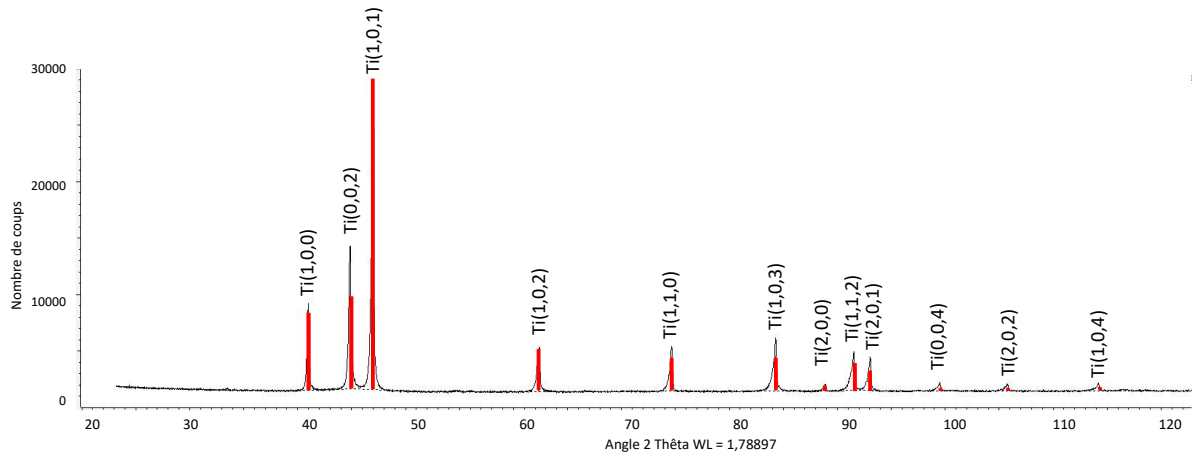


Figure III-6 Spectrogramme réalisé sur un échantillon Ti

III.1.3 Microstructure

L'analyse de la microstructure du titane de grade 4 au MEB (Figure III-7), après polissage et attaque chimique au réactif de Kroll n'a pas permis de mettre en évidence sa microstructure. L'imagerie MEB permet de constater que ce matériau est monophasé. Le diagramme de phase du titane démontre que ce dernier à température ambiante est monophasique et se présente uniquement sous sa phase α (Figure III-8).

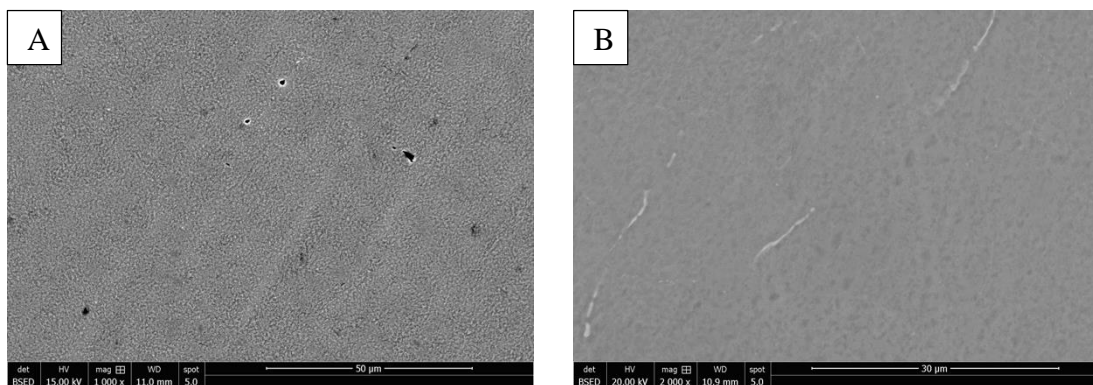


Figure III-7 Imagerie MEB du titane de grade 4 : A : implant Osseospeed™ (Dentsply Implant™) ; B : Ti

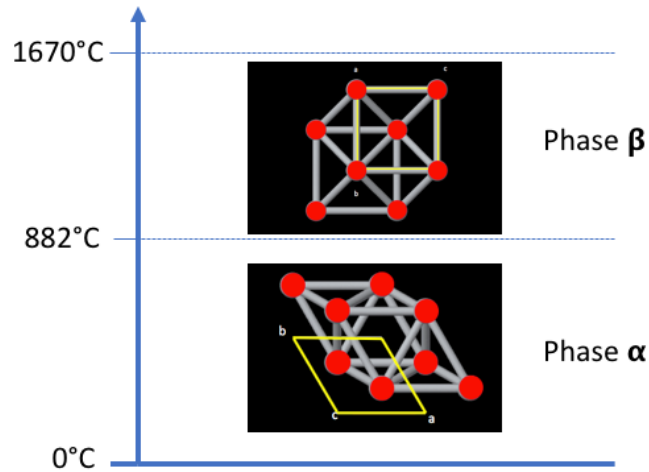


Figure III-8 Diagramme de phase du Titane

L'imagerie MET (Figure III-9 et Tableau III-4) met en évidence la présence d'un seul grain au sein de la lame avec une orientation préférentielle

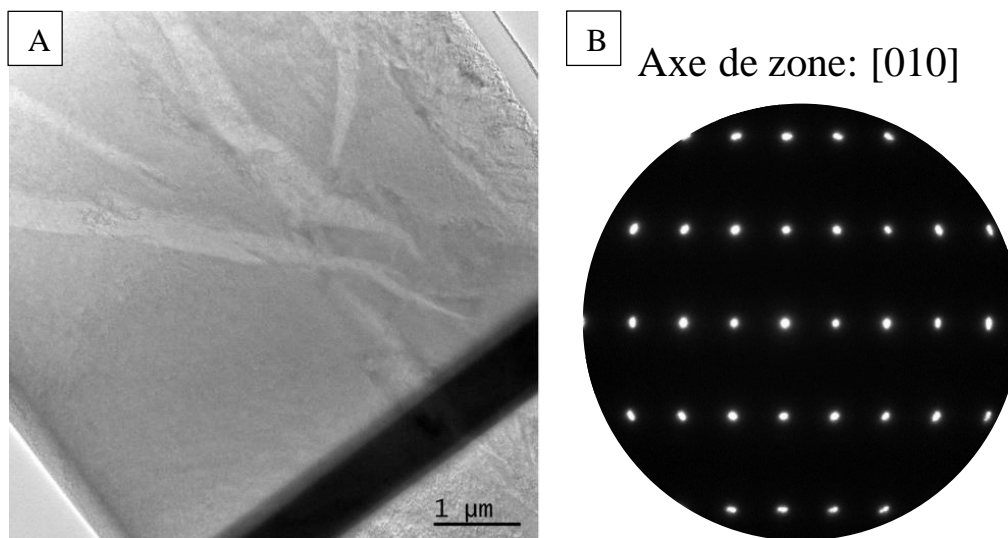


Figure III-9 Imagerie MET sur un échantillon Ti : A : Image STEM-BF ; B : Image de diffraction correspondante

dhkl mesurées (\AA)	dhkl théoriques (\AA)	hkl
2,57	2,55	100
2,25	2,24	101
4,80	4,68	001

Tableau III-4 Comparaison des mesures effectuées sur l'image de diffraction réalisée sur Ti en fonction des mesures théoriques et réseau (hkl) correspondant

III.1.4 Propriétés mécaniques

Le titane de grade 4 est un matériau résistant et ductile dont les principales caractéristiques physiques sont présentées dans le Tableau III-5.

La résistance à la corrosion du titane de grade 4 est excellente grâce à la couche d'oxydes (TiO_2) qui se forme spontanément en présence d'oxygène. Cette couche de quelques microns contribue à ses propriétés de biocompatibilité.⁴

Titane de grade 4	Unité	Valeurs
Module d'élasticité⁵	GPa	102
Module de compression⁶	GPa	110
Module de cisaillement⁶	GPa	45
Limite d'élasticité⁵	MPa	483
Résistance à la traction⁵	MPa	550
Dureté Vickers⁷	HV	340
Résistance électrique⁶	$\Omega \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{m}^{-1}$	0,55

Tableau III-5 Principales caractéristiques physiques du titane de grade 4 (Les données présentées sont issues de la littérature et ont été mesurées sur des échantillons aux microstructures différentes)

III.2 Alliage de titane (grade 5)

Ce titane allié à l'aluminium et au vanadium est utilisé en implantologie, pour la fabrication des implants dentaires,⁸ des piliers et des vis implantaires.

III.2.1 Composition chimique

Selon l'ASTM, le titane de grade 5 correspond à un alliage de titane composé principalement d'atomes de titane (à 90%), d'aluminium (à 6%) et de vanadium (à 4%). Les impuretés qui peuvent être retrouvées sont principalement du fer, de l'oxygène, de l'azote, du carbone, ou de l'hydrogène.² La composition des échantillons a été vérifiée par analyses MEB/EDS sur chaque type d'échantillon étudié..

III.2.1.A Vis implantaires

Les vis implantaires utilisées dans l'étude sur le serrage sont, selon les informations du fabricant en titane allié de grade 5. La Figure III-10 présente un spectre réalisé sur un des échantillons. Leur identification met majoritairement en évidence la présence de titane, d'aluminium et de vanadium.

L'analyse semi-quantitative est présentée dans le Tableau III-6. Elle met en évidence une présence de vanadium légèrement inférieure aux données attendues. Toutefois, cette technique d'analyse présentant un degré d'incertitude permet de confirmer la composition des échantillons en titane de grade 5.

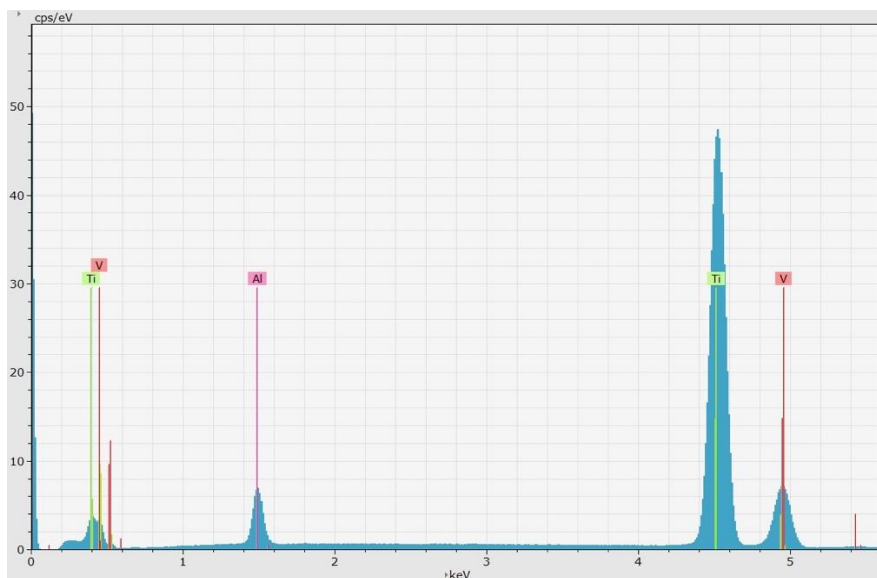


Figure III-10 Spectre EDS obtenu sur une vis implantaire pour pilier TiDesign™ (Dentsply Implant™)

Composition (% masse vol.)	Titane	Aluminium	Vanadium	Fer	Oxygène	Carbone	Hydrogène
Vis 1	89,9	5,3	2,2	0,2	0	2,4	Ø
Vis 2	89,7	5,4	2,3	0,2	0	2,4	Ø
Vis 3	89,6	5,2	2,6	0,2	0	2,4	Ø
Vis 4	89,2	5,4	2,5	0,1	0	2,9	Ø
Vis 5	92,2	4,2	1,9	0,3	0	1,4	Ø
Moyenne	90,3	5,1	2,3	0,2	0	2,3	Ø
Écart-type	0,5	0,5	0,3	0,1	0	0,5	Ø
Intervalle de confiance	0,4	0,4	0,2	0,1	Ø	0,5	Ø

Tableau III-6 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur une vis implantaire pour pilier TiDesign™ (Dentsply Implant™)

III.2.1.B Échantillons de titane allié pour expérimentation de fretting-corrosion

Les échantillons de titane allié acheté auprès de la société Carpenter™ sont, selon les informations du fabricant en titane de grade 5. La Figure III-11 présente un spectre réalisé sur un des échantillons. Leur identification met majoritairement en évidence la présence de titane, d'aluminium et de vanadium.

L'analyse semi-quantitative est présentée dans le Tableau III-7. Elle met en évidence une présence de vanadium légèrement inférieure aux données attendues. Toutefois, cette technique d'analyse présentant un degré d'incertitude permet de confirmer la composition des échantillons en titane de grade 5. Pour faciliter la lecture du manuscrit, ils seront dénommés Ti-6Al-4V à partir cette section.

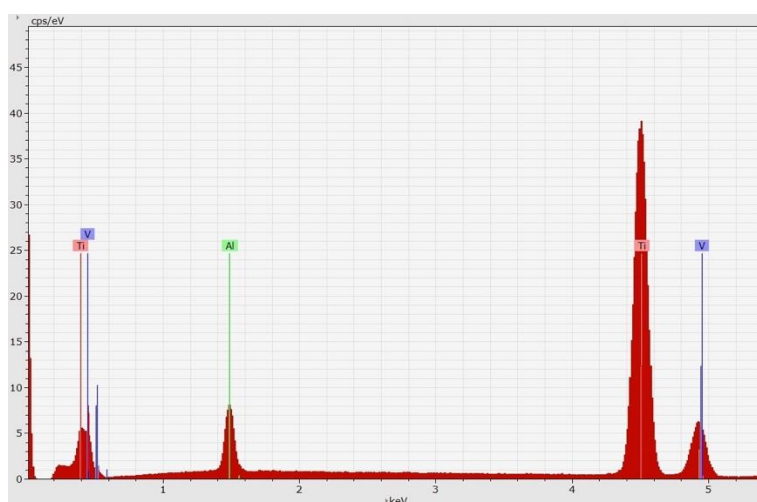


Figure III-11 Spectre EDS obtenu sur un échantillon en titane allié

Composition (% masse vol.)	Titane	Aluminium	Vanadium	Fer	Oxygène	Carbone	Hydrogène
Ti-6Al-4V 1	87,2	5,3	3,0	0,2	0	4,3	Ø
Ti-6Al-4V 2	87,6	5,2	2,2	0,1	0	4,9	Ø
Ti-6Al-4V 3	88,0	5,1	2,1	0,1	0	4,7	Ø
Ti-6Al-4V 4	86,4	5,0	3,6	0,3	0	4,8	Ø
Ti-6Al-4V 5	88,2	5,2	1,9	0,1	0	4,5	Ø
Moyenne	87,5	5,2	2,6	0,2	0	4,6	Ø
Écart-type	0,8	0,1	0,7	0,1	0	0,2	Ø
Intervalle de confiance	0,7	0,1	0,1	0,1	Ø	0,2	Ø

Tableau III-7 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur un échantillon en titane allié

III.2.2 Structure cristallographique

L'analyse des structures cristallographiques par DRX et MET a été réalisée sur les piliers, les vis implantaires et les échantillons Ti.

III.2.2.A Piliers implantaires

L'analyse cristallographique par DRX des piliers implantaires TiDesign™ (Dentsply Implant™) est présentée dans la Figure III-12.

L'analyse DRX révèle une structure cristallographique majoritairement de type hexagonal réalisée à l'aide de la fiche JCPDS 44-1294 (en rouge sur le spectrogramme) avec un groupe d'espace de type P63/mmc. Dans une moindre mesure, on retrouve une structure cubique selon la fiche JCPDS 44-1288 avec un groupe d'espace (en bleu sur le spectrogramme) de type Im-3m (Figure III-13).

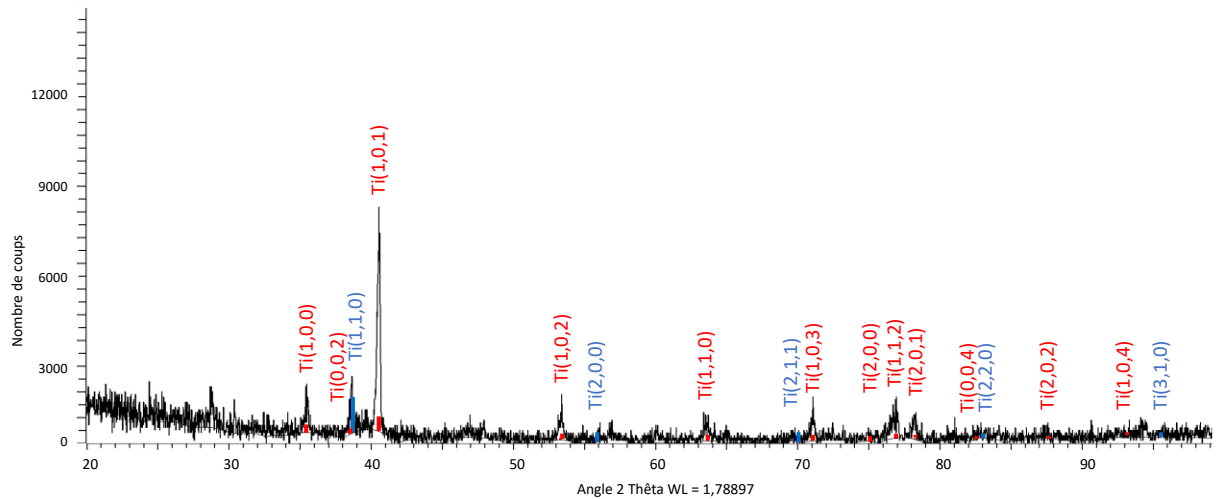


Figure III-12 Spectrogramme réalisé sur un pilier implantaire TiDesign™ (Dentsply Implant™)

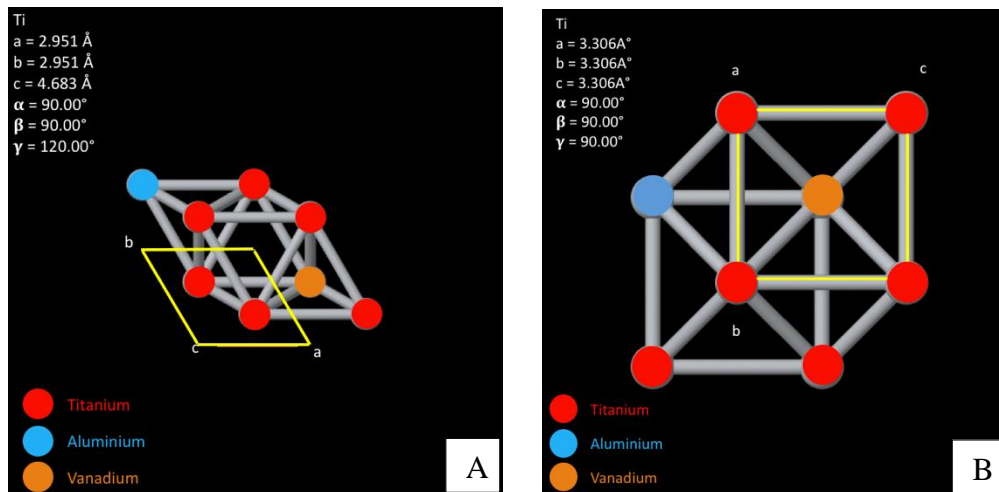


Figure III-13 Représentation du réseau de Bravais du Ti-6Al-4V : A : Structure hexagonale P63/mmc ; B : Structure cubique Im-3m (d'après³)

III.2.2.B Vis implantaires

L'analyse cristallographique par DRX vis implantaires des piliers TiDesign™ (Dentsply Implant™) est présentée dans la Figure III-14.

L'analyse DRX ne permet de révéler qu'une structure cristallographique de type hexagonal réalisée à l'aide de la fiche JCPDS 44-1294 avec un groupe d'espace de type P63/mmc (Figure III-13). La faible surface de l'échantillon limitant le nombre de coups complique l'analyse par DRX et n'a pas permis de mettre en évidence une autre structure.

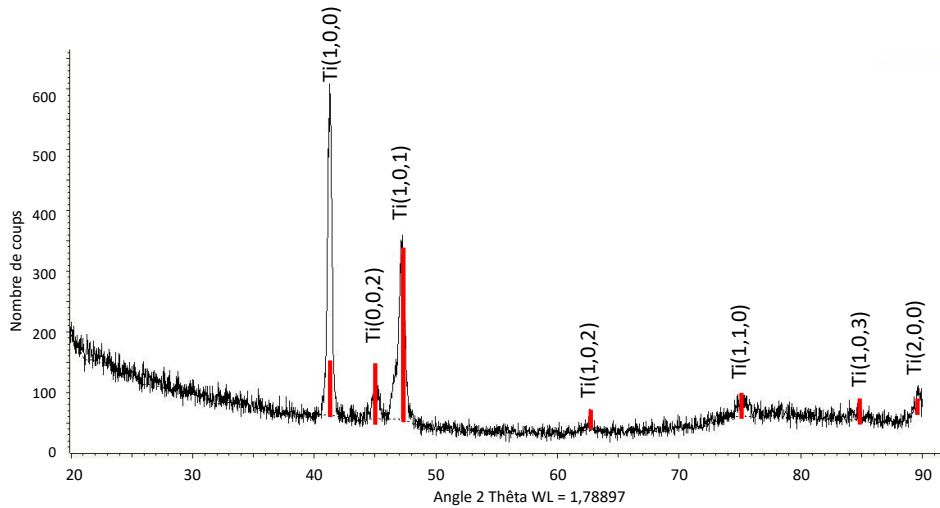


Figure III-14 Spectrogramme réalisé sur une vis pour pilier implantaire TiDesign™ (Dentsply Implant™)

III.2.2.C Échantillons Ti-6Al-4V pour expérimentation de fretting-corrosion

L'analyse cristallographique par DRX des échantillons Ti-6Al-4V est présentée dans la Figure III-15. L'analyse DRX révèle une structure cristallographique majoritairement de type hexagonal réalisée à l'aide de la fiche JCPDS 44-1294 avec un groupe d'espace de type P63/mmc. Dans une moindre mesure, on retrouve également une structure cubique selon la fiche JCPDS 44-1288 avec un groupe d'espace de type Im-3m (Figure III-13).

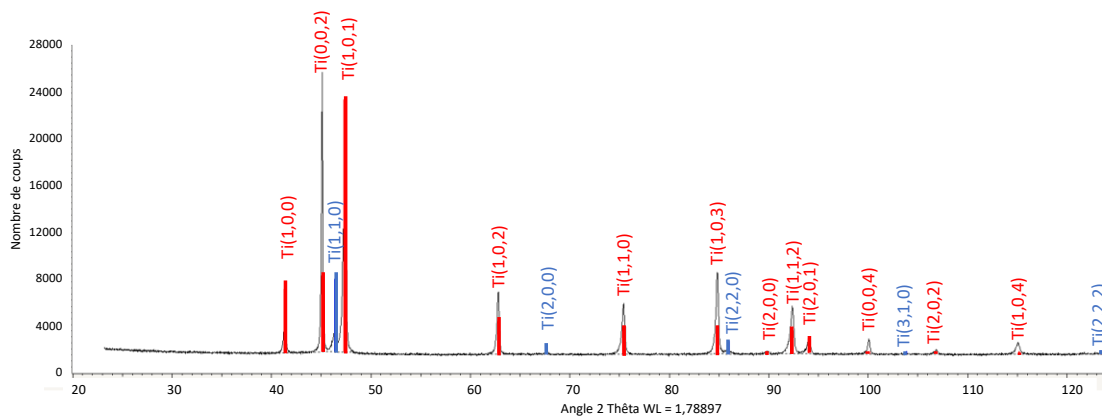


Figure III-15 Spectrogramme réalisé sur échantillon Ti-6Al-4V

III.2.3 Microstructure

L'analyse de la microstructure du titane de grade 5 au MEB, (Figure III-16), après polissage et attaque chimique au réactif de Kroll, n'a pas permis de mettre en évidence sa microstructure au MEB. Cependant, les images réalisées permettent de constater que ce matériau est biphasé en adéquation avec le diagramme de phase ternaire du titane-aluminium-vanadium. La phase majoritaire est foncée et la phase minoritaire plus claire. À température ambiante, le titane allié de type Ti-6Al-4V présente une phase α et une phase β (Figure III-17).

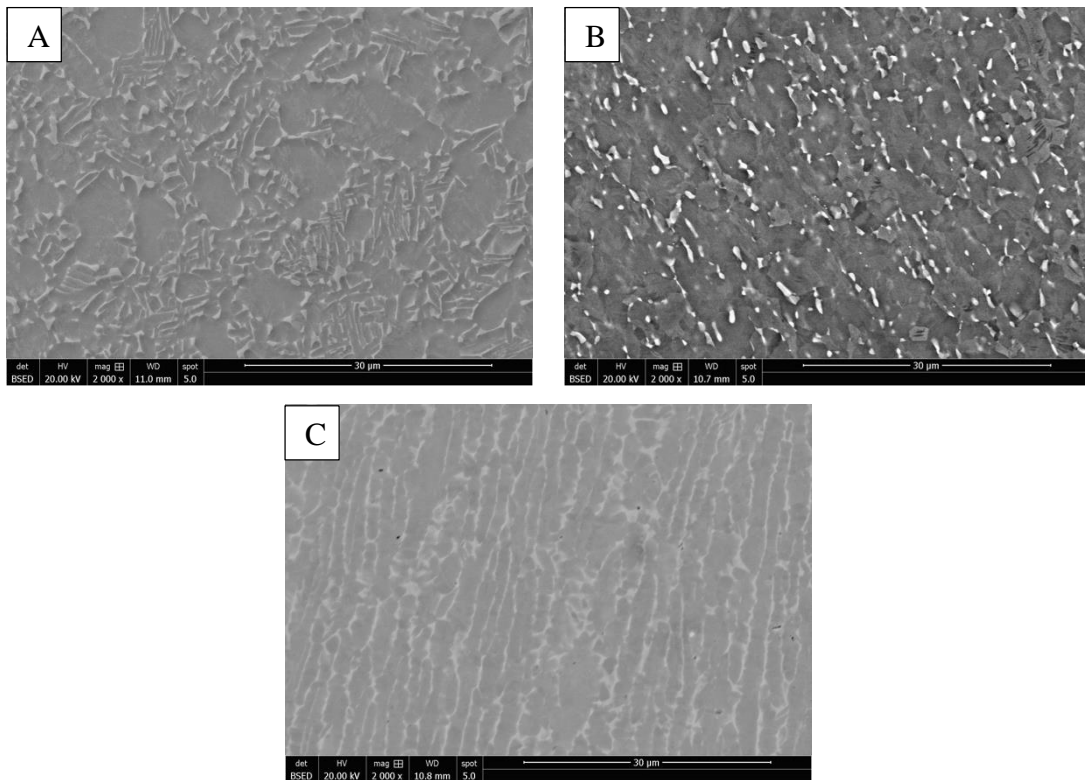


Figure III-16 Imagerie MEB du titane de grade 5 : A : Pilier implantaire TiDesign™ (Dentsply Implant™) ; B : Vis implantaire (Dentsply Implant™) ; C : Échantillon Ti-6Al-4V

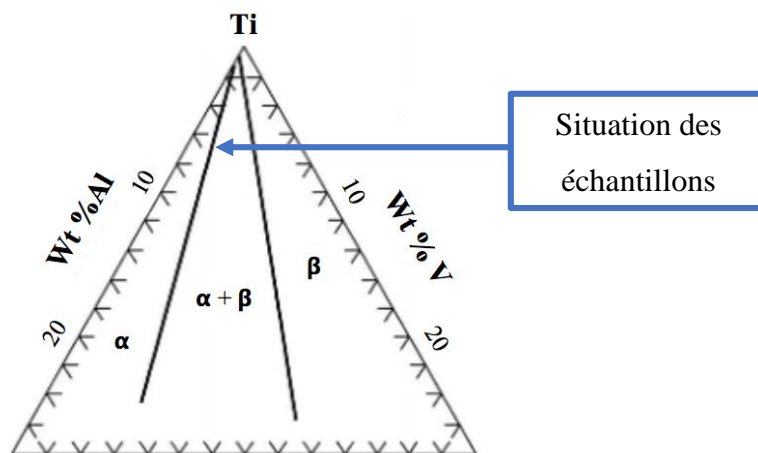


Figure III-17 Diagramme de phase ternaire du Titane Aluminium Vanadium (Lütjering et al.⁹)

Les analyses EDS semi-quantitative effectuées sur la phase foncée (Tableau III-8) révèle une présence majoritaire de titane et d'aluminium. La phase claire (Tableau III-9) présente une teneur en vanadium plus importante. On retrouve, tout de même, dans les deux phases l'ensemble des éléments, qui peut s'expliquer par la technique d'analyse qui étudie la composition du matériau sur $1\mu\text{m}^3$. Ces résultats corroborent les analyses DRX qui mettaient en évidence deux structures : la phase foncée correspond ainsi à la structure hexagonale (phase α) et la phase claire à la structure cubique (phase β).

Composition (% masse vol.)	Titane	Aluminium	Vanadium
Pilier 1	93,1	6,2	0,8
Pilier 1	92,6	6,5	0,9
Pilier 1	92,1	5,8	2,2
Pilier 1	88,8	7,0	4,2
Pilier 1	92,2	6,8	1,1
Moyenne	91,7	6,5	1,8
Écart-type	1,7	0,5	1,4
Intervalle de confiance	1,1	0,3	0,9
Vis 1	92,3	5,8	1,9
Vis 1	92,3	5,8	2,0
Vis 1	92,2	5,8	2,0
Vis 1	92,5	5,6	1,9
Vis 1	90,9	6,6	2,6
Moyenne	92,0	5,9	2,1
Écart-type	0,7	0,4	0,3
Intervalle de confiance	0,4	0,2	0,2
Ti-6Al-4V 1	93,1	6,0	0,8
Ti-6Al-4V 2	92,7	6,3	1,0
Ti-6Al-4V 3	93,5	5,7	0,9
Ti-6Al-4V 4	93,2	6,3	0,5
Ti-6Al-4V 5	93,0	5,7	1,3
Moyenne	93,1	6,0	0,9
Écart-type	0,3	0,3	0,3
Intervalle de confiance	0,2	0,2	0,2

Tableau III-8 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur le titane de grade 5 dans la phase foncée

Composition (% masse vol.)	Titane	Aluminium	Vanadium
Pilier 1	92,1	5,4	2,6
Pilier 1	91,8	5,4	2,9
Pilier 1	90,6	4,6	4,8
Pilier 1	91,0	4,8	4,2
Pilier 1	89,2	4,4	6,4
Moyenne	90,9	4,91	4,2
Écart-type	1,1	0,43	1,5
Intervalle de confiance	0,7	0,26	1,0
Vis 1	92,4	5,6	2,1
Vis 1	91,2	5,6	3,1
Vis 1	91,6	5,8	2,7
Vis 1	91,2	5,6	3,2
Vis 1	90,3	5,0	4,6
Moyenne	91,3	5,5	3,1
Écart-type	0,7	0,3	0,9
Intervalle de confiance	0,4	0,2	0,6
Ti-6Al-4V 1	93,0	5,3	1,7
Ti-6Al-4V 2	91,9	5,3	2,8
Ti-6Al-4V 3	91,4	5,1	3,5
Ti-6Al-4V 4	90,1	4,1	5,8
Ti-6Al-4V 5	90,3	4,9	4,8
Moyenne	91,3	4,9	3,7
Écart-type	1,2	0,5	1,6
Intervalle de confiance	0,7	0,3	1,0

Tableau III-9 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur le titane de grade 5 dans la phase claire

Les analyses MET qui ont mis en évidence la présence de grains (environ 500 nm de diamètre) permettent d'affirmer la nature polycristalline du matériau (Figure III-18). L'image de diffraction selon l'axe de zone est réalisée dans le grain central.

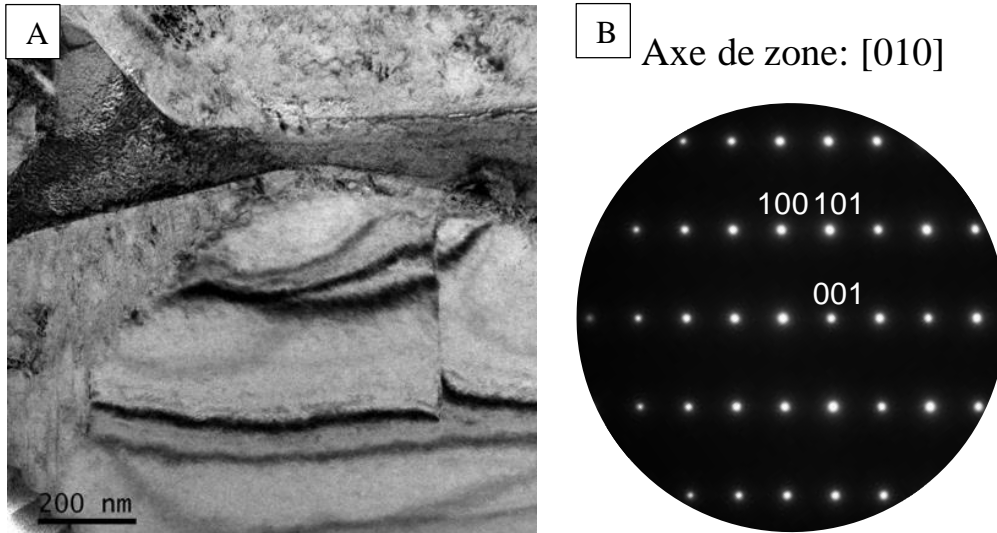


Figure III-18 Imagerie MET réalisée sur échantillon Ti-6Al-4V : A : Microstructure au MET (STEM- BF) ; B : Image de diffraction réalisée dans un grain

dhkl mesurées (Å)	dhkl théoriques (Å)	hkl
2,57	2,55	100
2,25	2,24	101
4,80	4,68	001

Tableau III-10 Comparaison des mesures effectuées sur l'image de diffraction réalisée sur Ti-6Al-4V en fonction des mesures théoriques et réseau (hkl) correspondant

III.2.4 Propriétés mécaniques

Le titane de grade 5 présente des propriétés mécaniques améliorées comparés au titane de grade 4 dont les principales caractéristiques physiques sont présentées dans le Tableau III-11.

La résistance à la corrosion du grade 5 est légèrement inférieure à celle du grade 4, mais il reste un matériau résistant à la corrosion grâce à la couche d'oxydes (TiO₂) présente à sa surface.⁴

Titane de grade 5	Unité	Valeurs
Module de compression⁶	GPa	107
Module de cisaillement⁶	GPa	44
Module d'élasticité⁵	GPa	113
Limite d'élasticité⁵	MPa	860
Résistance à la traction⁵	MPa	930
Dureté vickers¹⁰	HV	335
Résistance électrique⁶	$\Omega \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{m}^{-1}$	0,55

Tableau III-11 Principales caractéristiques physiques du titane de grade 5 (Les données présentées sont issues de la littérature et ont été mesurées sur des échantillons aux microstructures différentes)

III.3 Zircone Yttriée

La zircone yttriée est un matériau employé en odontologie pour la fabrication d'implants ou de piliers implantaires. Ce matériau est utilisé comme alternative « esthétique » afin d'éviter l'aspect grisâtre des restaurations implantaires au niveau gingival.

III.2.5 Composition chimique

Selon l'ASTM (ASTP F1873-98), la zircone yttriée correspond à matériau composé d'oxydes de zirconium (ZrO_2) après adjonction d'environ 2 à 3 % d'oxydes d'yttrium (Y_2O_3) qui stabilise sa phase quadratique (ou « *tetragonal* ») d'où l'utilisation de l'acronyme Y-TZP.¹¹

La zircone utilisée dans l'étude de fretting-corrosion est, selon les informations du fabricant de la zircone yttriée. Ses informations ont été vérifiées par analyses MEB/EDS (Figure III-19). L'indexation du spectrogramme révèle la présence de zirconium, d'oxygène et d'yttrium en majorité.

Les analyses quantitatives sont présentées dans le Tableau III-12. Elles confirment la composition des échantillons en zircone yttriée. Pour faciliter la lecture du manuscrit, ils seront dénommés Y-TZP à partir cette section

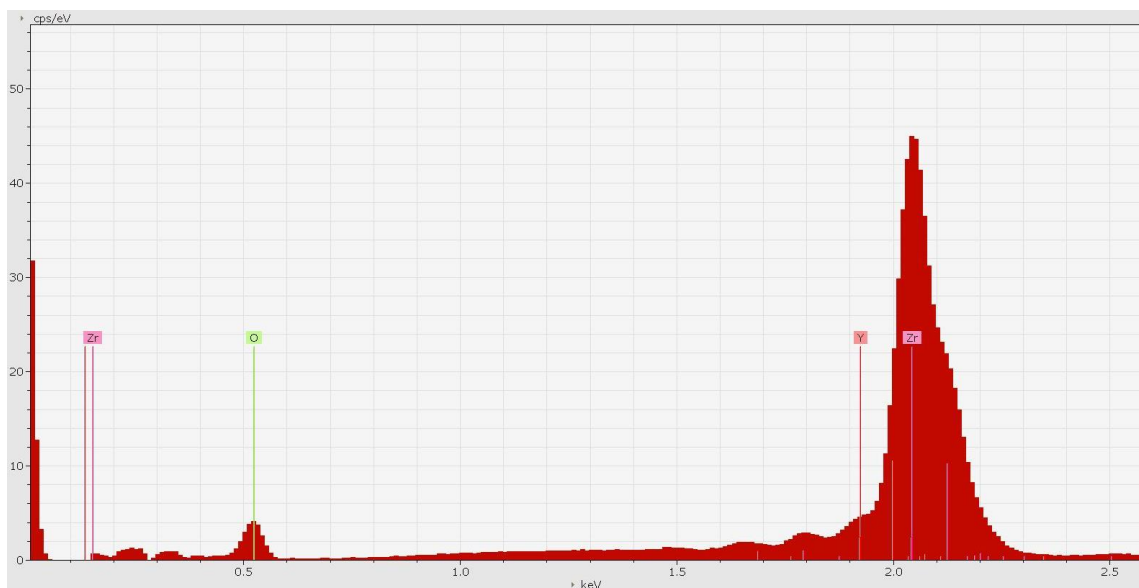


Figure III-19 Spectre EDS obtenu sur un échantillon de zircone

Composition (% masse vol.)	Zirconium	Oxygène	Yttrium
Y-TZP 1	76,4	18,1	5,5
Y-TZP 2	72,6	21,6	5,8
Y-TZP 3	74,4	19,9	5,8
Y-TZP 4	72,3	22,1	5,7
Y-TZP 5	71,3	23,2	5,6
Moyenne	73,4	21,0	5,7
Écart-type	2,0	2,0	0,1
Intervalle de confiance	1,3	1,2	0,1

Tableau III-12 Synthèse des résultats obtenus par EDS sur un échantillon de zircon

III.2.6 Structure cristallographique

L'analyse de la structure cristallographique de la zircon a été réalisée à l'aide de la DRX. Cette dernière révèle une structure cristallographique majoritairement de type *tetragonal* réalisée à l'aide de la fiche JCPDS 60-0503 avec un groupe d'espace de type P42/nmc (Figure III-20 et Figure III-21). La structure monoclinique est également mise en évidence à l'aide de la fiche JCPDS 37-1484 au groupe d'espace de type P21/a.

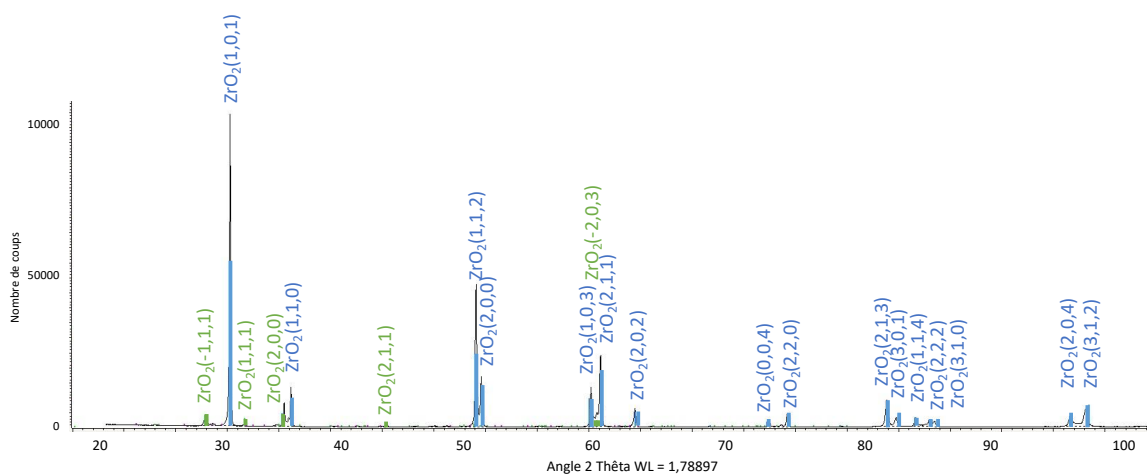


Figure III-20 Spectrogramme réalisé sur échantillon Y-TZP

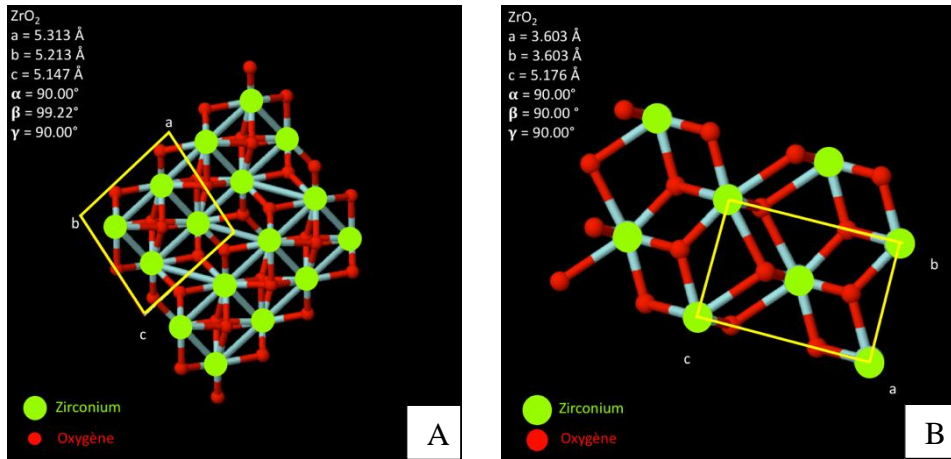


Figure III-21 Représentation du réseau de Bravais de la zircone yttrée : A :Oxyde de zirconium tétragonal P42/nmc ; B : Oxyde de zirconium monoclinique P21/a (d'après³)

L'ajout de l'oxyde d'yttrium permet de stabiliser la forme cubique en quadratique (*tetragonal*) à température ambiante et évite ainsi la forme monoclinique (Figure III-22). Cet élément est indispensable pour l'obtention d'un polycristal ayant une structure stable.¹²

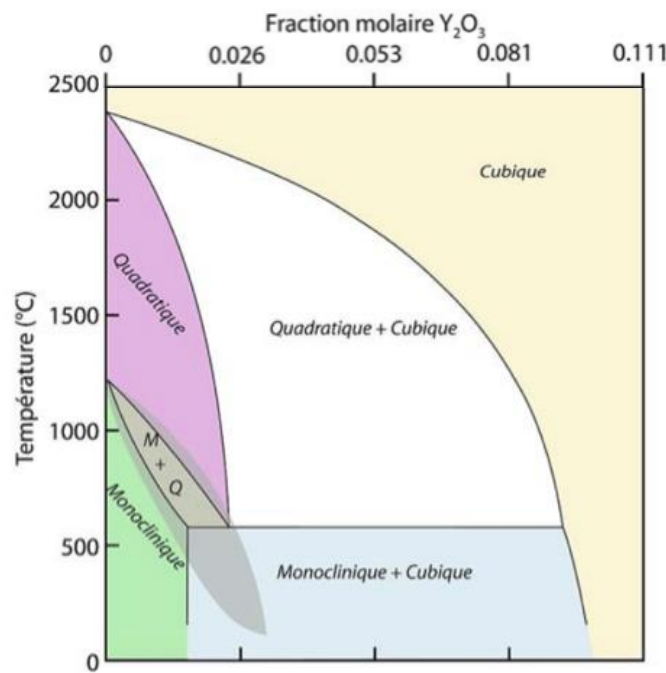


Figure III-22 Diagramme de phase de ZrO₂ (la partie grisée indique la zone des TZP)¹³

Cependant, la présence de structure monoclinique, qui est la forme stable à température ambiante de la zircone, sans ajout d'yttrium, est également détectée. Ce phénomène est peut-être dû à un changement de structure causé par la présence de sur-contraintes. Lors de la progression d'une fissure au sein du matériau, la zircone yttrée quadratique retrouve sa forme

monoclinique (Figure III-23). Ce changement de structure s'accompagne d'une augmentation dimensionnelle d'environ 3% qui permet de combler la fissure et limite sa propagation au sein du matériau. Ce phénomène se traduit par une augmentation de sa ténacité.¹¹

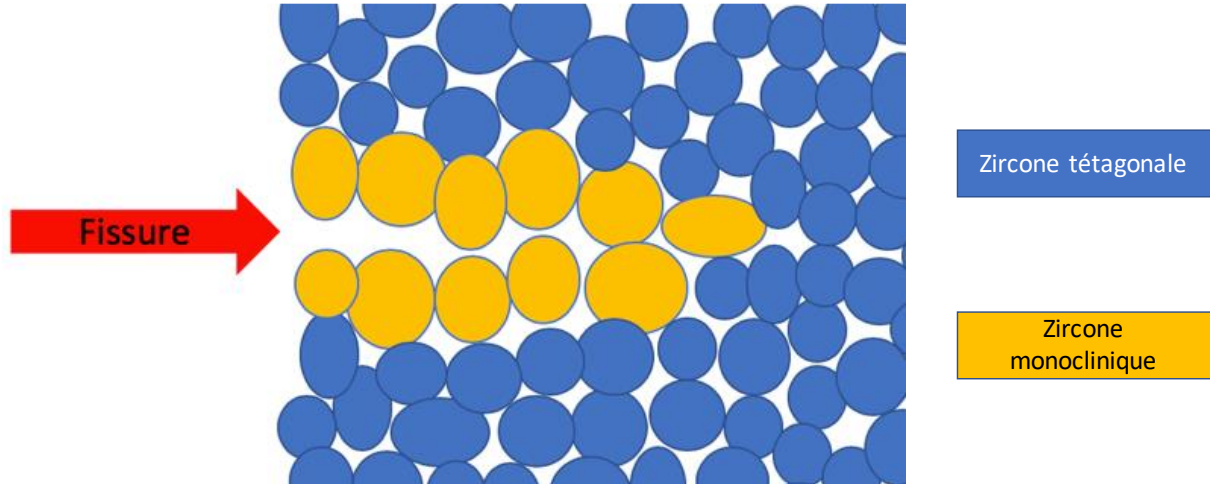


Figure III-23 Mécanisme du renforcement de la zircone yttrée Y-TZP

III.2.7 Microstructure

L'analyse de la microstructure de la zircone au MEB (Figure III-24), révèle la présence de nombreux grains au diamètre variable 300 ± 100 nm. Cette microstructure est caractéristique de la zircone utilisée en odontologie.¹⁴

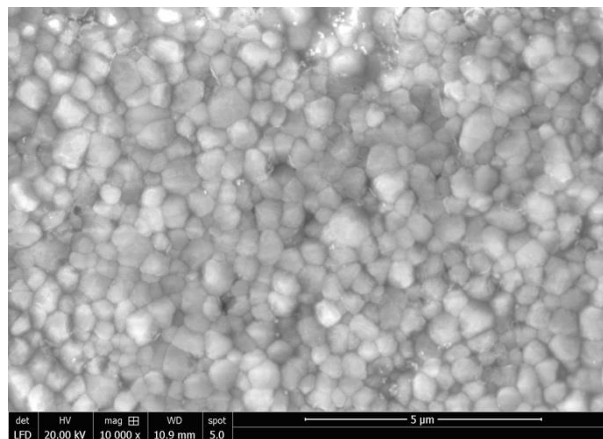


Figure III-24 Image MEB présentant la microstructure d'un échantillon Y-TZP

III.2.8 Propriétés mécaniques

La zircone yttrée est un matériau très résistant dont les principales caractéristiques physiques sont présentées dans le Tableau III-13.

Sa microstructure en polycristal lui confère des propriétés isotropes qui améliore sa résistance mais reste un matériau à rupture fragile. Actuellement, ce matériau est la meilleure alternative esthétique au titane pour les restaurations implantaire en odontologie.¹¹

Zircone yttrée	Unité	Valeurs à 20° C
Module d'élasticité⁵	GPa	200
Limite d'élasticité⁵	MPa	1200 (flexion)
Résistance à la traction⁵	MPa	350
Dureté Vickers¹⁶	HV	1371 ±17
Résistance électrique¹⁵	$\Omega \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{m}^{-1}$	Ø

Tableau III-13 Principales caractéristiques physiques de la zircone yttrée

III.3 Ce qu'il faut retenir...

- **Titane pur de grade 4 (Ti)**

Ce matériau composé à plus de 99% de titane est monophasique (phase α) avec une structure hexagonale. Ce matériau résistant et ductile, est biocompatible grâce à la couche d'oxydes (TiO_2) qui se développe à sa surface, et lui confère une bonne résistance à la corrosion.

Les implants utilisés dans l'étude sur le serrage présentent les mêmes caractéristiques que les échantillons Ti, utilisé dans l'étude par fretting-corrosion.

- **Titane allié de grade 5 (Ti-6Al-4V)**

Ce matériau, polycristallin, composé de titane, d'aluminium et de vanadium est bi-phasique de type α/β . La phase α , majoritaire, présente une structure hexagonale et la phase β , minoritaire, une structure cubique plus riche en vanadium. Ce matériau est également biocompatible grâce à la couche d'oxydes (TiO_2) qui se forme à sa surface et lui octroie une bonne résistance à la corrosion.

Les piliers implantaires et les vis, utilisés dans l'étude sur le serrage présentent les mêmes caractéristiques que les échantillons Ti-6Al-4V employés dans l'étude par fretting-corrosion.

- **Zircone Yttriée (Y-TZP)**

Ce matériau polycristallin présente une structure quadratique grâce à l'oxyde d'yttrium. Cependant on retrouve également la présence de structure monoclinique, qui est la forme stable de l'oxyde de zirconium à température ambiante avant endommagement.

Bibliographie :

- 1 Branemark P-I. Osseointegration and its experimental background. *J Prosthet Dent.* 1983;50:399–410.
- 4 Prasad S, Ehrensberger M, Gibson MP, Kim H, Monaco EA. Biomaterial properties of titanium in dentistry. *J Oral Biosci.* 2015;57:192–9.
- 5 Anusavice KJ, Phillips RW, Shen C, Rawls HR. *Phillips' science of dental materials.* St.Louis:Elsevier Sc.;2013.571p.
- 7 Vuuren DJ van, Laubscher RF. Surface Friction Behaviour of Anodized Commercially Pure Titanium Screw Assemblies. *Procedia CIRP.* 2016;45:251–4.
- 8 Pohler OEM. Unalloyed titanium for implants in bone surgery. *Injury.* 2000;31:7–13.
- 9 Lütjering G, Williams JC. *Titanium.* Springer Science & Business Media; 2007. 449p.
- 10 Poondla N, Srivatsan TS, Patnaik A, Petraroli M. A study of the microstructure and hardness of two titanium alloys: Commercially pure and Ti–6Al–4V. *J Alloys Compd.* 2009;486:162–7.
- 11 Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dent Mater Off Publ Acad Dent Mater.* 2008;24:299–307.
- 12 Koutayas SO, Vagkopoulou T, Pelekanos S, Koidis P, Strub JR. Zirconia in dentistry: part 2. Evidence-based clinical breakthrough. *Eur J Esthet Dent Off J Eur Acad Esthet Dent.* 2009;4:348–80.
- 13 Scott H. Phase relationships in the zirconia-yttria system. *J Mater Sci.* 1975:1527–35.
- 14 Tong H, Tanaka CB, Kaizer MR, Zhang Y. Characterization of three commercial Y-TZP ceramics produced for their high-translucency, high-strength and high-surface area. *Ceram Int.* 2016;42(B):1077–85.
- 16 Harada K, Shinya A, Yokoyama D, Shinya A. Effect of loading conditions on the fracture toughness of zirconia. *J Prosthodont Res.* 2013;57:82–7.

Webographie :

- 2 Titane – Acnis International [Internet]. [cited 2018 Sep 24]. Available from: <http://www.acnis-titanium.com/fr/titane/>
- 3 Materials Project [Internet]. [cited 2018 Sep 26]. Available from: <https://materialsproject.org>
- 6 Titanium. L. Klein Sa [Internet]. [cited 2018 Oct 8]. Available from: <http://www.kleinmetals.ch/titanium/>
- 15 Accuratus | Engineered Advanced Technical Ceramic Components | Ceramic Materials [Internet]. [cited 2018 Oct 8]. Available from: <https://www.accuratus.com/>

IV . Endommagements de la connexion implantaire par vissage/dévissage

IV.1	ENDOMMAGEMENT DU PAS DE VIS	123
IV.1.1	Évolution de la précontrainte (Annexe IV - 1)	123
IV.1.2	Observation MEB (Annexe IV - 2)	125
IV.1.3	Tomographie 3D	128
IV.1.4	Évolution de la topographie de surface (Annexe IV - 3)	129
IV.1.5	Discussion	136
IV.2	ENDOMMAGEMENT DE LA ZONE D'INDEXATION	139
IV.2.1	Observations MEB	139
IV.2.2	Tomographie 3D	142
IV.2.3	Analyse de la topographie de surface par microscopie confocale (Annexe IV - 6)	143
IV.2.4	Discussion	151
IV.3	ENDOMMAGEMENT DE LA ZONE D'ETANCHEITE	153
IV.3.1	Observations MEB	153
IV.3.2	Tomographie 3D	156
IV.3.3	Discussion	157
IV.4	ÉTUDE PRELIMINAIRE DE L'ENDOMMAGEMENT DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE LORS DU SERRAGE PAR ELEMENTS FINIS	159
IV.4.1	Répartition des contraintes de Von Mises dans le système	159
IV.4.2	Évolution des énergies dans le système	160
IV.4.3	Évolution des contraintes au début du filetage	162
IV.4.4	Limites et perspectives	164
IV.5	OBSERVATION DES ENDOMMAGEMENTS IN-VIVO DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE	165
IV.5.1	Au niveau de la vis implantaire	165
IV.5.2	Au niveau du pilier implantaire	167
IV.5.3	Au niveau implantaire	168
IV.6	CE QU'IL FAUT RETENIR	170
	BIBLIOGRAPHIE	172

Trois zones d'intérêt sont présentes dans la connexion implantaire :

- Une partie inférieure, consacrée au pas de vis qui assure l'assemblage des éléments implantaires par les forces de serrages appliquées entre l'implant et la vis ;
- Une partie intermédiaire, dite « zone d'indexation » qui permet d'assurer le positionnement du pilier dans l'implant ;
- Une partie supérieure, dite « zone d'étanchéité » qui met en contact l'implant et le pilier implantaire.

Cette étude sur les endommagements de la connexion implantaire se focalise donc sur l'usure de ces 3 zones d'intérêt afin de mettre en évidence l'usure « initiale » des éléments implanto-prothétiques avant leur mise en service. Les résultats obtenus sont comparés aux résultats réalisés à l'aide d'une simulation par éléments finis, puis avec ceux observés sur des échantillons *ex-vivo*.

IV.1 Endommagement du pas de vis

L'analyse du pas de vis en lien avec l'implant a été étudiée tout d'abord, à travers l'évolution du couple de desserrage, puis par l'intermédiaire d'observations MEB réalisées sur les différentes surfaces en contact. La tomographie 3D couplée au logiciel ImageJ a permis de visualiser l'évolution du filetage au cours des différents serrage. Enfin, l'analyse des paramètres de rugosité de surface sur le filetage des vis implantaires a eu pour but de mettre en évidence leur endommagement d'un point de vue topographique.

IV.1.1 Évolution de la précontrainte (Annexe IV - 1)

L'étude de la précontrainte est réalisée par l'intermédiaire des valeurs de desserrage observées à l'aide du couple-mètre sur l'ensemble des échantillons entre le 1^{er} et 40^e cycle de desserrage (Figure IV-1). Les deux groupes étudiés S25 et S15, montrent une tendance à la diminution des valeurs observées durant les 40 cycles de desserrage.

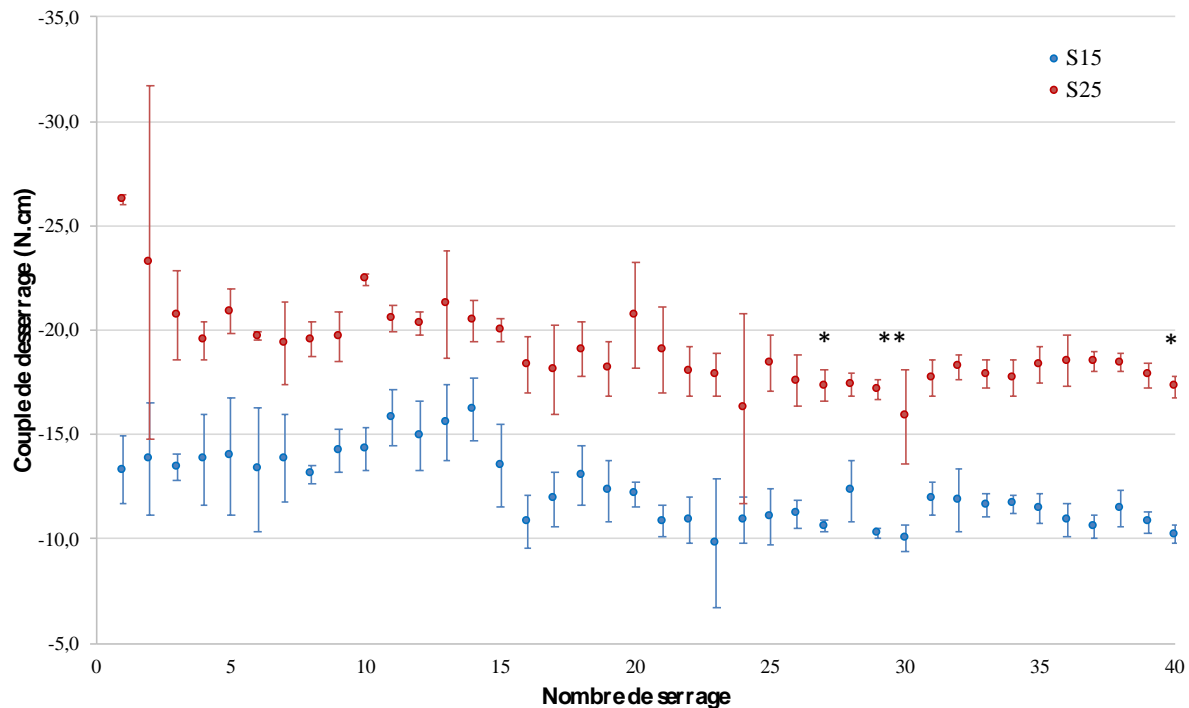


Figure IV-1 Graphique présentant les valeurs de desserrages observées pour les groupes S25 et S15 entre le 1^{er} et 40^e cycles de desserrage (n=5)

- * $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
- ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
- *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
- **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%

Pour le groupe S25, couple de serrage à 25 N.cm, représentant la réutilisation d'une vis en cas de desserrage, la valeur du premier couple de desserrage se situe à $-26,3 \pm 0,2$ N.cm ce qui est légèrement supérieur au couple de serrage effectué. Mais dès le deuxième cycle, cette valeur chute en dessous de la valeur de serrage ($23,3 \pm 7,5$ N.cm). Ce phénomène s'observe tout le long des 40 cycles avec une baisse quasi constante. La valeur de desserrage descend en deçà de -20 N.cm après 20 cycles. Les analyses statistiques commencent à montrer une différence significative avec la valeur de référence (1^{er} desserrage) à partir du 26^e cycle de desserrage.

Concernant le groupe S15, correspondant au serrage manuel et séances d'essayage, la chute entre le premier et le 40^e cycle est moins drastique. Entre le 1^{er} et 10^e cycle, les valeurs de desserrage se situent autour de -14 N.cm, puis entre le 11^e et 14^e cycle, des valeurs supérieures à 15 N.cm sont observées, et diminuent à nouveau autour de -12 N.cm. Les analyses statistiques n'ont montré aucune différence significative avec la valeur de référence (1^{er} desserrage). Ces résultats suggèrent que le couple de desserrage n'est affecté qu'à partir du 26^e cycle de

desserrage pour les vissages d'usage et que les divers cycles d'essai n'ont pas d'influence significative sur la précontrainte.

IV.1.2 Observation MEB (Annexe IV - 2)

Avant serrage (Figure IV-2), la vis implantaire présente un pas de vis régulier (de 400 μm) avec présence de quelques débris liés son usinage. Une zone lisse au sein du pas de vis qui mesure environ 40 μm est présente et régulière.

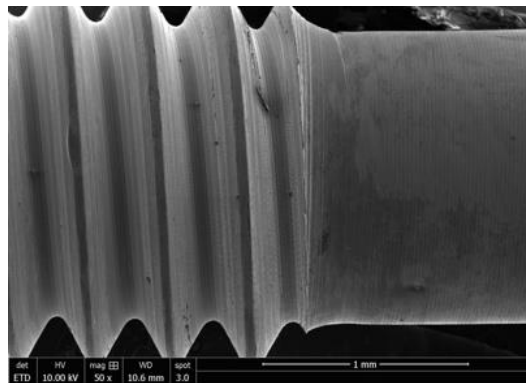


Figure IV-2 Imagerie MEB d'une vis implantaire neuve

Au fur et à mesure des serrages (Figure IV-3, Figure IV-4, Figure IV-5, Figure IV-6), la proportion de débris (correspondants à des particules de matériaux des échantillons natifs), issus des endommagements causés par les zones de frottement (flèches rouges) et d'impuretés (correspondants vraisemblablement à des particules extérieurs au système étudié), provenant des manipulations et de l'environnement extérieur (flèches jaunes) est de plus en plus importante sur le filetage des vis malgré les procédures de décontamination effectuées à chaque serrage.

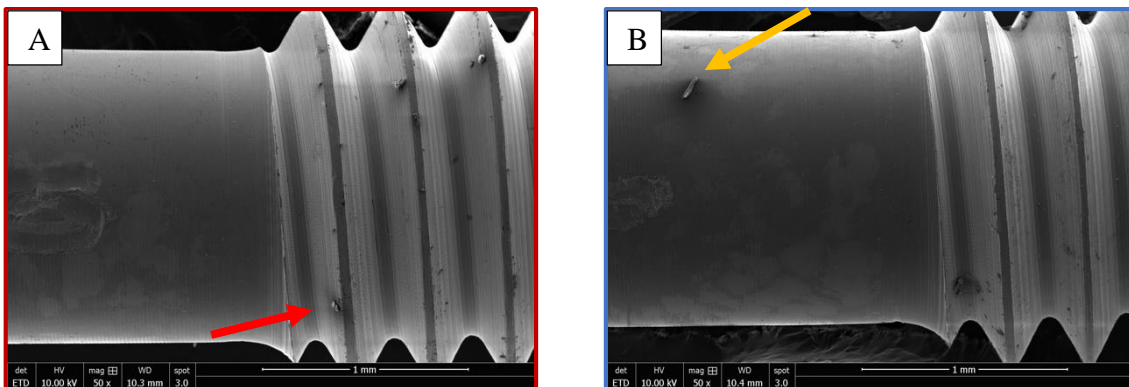


Figure IV-3 Images MEB du pas de vis après 5 serrages : A Groupe S25 ; B : Groupe S15

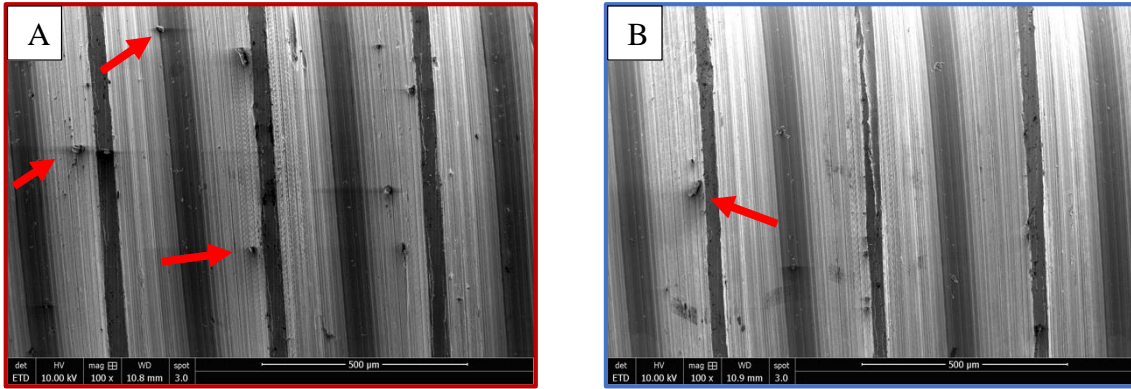


Figure IV-4 Images MEB du pas de vis après 10 serrages : A Groupe S25 ; B : Groupe S15

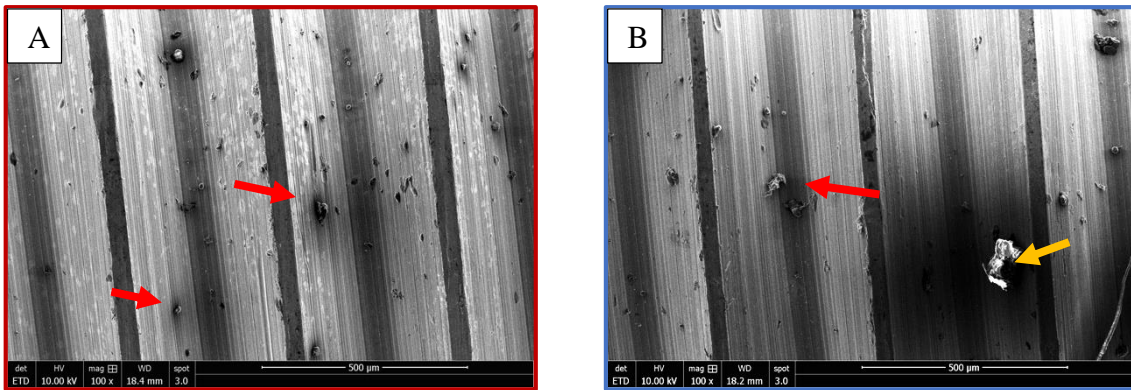


Figure IV-5 Images MEB du pas de vis après 20 serrages : A Groupe S25 ; B : Groupe S15

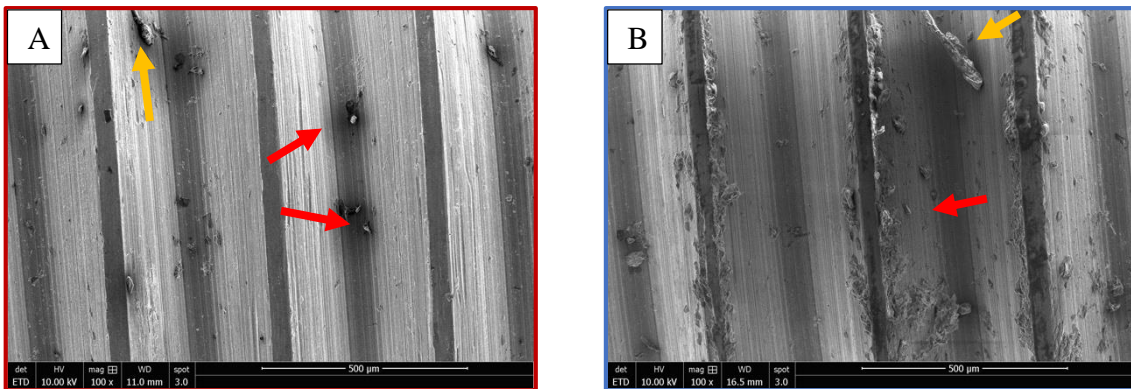


Figure IV-6 Images MEB du pas de vis après 40 serrages : A Groupe S25 ; B : Groupe S15

*Les flèches rouges indiquent la présence de débris
Les flèches jaunes indiquent la présence d'impureté*

Les débris (Figure IV-7) présents sur le filetage, de type pavé avec une forme irrégulière ou en plaquettes, sont de dimensions variables : d'un à plusieurs dizaines de microns. Ils ont tendance à se regrouper pour constituer des amas de débris le long des spires. Cela met en évidence des mécanismes d'usure par abrasion et par adhésion.

Des usures de type « piqûres » sont également présentes sur la première spire mettant en évidence des phénomènes de corrosion dans les zones de frottement.

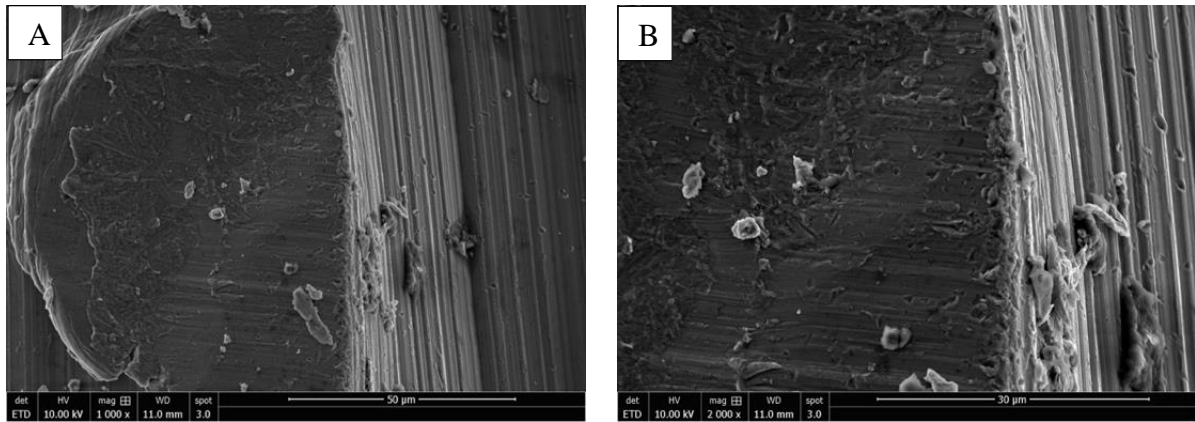


Figure IV-7 Débris sur le filetage de la vis 1 à 25 serrages : A : Présence d'une zone de matage ; B : Présence de débris et d'usure par « piqûre »

Le filetage des vis est endommagé au fur et à mesure des serrages dans les deux groupes étudiés (Figure IV-8). La zone lisse du pas de vis s'use sur près de sa moitié de sa surface. Ce phénomène met en évidence la présence d'importants frottements à ce niveau.

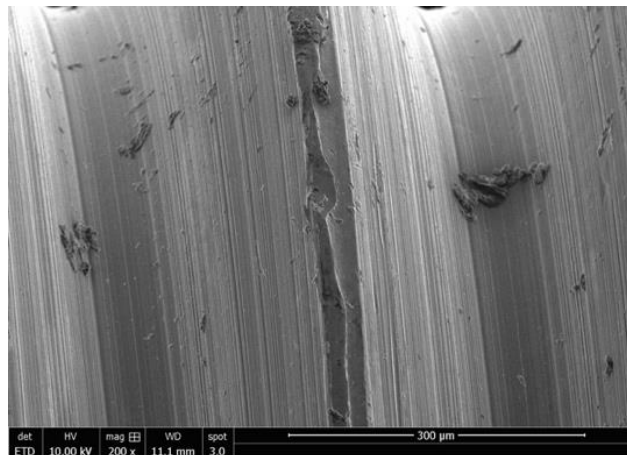


Figure IV-8 Endommagement du filetage de la vis 2 à 25 serrages

Les coupes transversales qui ont été effectuées à 40 serrages (Figure IV-9) révèlent un filetage de vis plus irrégulier au sein du groupe S25 sur la première spire.

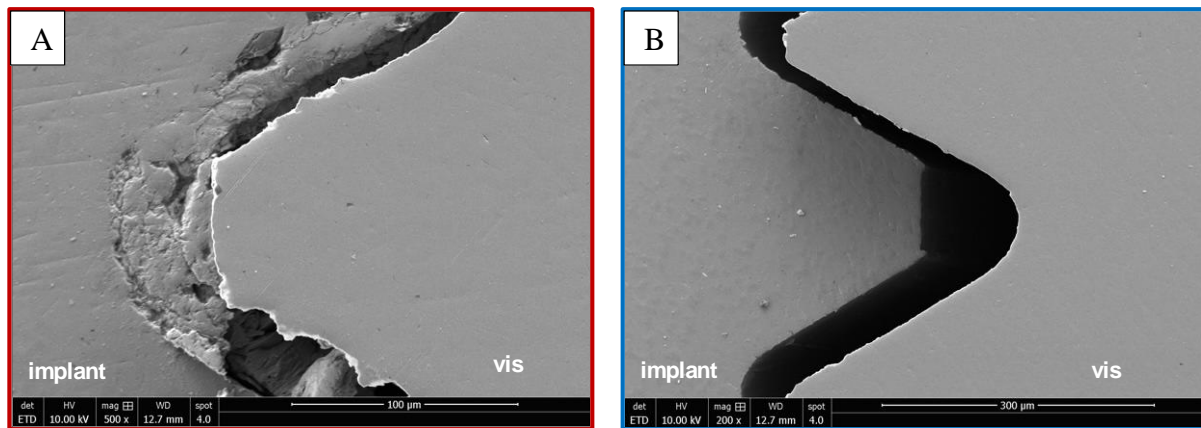


Figure IV-9 Images MEB des coupes transversales effectuées à 40 serrages : A Groupe S25 ; B : Groupe S15

Ces analyses ont mis en évidence l'endommagement des surfaces de la vis et la présence de zones de frottement, notamment sur le début du filetage. Ces dernières ont potentiellement fait évoluer le volume des surfaces en contact au sein du pas de vis.

IV.1.3 Tomographie 3D

L'analyse des volumes de vide implant/vis a été réalisée sur les 5 premières spires grâce à l'analyse par tomographie couplée au logiciel Image J (Figure IV-10). Elle montre ainsi l'évolution des surfaces de contact entre l'implant et la vis entre le 1^{er} et 20^e serrage. Cette technique d'analyse n'a pu être exploitée, tout au long de l'étude dû à une modification des paramètres d'acquisition. De plus, les valeurs pour le groupe S25 à 15 serrages n'ont pu être exploitées suite à un incident technique qui a entraîné la perte des données sur cet échantillon.

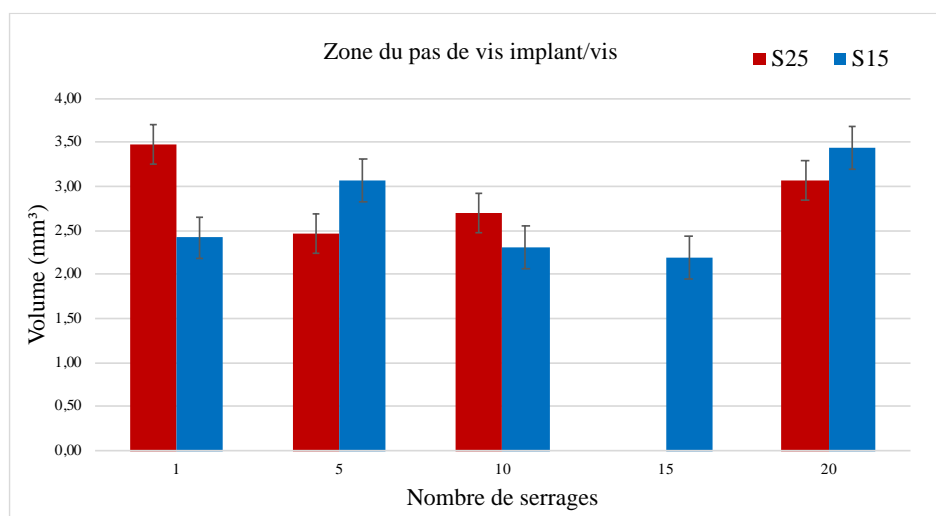


Figure IV-10 Évolution du volume de vide dans la zone du pas de vis en fonction du nombre de serrages (Échantillons E et Z)

Le groupe S25, entre le 1^{er} et le 5^e serrage, montre une baisse du volume de vide, de 3,47 à 2,46 mm³. Ce phénomène est à relier aux observations faites par des études précédentes qui ont mis en évidence que les aspérités de surface des vis diminuaient lors du serrage.¹⁻³ Entre 5 et 10 serrages, les valeurs semblent constantes. A partir de 20 serrages, le volume de vide augmente, mettant donc en évidence une diminution des surfaces de contact. De plus, les valeurs du couple de desserrages observés à partir du 20^e cycle présentent des valeurs inférieures à 21 N.cm, et deviennent significativement inférieures à partir du 26^e serrage.

Le groupe S15 ne semble pas montrer d'évolution particulière jusqu'au 15^e serrage. A 20 serrages, le volume de vide augmente également fortement (3,43 mm³).

Les différents cycles de serrage/desserrage, à partir de 20 serrages, sont à l'origine d'une diminution des surfaces de contact entre l'implant et la vis dans les deux groupes étudiés. Ce phénomène est lié à une modification de l'état de surface du filetage des vis selon les paramètres de rugosité.

IV.1.4 Évolution de la topographie de surface (Annexe IV - 3)

L'analyse des profils primaires de topographie sur le filetage des vis (Figure IV-11) obtenue par interférométrie laser a permis d'étudier les paramètres S_a , S_q , S_z , S_{Sk} et S_{Ku} tout au long des 40 serrages en ondulation et rugosité. Seuls les paramètres d'ondulation, révélant la topographie de 3^e ordre seront analysés afin de mettre en évidence un endommagement du pas de vis.

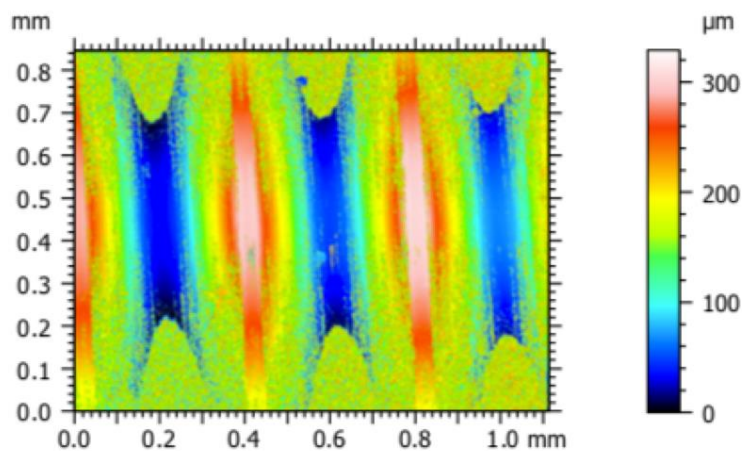


Figure IV-11 Profil primaire de rugosité obtenu sur le filetage d'une vis à 15 serrages

▪ Paramètre W_a

Le paramètre W_a (Figure IV-12) montre l'évolution de l'écart moyen des profils observés selon la ligne référence. Il permet ainsi de mettre en évidence un endommagement du pas de vis.

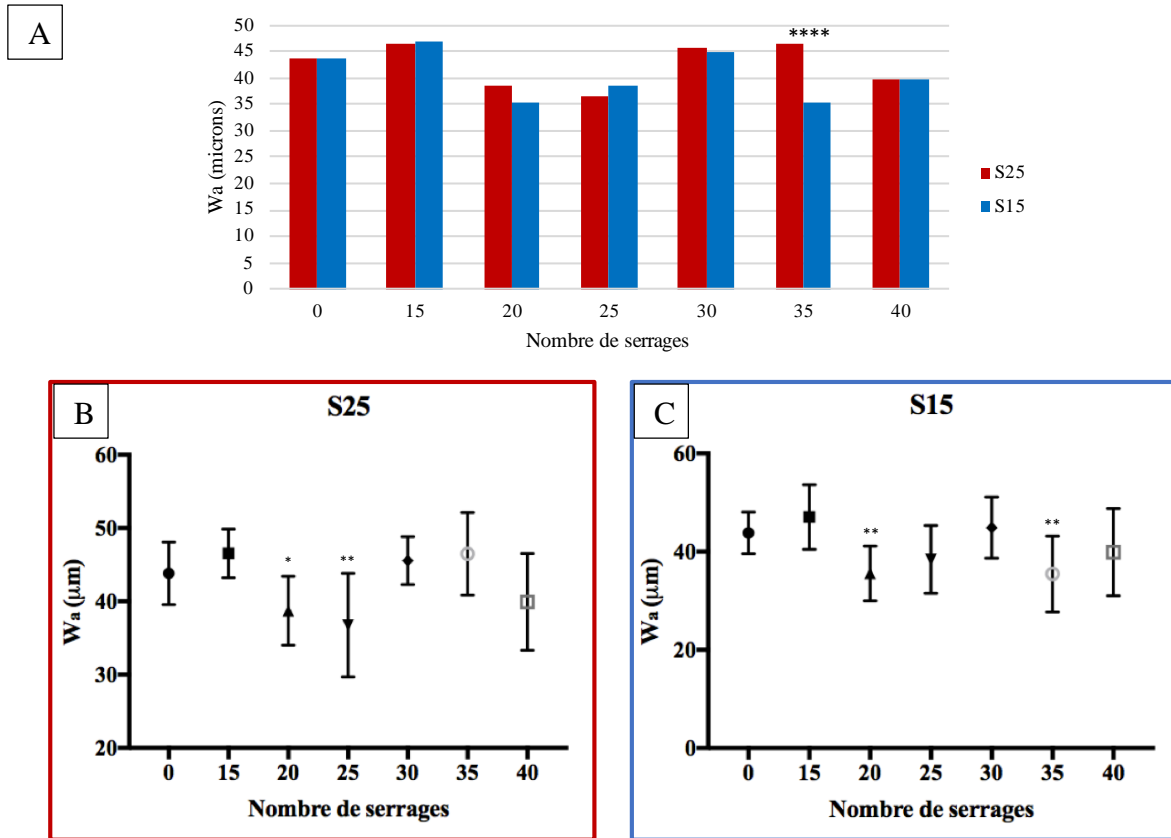


Figure IV-12 Évolution de W_a au niveau du pas vis ($n=5$) : A : Représentation de W_a selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_a selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_a selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 p = probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

L'ondulation entre les groupes S25 et S15 varie autour de 40 μm tout au long des 40 serrages (Figure IV-12-A). La différence significative observée, entre le groupe S25 et S15 à 35 serrages, en faveur du groupe S25 montre que ce groupe affiche un plus grand écart de valeur donc une plus forte asymétrie de profil.

Le groupe S25 (Figure IV-12-B), qui révèle une variation significative de son profil W_a par rapport au profil observé avant usure à 20 et 25 serrages, met en évidence un endommagement

du profil. Les écarts observés ont ainsi tendance à être moins présents qu'avant serrage, révélant une usure du pas de vis. Cependant, à partir de 30 serrages, les valeurs de W_a retrouvent un même ordre de grandeur qu'avant endommagement.

Pour le groupe S15 (Figure IV-12-C), on observe une différence significative par rapport au profil avant usure à 20 et 35 serrages. A l'image du groupe S25, l'amplitude des écarts a tendance légèrement à diminuer au fur et à mesure des serrages.

L'amplitude des valeurs obtenues ne permet toutefois pas de révéler une réelle variation dans aucun des 2 groupes. Un endommagement est donc présent mais irrégulier d'une surface à une autre.

- **Paramètre W_q**

Le paramètre W_q (Figure IV-13) montre l'évolution de l'écart moyen quadratique des profils observés selon la longueur de référence. Cette valeur qui prend mieux en compte les « grands » pics et les « grands » creux est plus représentative de l'évolution de la topographie d'un point de vue statistique.

L'ondulation selon les écarts quadratiques moyens, entre les groupes S25 et S15, se situe autour de 55 μm tout au long des 40 serrages (Figure IV-13-A). Une légère tendance à la baisse est observable en fin d'expérimentation. Cependant, la forte dispersion des mesures ne permet pas de mettre en évidence une réelle variation.

On observe tout de même une différence significative entre le groupe S25 et S15, à 35 serrages. Le groupe S25 affiche ainsi un plus grand écart de valeur donc une plus forte asymétrie du profil.

La Figure IV-13-B qui présente les variations de W_q du groupe S25, met en évidence, que les cycles de serrages/desserrage sont à l'origine d'une augmentation de la disparité des mesures. L'endommagement est ainsi très variable d'un pas de vis à un autre. La différence significative observée à 25 serrages (en comparaison avec la valeur avant serrage) n'est pas représentative d'une réelle tendance à la baisse en raison de la disparité des mesures. On peut toutefois remarquer que la variation des écarts peut atteindre jusque 8 μm en moyenne. A partir de 30 serrages, les écarts retrouvent les mêmes ordres de grandeur qu'avant serrage.

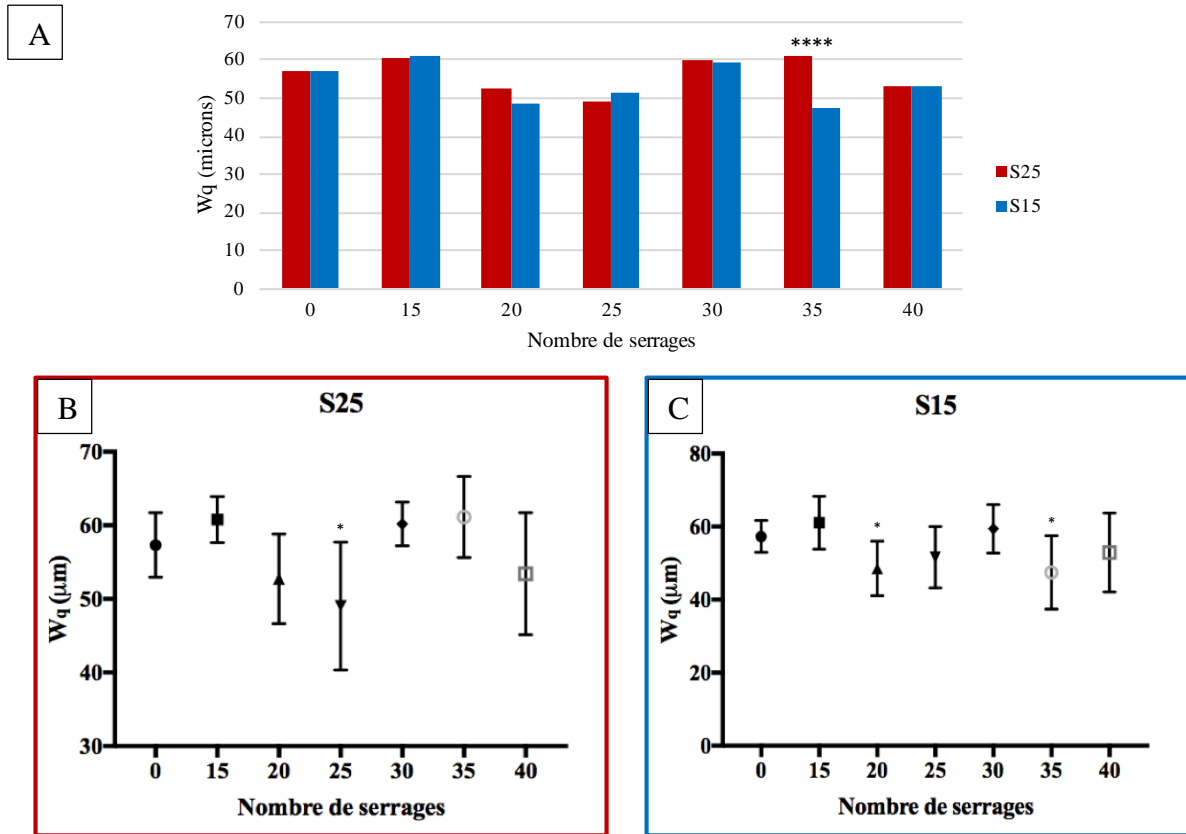


Figure IV-13 Évolution de W_q au niveau du pas de vis ($n=5$) : A : Représentation de W_q selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_q selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_q selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%

** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%

*** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%

**** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%

p = probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

Pour le groupe S15 (Figure IV-13-C), l'augmentation de la disparité des mesures au cours des serrage est moins importante. Toutefois, on observe des différences significatives à 20 et 35 serrages (en comparaison avec la valeur avant serrage) qui sont à pondérer en raison de la disparité des mesures.

Au vu des résultats obtenus, le pas de vis s'endommage au fur et à mesure des serrages mais de façon irrégulière. Les pas de vis du groupe S25 semblent plus endommagés que ceux du groupe S15. Entre le 20^e et 25^e cycle, les variations observées sont les plus élevées.

▪ Paramètre W_{max}

Le paramètre W_{max} (Figure IV-14) montre l'évolution des écarts entre les hauteurs maximales et les profondeurs maximales observées sur la surface du pas de vis.

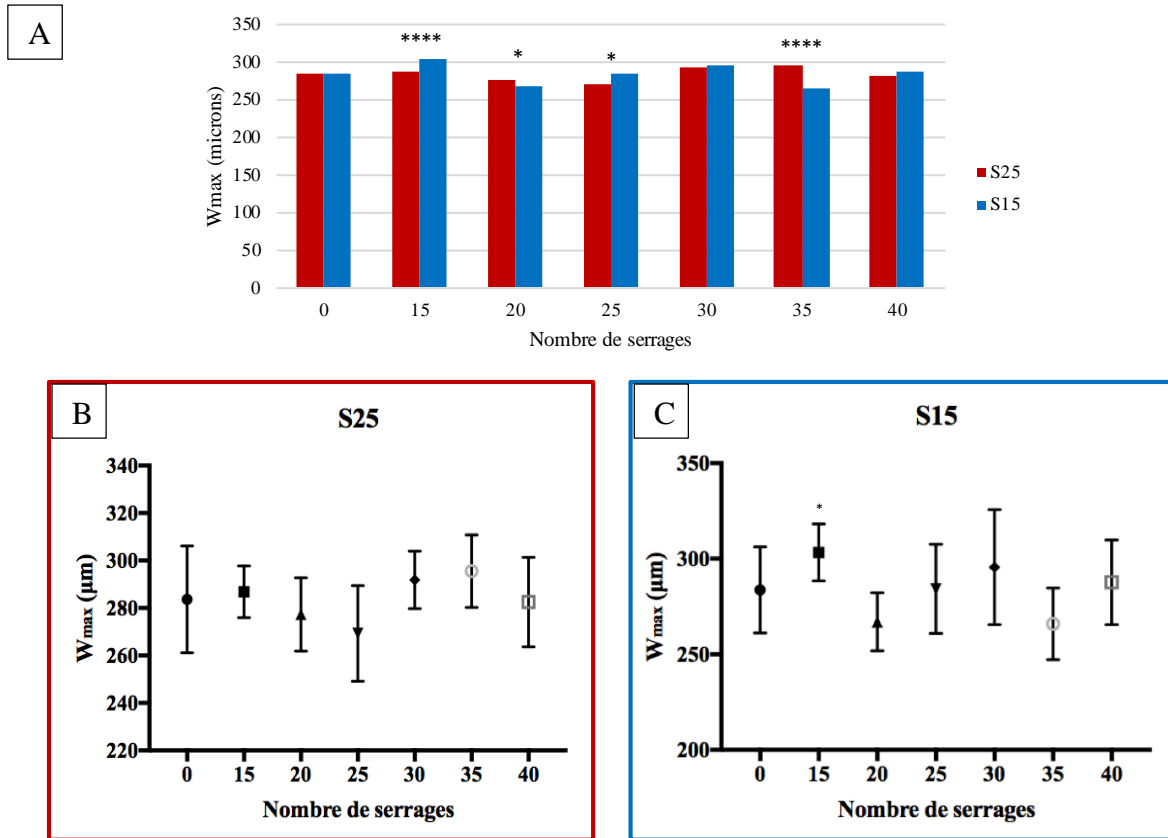


Figure IV-14 Évolution de W_{max} au niveau du pas de vis ($n=5$) : A : Représentation de W_{max} selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_{max} selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_{max} selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 $p =$ probabilité que les résultats obtenus soit statistiquement non dû au hasard

Les valeurs de W_{max} , entre les groupes S25 et S15, varient entre 250 μm et 300 μm (Figure IV-14-A). Des différences significatives entre S25 et S15 apparaissent à 15, 20, 25 et 35 serrages. Cependant les variations constatées ne permettent pas de distinguer un endommagement plus prononcé dans un des deux groupes. Les endommagements selon W_{max} ne sont donc pas influencés par la force de serrage.

Le groupe S25 (Figure IV-14-B) ne montre aucune variation significative au cours des serrages. Ceci est très probablement lié au fait que les valeurs avant serrage étaient déjà très dispersées. Pour le groupe S15 (Figure IV-14-C), la valeur significative obtenue à 15 serrages n'est pas représentative du fait de la dispersion des valeurs.

Le filetage de la vis, présentant du fait de sa forme, de forte variation d'un point de vue topographique, le paramètre W_{\max} ne permet pas de mettre en évidence une évolution des écarts maximaux.

- **Paramètre W_{Sk}**

Le paramètre W_{Sk} (Figure IV-15) représente l'évolution du coefficient d'asymétrie du profil au cours des différents cycles de vissage/dévissage, soit l'amplitude des écarts observés. Il permet de révéler les profils ayant un aspect « plein » résistants mieux à l'usure, des profil « creux » plus sensibles à l'endommagement.

Le paramètre W_{Sk} (Figure IV-15-A) présente des valeurs négatives dans les deux groupes observés durant l'ensemble des expérimentations mettant en évidence un profil « plein ». Il varie significativement, entre les groupes S25 et S15, à 15 et 35 serrages. A 15 serrages, le groupe S25 affiche le coefficient le moins élevé donc le plus résistant, alors qu'à 35 serrages, on observe l'inverse.

Dans les deux groupes étudiés (Figure IV-15-B/C), W_{Sk} varie au cours des serrages mais l'évolution ne permet pas de révéler une réelle tendance. Ceci est lié à la forte dispersion des mesures observées avant serrage, qui met en évidence la disparité des états de surfaces d'une vis à une autre avant utilisation.

On remarque tout de même des variations significatives à 20 et 25 serrages pour le groupe S25 et, à 20 et 35 serrages pour le groupe S15.

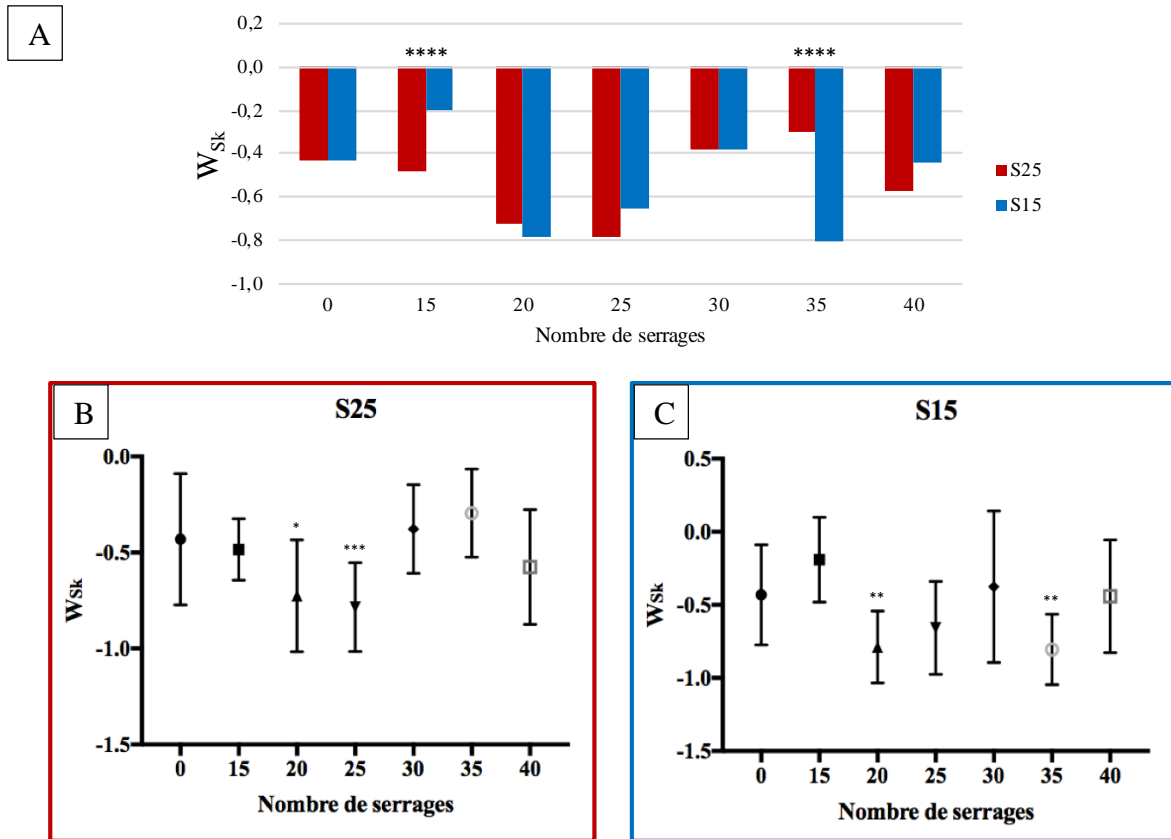


Figure IV-15 Évolution de W_{Sk} au niveau du pas de vis ($n=5$) : A : Représentation de W_{Sk} selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_{Sk} selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_{Sk} selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 $p =$ probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

▪ Paramètre W_{Ku}

Le paramètre W_{Ku} (Figure IV-16) représente l'évolution du coefficient d'aplatissement du profil au cours des différents cycles de vissage/dévisage, soit l'étalement des écarts observés.

W_{Ku} présente des valeurs légèrement supérieures à 3 dans les deux groupes étudiés durant l'ensemble des expérimentations. Il varie significativement, entre S25 et S15, à 35 serrages en faveur du groupe S15. Ce dernier présente ainsi un profil plus « serré » que S25.

L'analyse de ce paramètre permet de révéler une variation importante à 20 et 25 serrages dans les 2 groupes étudiés en comparaison au profil observé avant serrage. L'augmentation de W_{Ku}

met en évidence des surfaces dont les aspérités sont de plus en plus rapprochées. Les endommagements entraînent donc une augmentation des aspérités de surface.

A

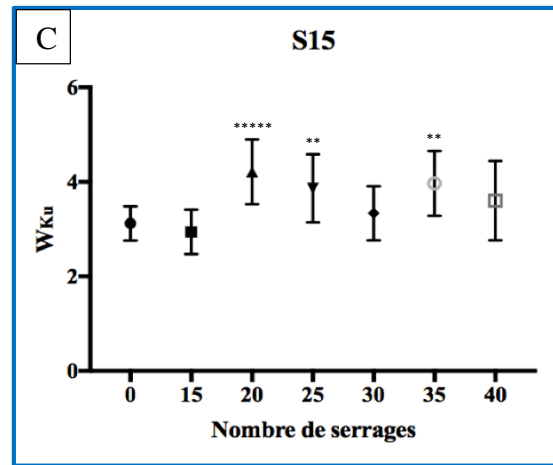
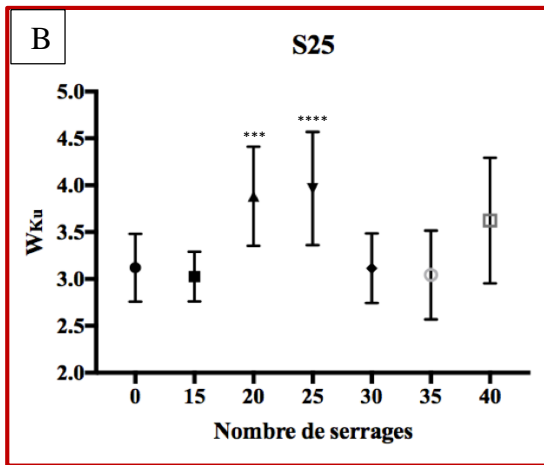
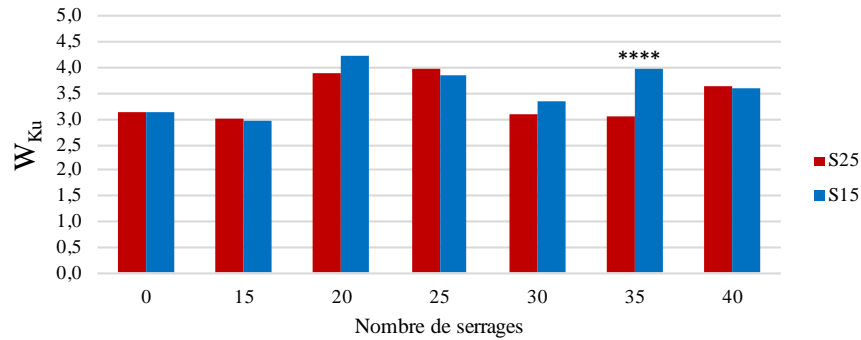


Figure IV-16 Évolution de W_{ku} au niveau du pas de vis ($n=5$) : A : Représentation de W_{ku} selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_{ku} selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de S_{ku} selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 $p =$ probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

IV.1.5 Discussion

Les cycles de vissages/dévisage ont un impact sur le filetage de la vis ; tout d'abord, sur la valeur de précontrainte qui diminue au fur et à mesure des serrages ; ensuite, sur la présence de débris et enfin, sur l'état de surface du filetage.

Le filetage des vis a tendance à s'endommager au fur et à mesure des serrages dans les deux groupes étudiés. Cela génère sous l'effet des contraintes de frottement nécessaires au serrage

de la vis, la formation de débris. Ces derniers vont faire augmenter le coefficient de frottement et nuire ainsi à la valeur de la précontrainte obtenue.⁴⁻⁶

La différence significative sur la valeur de précontrainte n'apparaît qu'à partir du 26^e serrage dans le groupe S25, et n'est pas détectée dans le groupe S15. Les variations les plus importantes sur la topographie du filetage des vis (W_a , W_{Sk} et W_{Ku}) dans les deux groupes étudiés sont observées entre 20 et 25 cycles de serrage/desserrage. L'endommagement du filetage des vis est donc présent en amont de la baisse significative du couple de desserrage. Cependant, l'absence de significativité dans la valeur de précontrainte peut être liée au faible nombre d'échantillons par groupe (5). De plus, les mesures de topographie ont mis en évidence l'absence d'uniformité sur l'état de surface du filetage des vis avant utilisation entraînant de surcroît des variations sur la précontrainte obtenue.

Les variations des paramètres de topographie observés principalement à 20 et 25 serrages mettent en évidence un endommagement du pas de vis. A partir de 30 serrages, les valeurs ont tendance à se rapprocher des mesures obtenues avant serrage. Ce phénomène peut s'expliquer par le fait que les endommagements du pas de vis perdurent et entraînent de nouvelles aspérités de surface à l'origine d'écarts de topographie moyens similaires à la surface avant serrage. Cette hypothèse semble se confirmer par la présence d'une augmentation de la disparité des valeurs observées au cours des serrages qui ne font pas varier les moyennes ou médianes obtenues, mais qui mettent en évidence un endommagement non uniforme entre les différents filetages des vis.

La recommandation de Guzaitis *et al.*⁷ sur la possible réutilisation d'une vis après 10 cycle de serrage/desserrage est à réapprécier. A la vue des résultats obtenus, les vis implantaires semblent pouvoir être réutilisées jusqu'à maximum 20 fois comme le suggère Al Rafee *et al.*⁸ L'usure observée, à partir de ce serrage, sur la rugosité du pas de vis peut alors atteindre des écarts de 8 à 10 μm (paramètre W_q). Toutefois, leur réutilisation doit être faite après contrôle de l'intégrité des spires et du corps de la vis. De plus, l'examen clinique doit permettre de valider l'absence de problèmes d'occlusion et de défauts d'ajustage sur l'élément prothétique. Passé 20 ans de mise en service clinique, la vis implantaire doit tout de même être renouvelée en cas de maintenance ou de desserrage.⁹

Concernant l'utilisation de vis de laboratoire dédiée aux étapes d'essayage, les recommandations faites par Weiss *et al.* semblent validées.⁴ L'évolution des surfaces de contact

et les variations observées en interférométrie, en corrélation avec la présence de particules de plus en plus importantes risquent d'influencer la précontrainte obtenue lors du serrage d'usage. L'utilisation d'une vis neuve pour le serrage finale de la prothèse semble préférable.⁴ Les comparaisons effectuées entre les groupes S25 et S15 en interférométrie, ont mis en évidence des différences significatives qu'à partir du 35^e cycle (à l'exception du paramètre W_{max}). Cela signifie que les vis, malgré un couple de serrage inférieur, s'usent également. L'utilisation d'une vis implantaire ayant servie aux étapes d'essayage entraîne une valeur de précontrainte minimisée causée par son endommagement lié aux insertions/désinsertions et la présence de débris le long du filetage. Cela entraîne alors une augmentation du coefficient de frottement à l'origine d'une diminution de la précontrainte.⁴⁻⁶

Ces constats mettent tout de même en évidence une incohérence vis à vis des fabricants des pièces implantaires qui, eux aussi, recommandent l'utilisation d'un vis neuve pour le serrage d'usage. À l'achat d'un pilier, une seule vis accompagne ce dernier, laissant au chirurgien-dentiste le soin de commander, en parallèle des vis de laboratoire. A la vue du faible surcoût et des avantages qu'entraîne la mise à disposition d'une seconde vis dédiée aux essayages par le fabricant, il serait intéressant que ces derniers fournissent directement deux vis à l'achat d'un pilier.

IV.2 Endommagement de la zone d'indexation

L'analyse des surfaces de contact pilier/implant au de la zone d'indexation a été étudiée tout d'abord, à l'aide d'observations MEB sur les différentes surfaces en contact, mais également grâce à la tomographie 3D couplée au logiciel ImageJ et enfin, par une analyse des paramètres de rugosité de surface sur les méplats des piliers implantaires.

IV.2.1 Observations MEB

❖ Au niveau implantaire (Annexe IV - 4)

Avant endommagement, on retrouve également au sein de la connexion interne de l'implant, quelques débris d'usinage encore présents (**flèche verte**) malgré les procédures de décontamination faites par le fabricant (Figure IV-17).

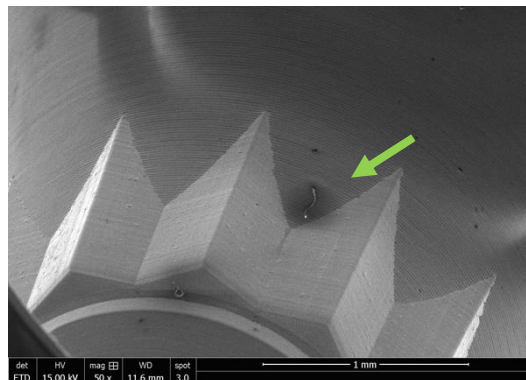


Figure IV-17 Images MEB sur un implant neuf au niveau de la zone d'indexation mettant en évidence la présence de débris d'usinage (flèche verte)

Au fur et à mesure des serrages (Figure IV-18, Figure IV-19, Figure IV-20), des débris (**flèches rouges**) et des impuretés (**flèches jaunes**) sont de plus en plus présents dans la connexion implantaire. Leur présence peut être à l'origine de défauts d'indexation du pilier dans l'implant et entraîner des mobilités du pilier.

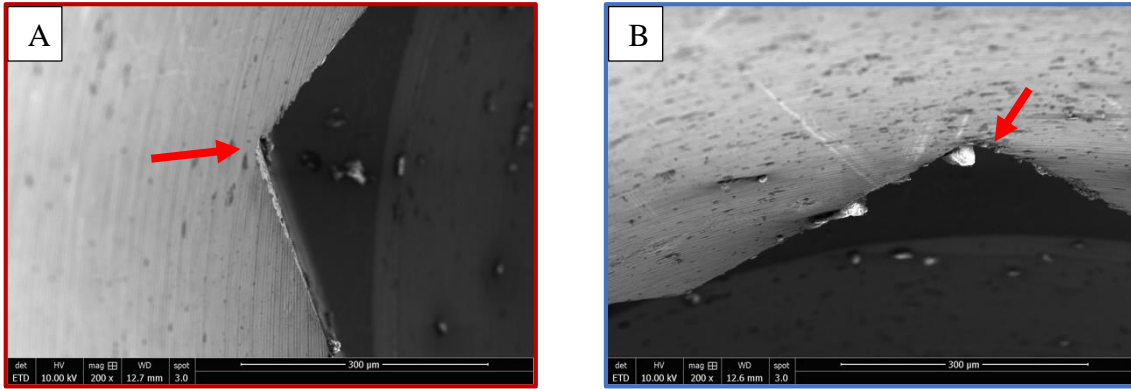


Figure IV-18 Images MEB d'implants après 5 serrages : A : Connexion interne groupe S25 ; B : Connexion interne groupe S15

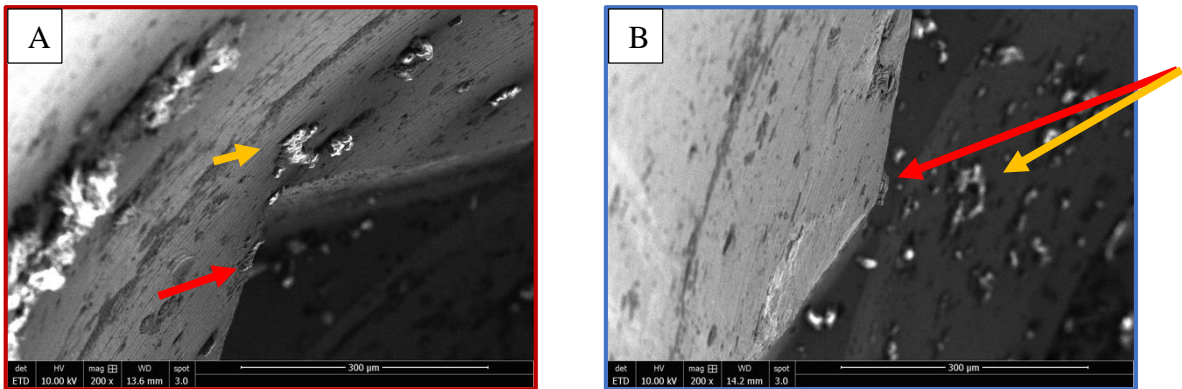


Figure IV-19 Images MEB d'implants après 20 serrages : A : Connexion interne groupe S25 ; B : Connexion interne groupe S15

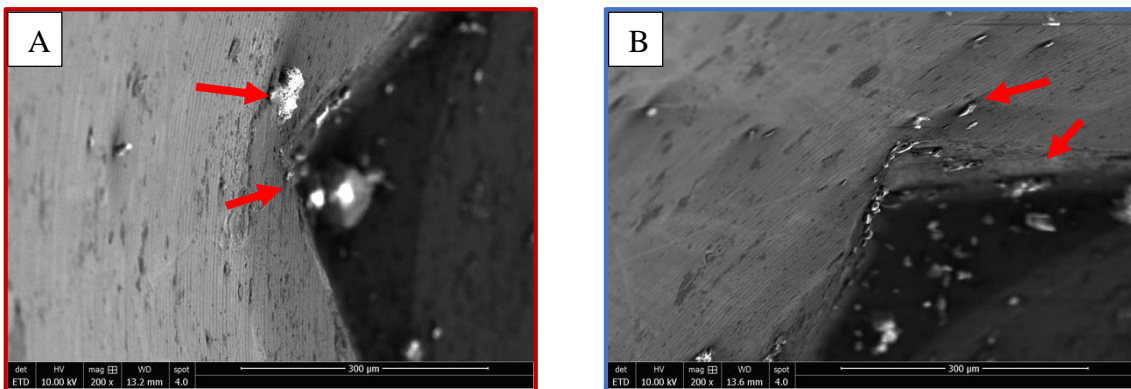


Figure IV-20 Images MEB d'implants après 40 serrages : A : Connexion interne groupe S25 ; B : Connexion interne groupe S15

La flèche verte indique la présence de débris d'usinage

Les flèches rouges indiquent la présence de débris

Les flèches jaunes indiquent la présence d'impureté

❖ **Au niveau du pilier implantaire** (Annexe IV - 5)

La zone d'indexation au niveau du pilier (Figure IV-21) a la forme d'un hexagone. Avant endommagement, ce dernier présente de nombreuses stries d'usinage, ainsi que la présence de défauts de surface (flèche verte).

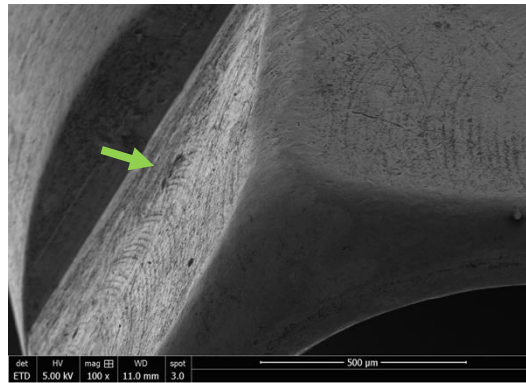


Figure IV-21 Image MEB d'un pilier implantaire neuf au niveau de la zone d'indexation

Au fur et à mesure des serrages (Figure IV-22, Figure IV-23, Figure IV-24, Figure IV-25), des débris sont de plus en plus présents malgré les procédures de désinfection. Des usures par abrasion liées au frottement au niveau des arrêtes, à partir du 10^e cycle, sont de plus en plus présentes dans les deux groupes étudiés mettant en évidence un endommagement de la connexion. Ces pertes de matériaux peuvent influencer le volume des surfaces de contact entre l'implant et le pilier.

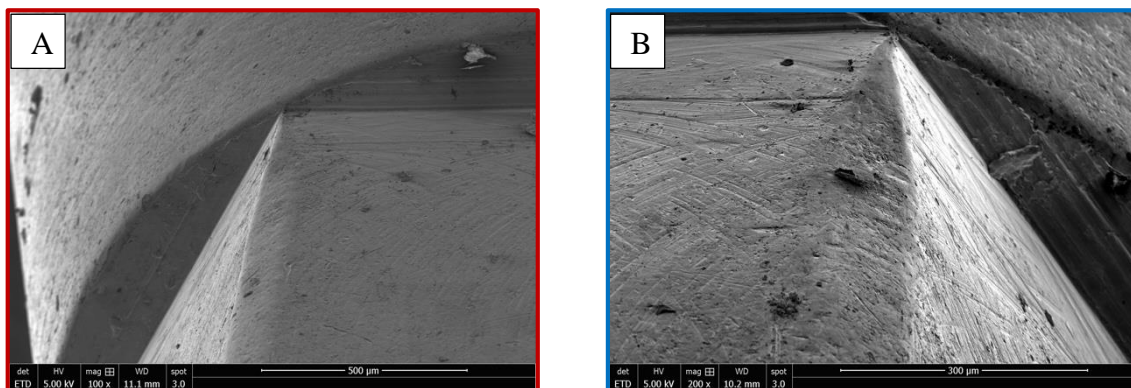


Figure IV-22 Images MEB de la connexion implantaire au niveau d'un pilier implantaire après 5 serrages : A : Groupe S25 ; B : Groupe S15

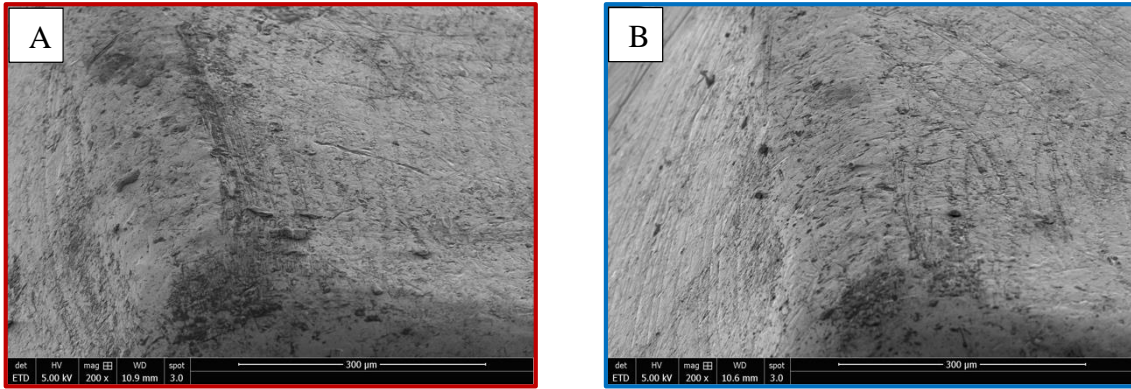


Figure IV-23 Images MEB de la connexion implantaire au niveau d'un pilier implantaire après 10 serrages : A : Groupe S25 ; B : Groupe S15

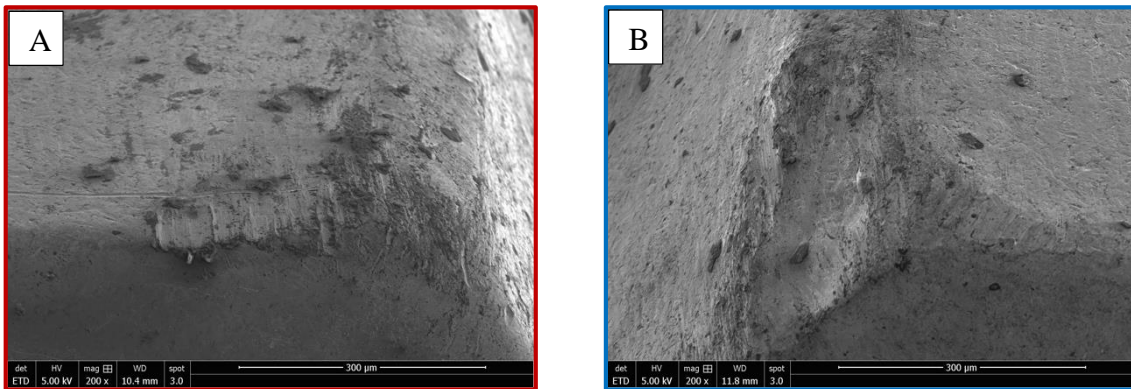


Figure IV-24 Images MEB de la connexion implantaire au niveau d'un pilier implantaire après 20 serrages : A : Groupe S25 ; B : Groupe S15

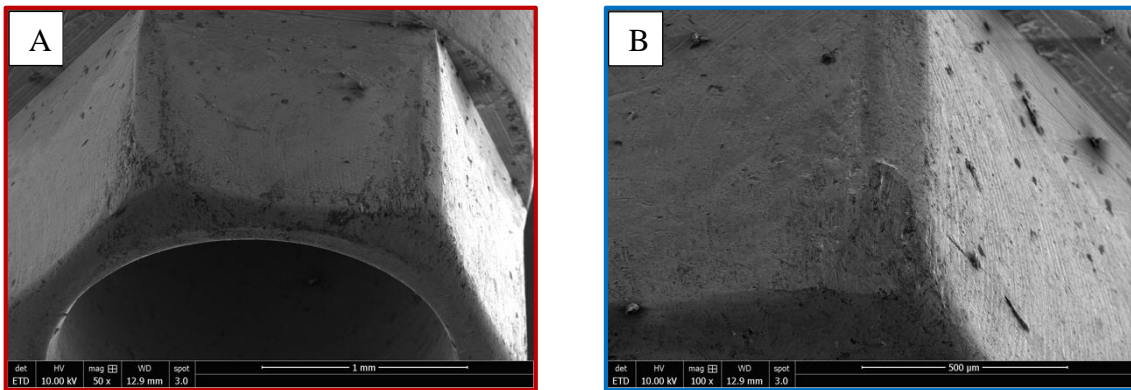


Figure IV-25 Images MEB de la connexion implantaire au niveau d'un pilier implantaire après 40 serrages : A : Groupe S25 ; B : Groupe S15

IV.2.2 Tomographie 3D

Cette technique a permis d'observer l'évolution des surfaces de contact entre l'implant et le pilier au niveau de la zone d'indexation entre le 1^{er} et 40^e serrage (Figure IV-26). Toutefois, les valeurs pour le groupe S25 à 15 serrages n'ont pu être exploitées suite à un incident technique.

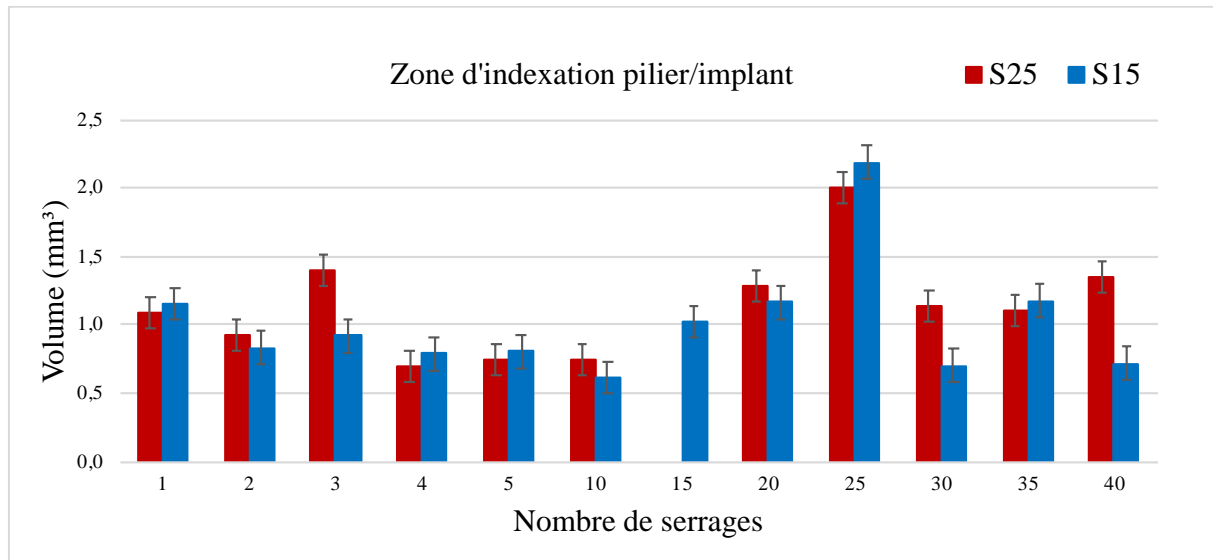


Figure IV-26 Évolution du volume de vide dans la zone d'indexation du pilier à l'implant en fonction du nombre de serrages (Échantillons E et Z)

Au sein de la zone d'indexation, l'analyse des volumes de vide montre une évolution au cours des serrages pour les deux échantillons observés (de 0,5 à 2,2 mm³). Malgré la différence de couple de serrages, les volumes de vide varient selon les mêmes ordres de grandeur. 15N.cm suffit donc à garantir le positionnement du pilier dans l'implant. Au 3^e, 30^e et 40^e cycle, le volume de vide au sein de l'échantillon S25 est même plus important que S15, ce qui laisse supposer un degré d'endommagement plus important dans ce groupe. On remarque qu'à 25 serrages, le volume de vide est plus important pour les deux échantillons étudiés.

L'évolution de la rugosité de surface des piliers implantaires va permettre d'apprécier ce phénomène.

IV.2.3 Analyse de la topographie de surface par microscopie confocale (Annexe IV - 6)

L'analyse des profils primaires de topographie sur les méplats des piliers implantaires par microscopie confocale (Figure IV-27) a permis d'étudier les paramètres S_a , S_q , S_z , S_{Sk} et S_{Ku} tout au long des 40 serrages. Seuls les paramètres d'ondulation, révélant la topographie de 3^e ordre seront analysés afin de mettre en évidence un endommagement du méplat permettant l'indexation des piliers dans l'implant.

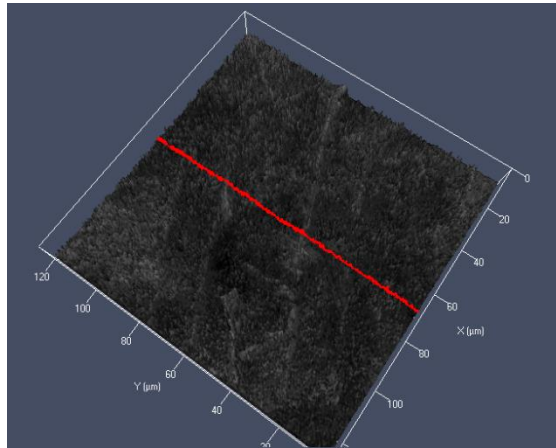


Figure IV-27 Profil primaire de rugosité obtenu sur le méplat d'un pilier implantaire

▪ Paramètre W_a

Le paramètre W_a (Figure IV-28) montre l'évolution de l'écart moyen des profils observés selon la ligne référence. Il permet ainsi de mettre en évidence un endommagement du méplat des piliers.

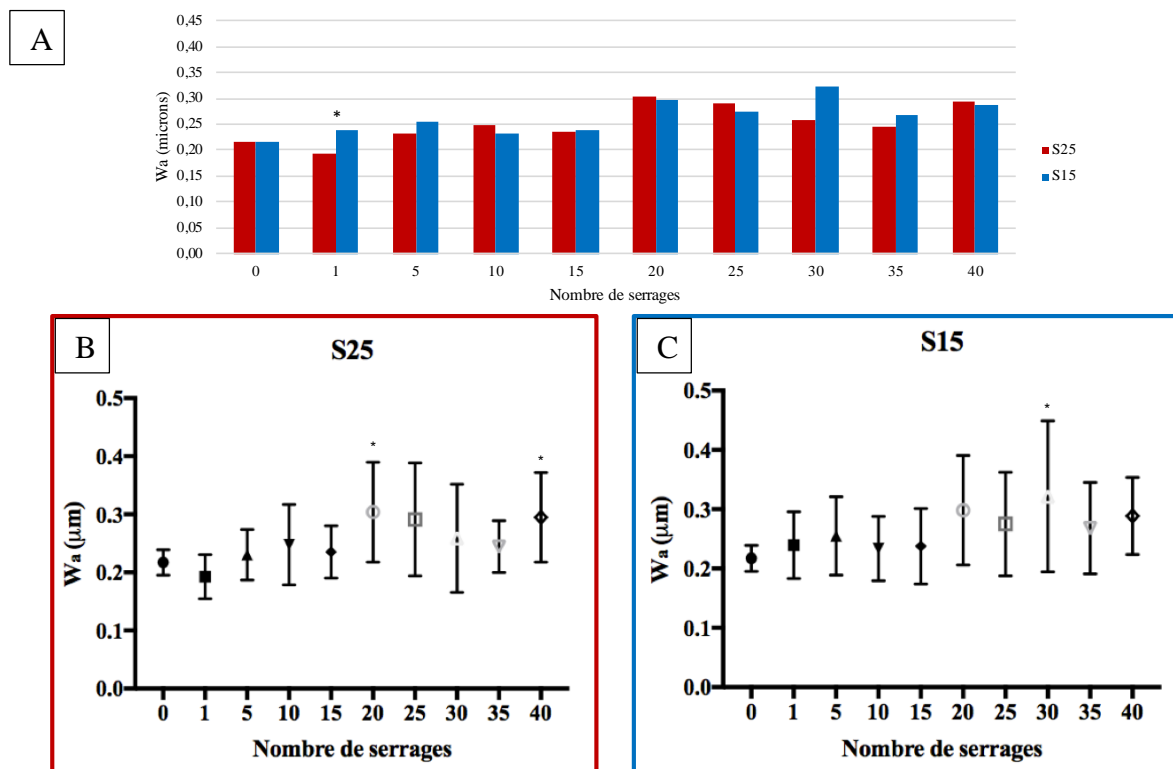


Figure IV-28 Évolution de W_a au niveau d'un méplat du pilier ($n=5$) : A : Représentation de W_a selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_a selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_a selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 $p =$ probabilité que les résultats obtenus soit statistiquement non dû au hasard

L'ondulation, entre les groupes S25 et S15 (Figure IV-28-A), évolue au cours des différents serrages selon la même tendance, à l'exception du 1^{er} cycle où le groupe S25 présente des écarts de rugosité moins importants que le groupe S15. Ceci s'explique par le fait que les aspérités, sous les contraintes du couple de serrage qui est plus important pour le groupe S25, ont tendance à s'aplatir.¹⁻³ Au-delà, l'absence de différence entre les deux groupes montre que les aspérités ont évolué de façon similaire.

Le groupe S25 (Figure IV-28-B), ne montre pas d'évolution significative au cours des serrages liée à l'augmentation de la disparité des mesures qui limitent l'interprétation des résultats. Il semblerait toutefois que les valeurs affichent une légère tendance à la hausse. Ce phénomène met en évidence que l'usure est très variable d'un échantillon à un autre.

Le groupe S15 (Figure IV-28-C), présente la même tendance. Les valeurs les plus élevées sont atteintes à 30 serrages.

Ces résultats mettent en avant que la rugosité des méplats des piliers implantaires varie au cours des serrages de façon irrégulière. Ce phénomène est présent sur les deux groupes étudiés dès le premier serrage et s'amplifie au fur et à mesure des cycles. Les phénomènes de relaxation des matériaux liés au serrage, sont bien présents, puisqu'on observe au 1^{er} cycle, une différence entre les deux groupes, mais les cycles d'insertion/désinsertion ont plutôt tendance à faire augmenter la rugosité de surface des éléments implantaires. L'augmentation a juste été moins forte sur le groupe S25 que S15 lors du premier serrage lié au couple de serrage plus élevé.

▪ Paramètre W_q

Le paramètre W_q (Figure IV-29) montre l'évolution de l'écart moyen quadratique des profils observés selon la longueur de référence. Cette valeur qui prend mieux en compte les « grands » pics et les « grands » creux est plus représentative de l'évolution de la topographie d'un point de vue statistique.

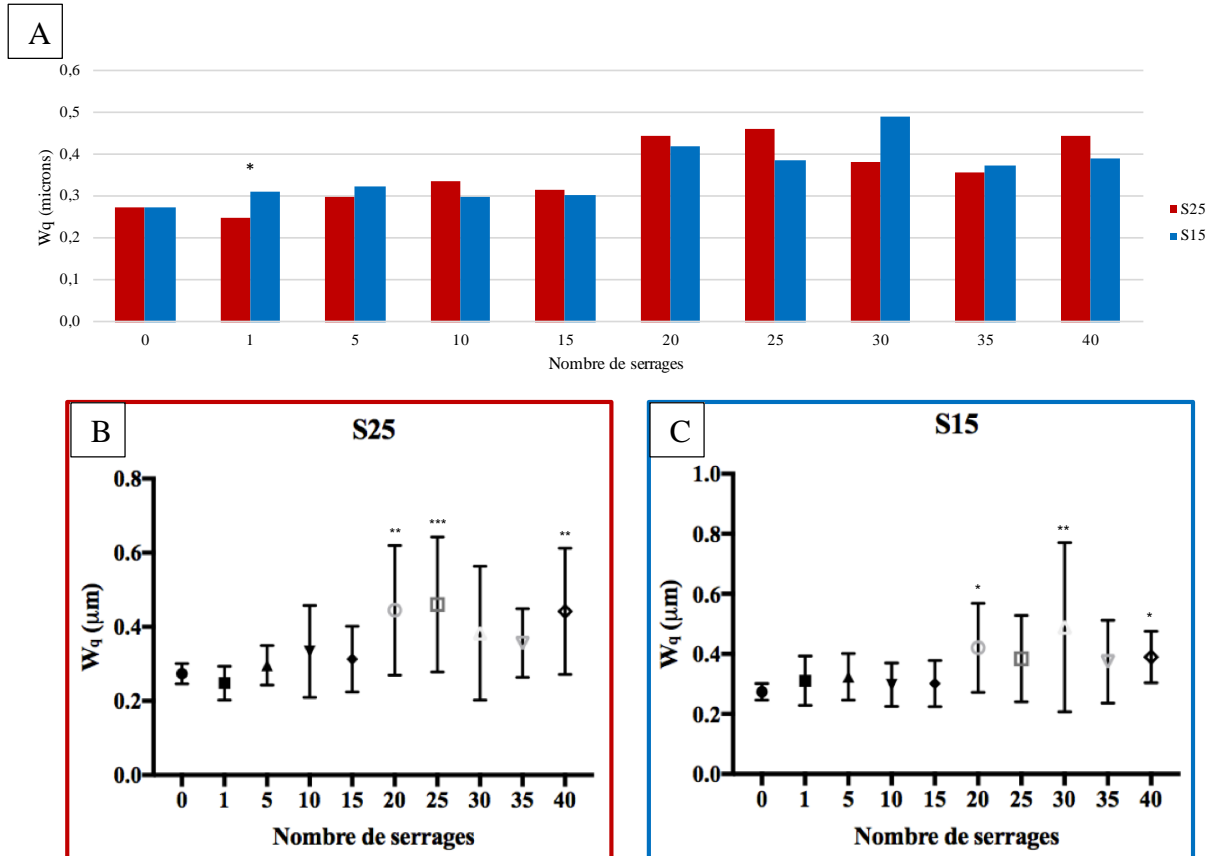


Figure IV-29 Évolution de W_q au niveau d'un méplat du pilier ($n=5$) : A : Représentation de W_q selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_q selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_q selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 $p =$ probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

L'ondulation (Figure IV-29-A), entre les groupes S25 et S15, a tendance à légèrement augmenter au cours des serrages. A l'image du paramètre W_a , une différence significative n'est observable qu'au 1^{er} cycle entre les deux groupes entre S25 et S15.

Le groupe S25 (Figure IV-29-B) et le groupe S15 (Figure IV-29-C) présentent, au fur et à mesure des serrages, une plus forte disparité des mesures. A partir de 20 serrages, les valeurs observées sont plus élevées qu'avant endommagement mais ce résultat est à pondérer en raison de la dispersion des mesures. Les valeurs se situent à $0,4 \pm 0,2 \mu\text{m}$ pour les deux groupes étudiés à 20 serrages. Les endommagements observés s'étalent sur une large amplitude mais reste inférieur à $1 \mu\text{m}$.

Ces résultats montrent que l'endommagement est non homogène d'un échantillon à un autre. Les groupes S25 et S15 varient selon la même tendance au cours des serrages, à l'exception du premier cycle en lien avec l'affaissement des aspérités lié au couple de serrage plus élevé. L'endommagement commence à être présent à partir du 20^e cycle.

▪ **Paramètre W_{max}**

Le paramètre W_{max} (Figure IV-30) montre l'évolution des écarts entre les hauteurs maximales et les profondeurs maximales observées sur le méplat des piliers.

Entre les groupes S25 et S15 (Figure IV-30), les écarts maximaux ont tendance à augmenter au cours des serrages dans les deux groupes étudiés. Au 5^e et 25^e serrage, les mesures entre S25 et S15 sont significativement différentes mais ce résultat semble non représentatif.

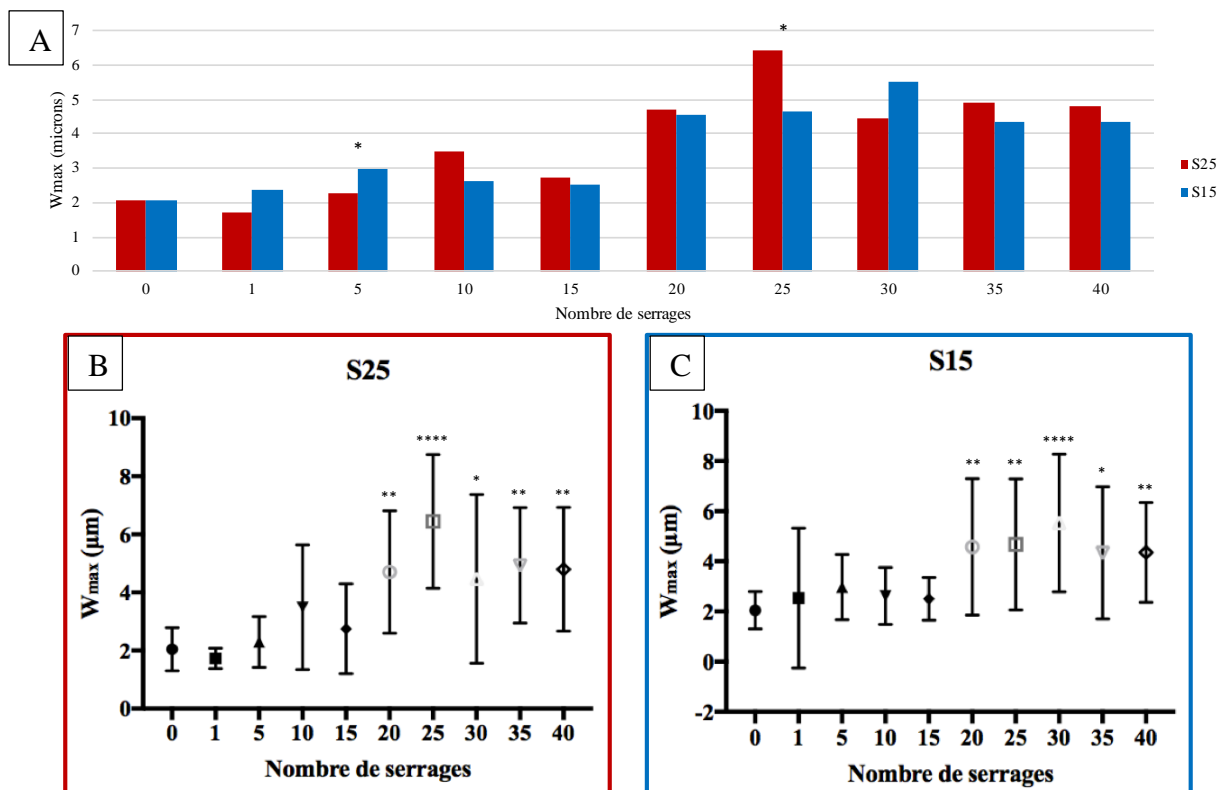


Figure IV-30 Évolution de W_{max} au niveau d'un méplat du pilier ($n=5$) : A : Représentation de W_{max} selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_{max} selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_{max} selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 $p =$ probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

Dans les deux groupes étudiés, les mesures sont significativement plus élevées à partir du 20^e cycles. Ce phénomène est principalement lié à une grande disparité des mesures, au fur et à mesure des serrages, mettant en évidence l'absence d'homogénéité des endommagements dans les groupes étudiés.

D'une manière générale, les écarts maximaux ont tendance à augmenter au cours des serrages, mettant en évidence un endommagement des surfaces des méplats des piliers. Ce phénomène devient significatif qu'à partir du 20^e cycle mais est à pondérer du fait de la dispersion des mesures.

- **Paramètre W_{Sk}**

Le paramètre W_{Sk} (Figure IV-31) représente l'évolution du coefficient d'asymétrie du profil au cours des différents cycles de vissage/dévisage, soit l'amplitude des écarts observés. Il permet de révéler les profils ayant un aspect « plein » résistants mieux à l'usure, des profil « creux » plus sensibles à l'endommagement.

W_{Sk} montre une tendance à l'augmentation au cours des serrages dans les deux groupes étudiés. Les valeurs sont proches de 0 jusqu'au 15^e cycle, puis augmentent pour se rapprocher de la valeur de 1 voire la dépassent à 25 serrages. Cela met en évidence que les surfaces ont tendance à présenter un profil « creux » plus sensible à l'usure. Ce phénomène est plus prononcé dans le groupe S25 que S15.

L'augmentation de la distribution des valeurs de W_{Sk} , à partir du 20^e cycle, dans les deux groupes étudiés, montre que l'endommagement des méplats varie d'un échantillon à un autre et n'est pas lié au couple de serrage.

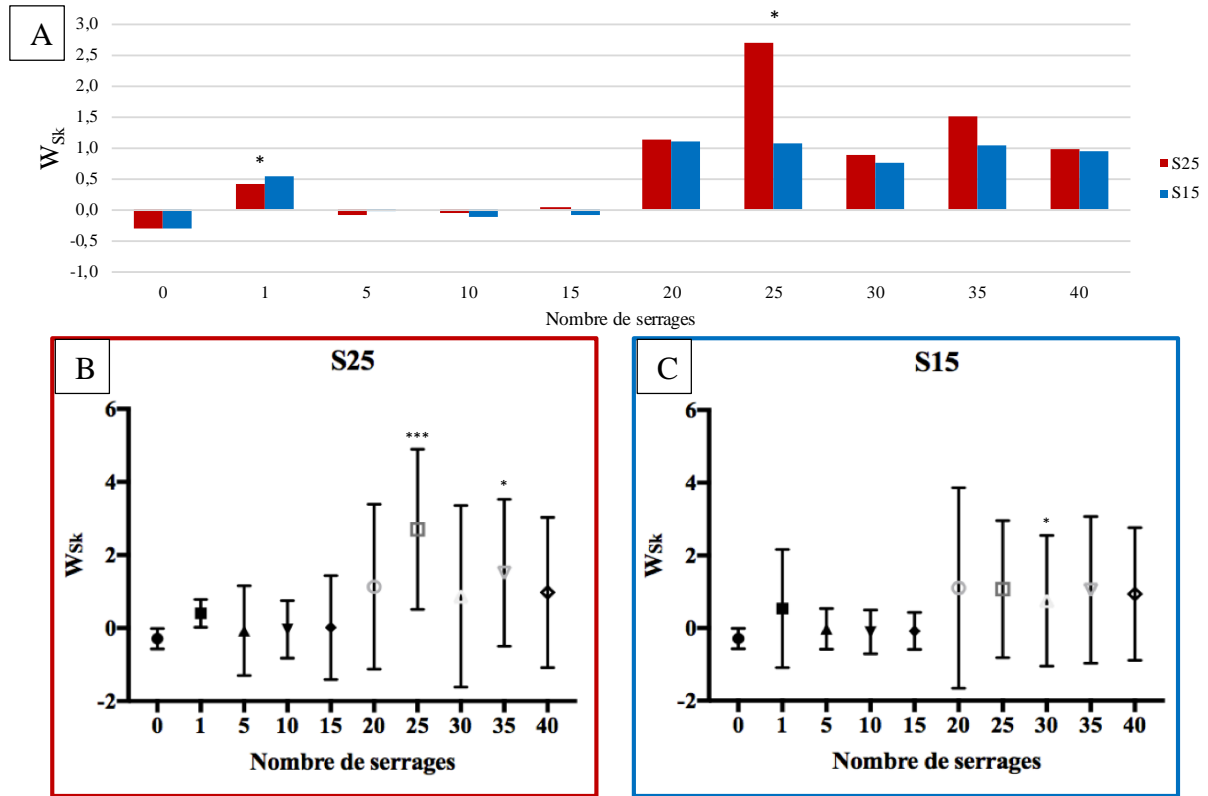


Figure IV-31 Évolution de W_{Sk} au niveau d'un méplat du pilier ($n=5$) : A : Représentation de W_{Sk} selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_{Sk} selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_{Sk} selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 $p =$ probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

▪ **Paramètre W_{Ku}**

Le paramètre W_{Ku} (Figure IV-32) représente l'évolution du coefficient d'aplatissement du profil au cours des différents cycles de vissage/dévisage, soit l'étalement des écarts observés.

W_{Ku} présente des valeurs supérieures à 3 dans les deux groupes observés durant l'ensemble des expérimentations. Cela permet de mettre en évidence la faible distribution des écarts et le profil dit « serré » des surfaces observées. Ce phénomène s'amplifie au fur et à mesure des serrages et devient significatif à partir de 20 serrages pour le groupe S25 et à partir de 25 serrages pour le groupe S15. Cependant, la dispersion des valeurs obtenues limite tout de même les interprétations. Toutefois, à partir de 20 cycles, les mesures sont de plus en plus dispersées mettant en avant l'absence d'homogénéité des endommagements.

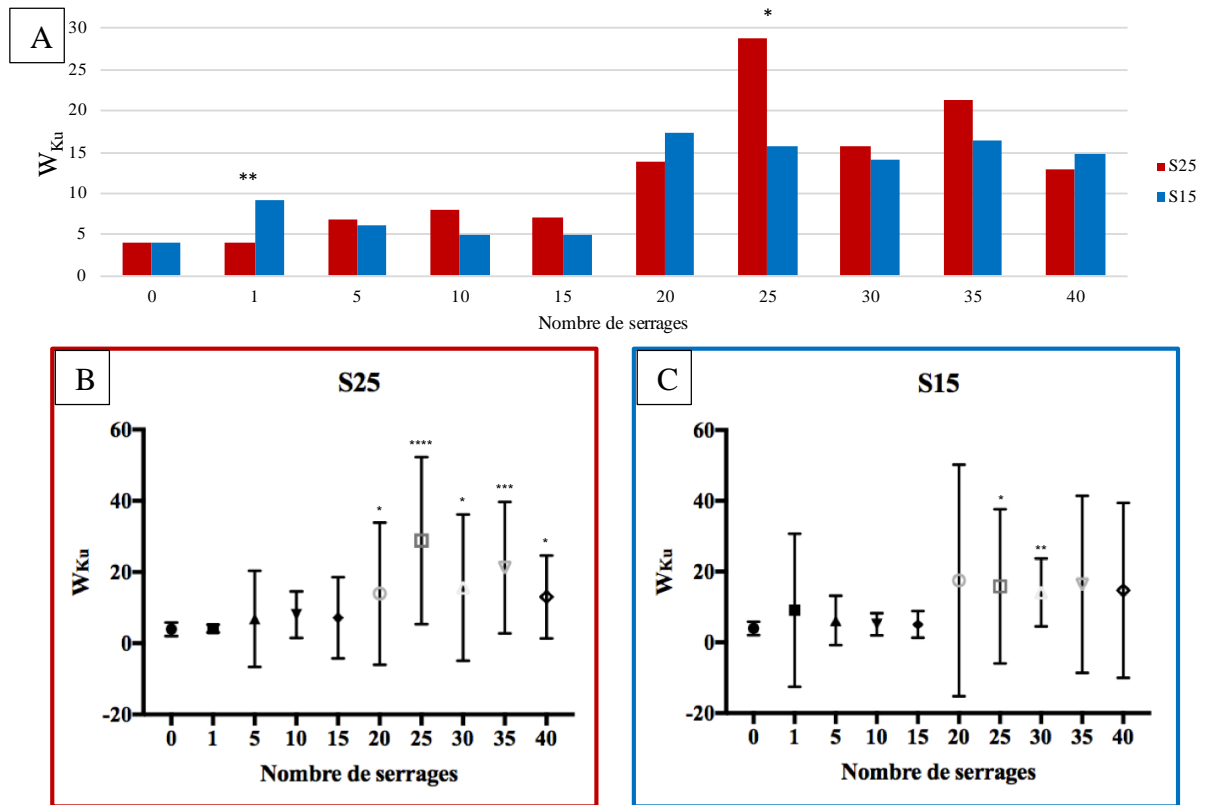


Figure IV-32 Évolution de W_{ku} au niveau d'un méplat du pilier ($n=5$) : A : Représentation de W_{ku} selon la moyenne et comparaison de S25 et S15 ; B : Représentation de W_{ku} selon la médiane et comparaison de S25 par rapport au profil avant serrage ; C : Représentation de W_{ku} selon la médiane et comparaison de S15 par rapport au profil avant serrage

* $p < 0,05$ soit résultat significatif à plus de 95%
 ** $p < 0,01$ soit résultat significatif à plus de 99%
 *** $p < 0,001$ soit résultat significatif à plus de 99,90%
 **** $p > 0,0001$ soit résultat significatif à plus de 99,99%
 p = probabilité que les résultats obtenus soit statiquement non dû au hasard

Au premier cycle de serrage, on remarque que le groupe S25 présente un étalement moins important que S15. L'endommagement semble plus lié aux manœuvres de désinsertion qu'au couple de serrage.

IV.2.4 Discussion

L'ensemble des résultats permet de mettre en évidence un endommagement de la connexion au cours des cycles d'insertion/désinsertion au niveau de la zone d'indexation. Cette usure est similaire dans les deux groupes étudiés (à l'exception du 1^{er} serrage) et devient plus importante entre le 20^e et 25^e cycles. Ces observations sont en adéquation avec celles mises en évidence sur l'endommagement du pas de vis. A partir du 20^e serrage, les différents composants implantaires présentent donc des endommagements. Cependant, ces derniers sont non homogènes et sont variables d'un échantillon à un autre.

Les différents cycles d'insertion/désinsertion ont pour principale conséquence au niveau de la zone d'indexation d'augmenter la rugosité de surface des piliers implantaires. Ce constat est contradictoire avec les travaux de Bacchi *et al.*¹ qui ont mis en évidence que la force de serrage entraînait sous l'effet des contraintes de relaxation des métaux l'affaissement des aspérités des surfaces en contact. Cette augmentation de rugosité de surface peut s'expliquer par les manœuvres de désinsertion qui font frotter les surfaces entre elles. Ceci serait à l'origine de la formation des débris qui augmenterait la rugosité de surface constatée après desserrage. De plus, les différences de valeurs de W_a et W_q observées, lors du 1^{er} desserrage, entre les groupes S25 et S15, corroborent l'hypothèse de Bacchi *et al.*¹ sur l'affaissement des aspérités. La différence de couple de serrage a entraîné une rugosité de surface moins importante sur S25 que S15. Par la suite, les frottements lors des désinsertions ont été responsables d'endommagements équivalents dans les deux groupes malgré la différence de couple de serrage.

La nécessité d'effectuer deux vissages pour optimiser la précontrainte est donc nécessaire à chaque cycle pour permettre aux matériaux de se relaxer et optimiser les surfaces de contact lors du second serrage.^{1,10-14} Les travaux de Barkia *et al.*¹⁵ sur la relaxation de différents titanes purs à température ambiante permet de constater que la fraction relaxée des contraintes d'écoulement d'un échantillon ne peut excéder 40% (Figure IV-33). En 10 minutes, moins de 20% du titane est relaxé. Idéalement, il faudrait attendre environ 5 heures pour dépasser la barre des 30%. Le délai de 10 minutes proposé par Bacchi *et al.*¹ est insuffisant mais représente un bon compromis pour une application clinique.

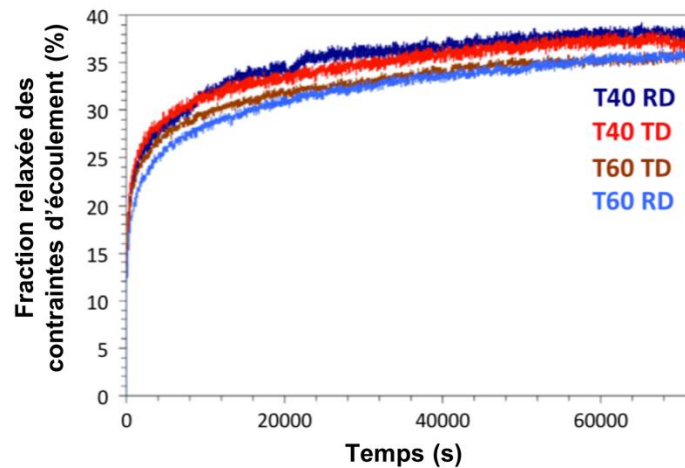


Figure IV-33 Courbes comparant les fractions relaxées des contraintes d'écoulement de différents titanes (%) en fonction du temps ¹⁵

Au niveau de la zone d'indexation, l'usure constatée au niveau de la rugosité des méplats des piliers implantaires est inférieure à $1\ \mu\text{m}$ (paramètre W_q) dans les 2 groupes étudiés à 40 serrages. Cela semble correspondre à la dimension des débris observés dans le connexion interne des implants. Les endommagements commencent à devenir importants à partir de 20 serrages et démontrent la nécessité de limiter le nombre de cycles d'insertion/désinsertion des éléments implantaires. Toutefois, les endommagements sur la zone d'indexation restent cliniquement « acceptables » car inférieurs à la valeur de $10\ \mu\text{m}$ établie par Brånemark.¹⁶

Lors des étapes d'essayage, la vis et le pilier sont mis en place, à la fois dans la connexion implantaire en bouche pour les validations sur le patient, mais également sur le modèle de travail pour l'élaboration de la prothèse personnalisée. Le nombre de 20 cycles est ainsi rapidement atteint et les endommagements constatés sont donc représentatifs de l'usure « initiale » des composants implantaires avant leur mise en fonction. La vis implantaire est un élément qui est aisé de renouveler. À contrario, le pilier implantaire a vocation à ne pas être remplacé. Ces endommagements doivent être limités pour éviter de nuire au positionnement du pilier dans l'implant. En cas de malposition ou d'instabilité de ce dernier, il pourrait être à l'origine de mobilités et/ou entraîner une perte d'étanchéité de la connexion.

IV.3 Endommagement de la zone d'étanchéité

L'analyse des surfaces de contact pilier/implant au niveau de la zone d'étanchéité a été étudiée d'une part à l'aide d'observations MEB sur les échantillons implantaires, et d'autre part, par analyse des volumes de vide au sein de la connexion grâce à la tomographie 3D couplée au logiciel ImageJ.

IV.3.1 Observations MEB

Avant endommagement, on constate la présence de stries d'usinage ainsi que la présence d'imperfections (**flèche verte**) sur le col implantaire (Figure IV-34). Des débris liés à l'usinage sont également présents sur le col et à l'intérieur de l'implant malgré les procédures de décontamination du fabricant.

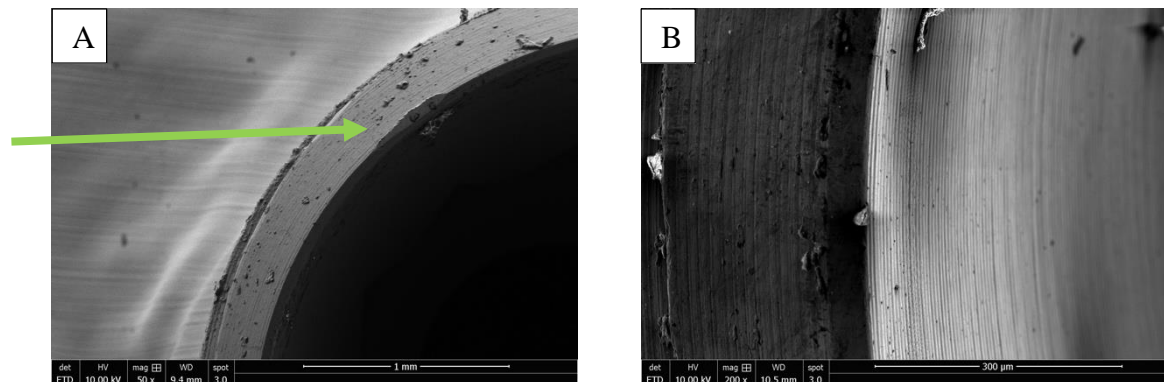


Figure IV-34 Images MEB sur un implant neuf : A : Col implantaire ; B : Partie interne de la connexion implantaire

Au fur et à mesure des serrages (Figure IV-35, Figure IV-36, Figure IV-37), des débris (**flèches rouges**) et des impuretés (**flèches jaunes**) sont de plus en plus présents dans la connexion implantaire. Leur présence peut entraver l'insertion complète du pilier dans l'implant et nuire à l'étanchéité de cette dernière. Ce phénomène est d'autant plus vrai qu'en clinique, il est accentué par la présence des tissus gingivaux et des fluides oraux.

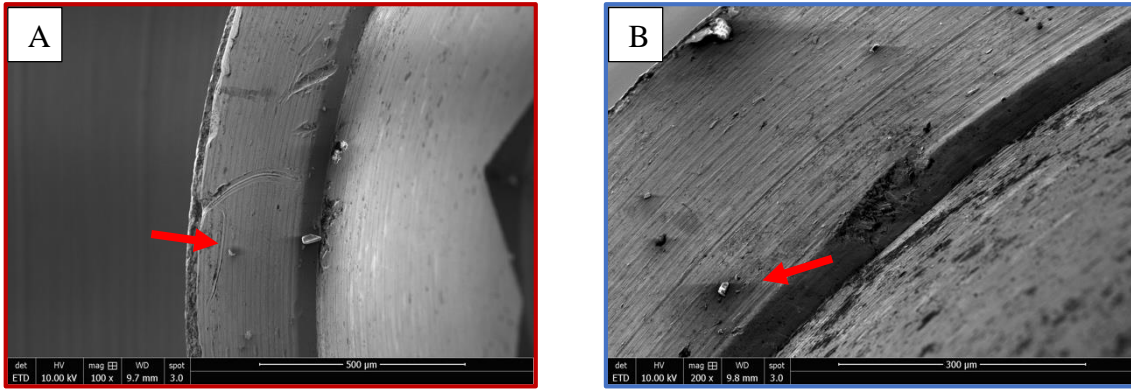


Figure IV-35 Images MEB d'implants après 5 serrages : A : Col implantaire groupe S25 ; B : Col implantaire groupe S15

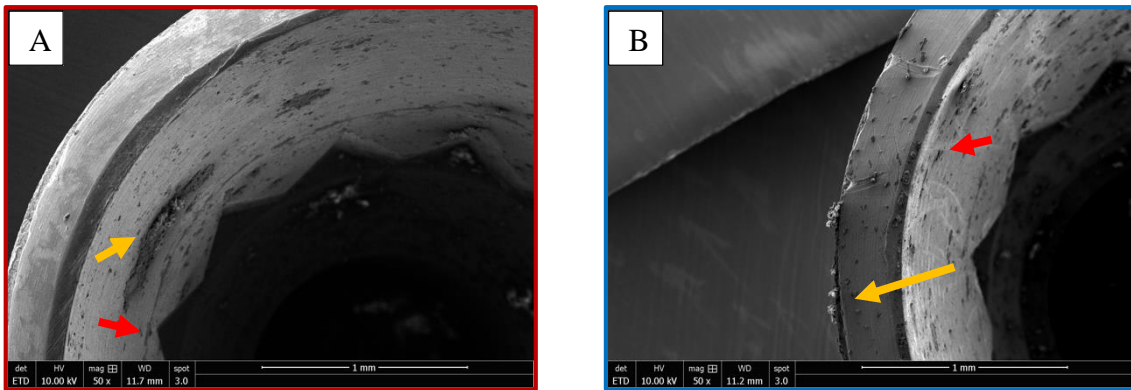


Figure IV-36 Images MEB d'implants après 20 serrages : A : Col implantaire groupe S25 ; B : Col implantaire groupe S15

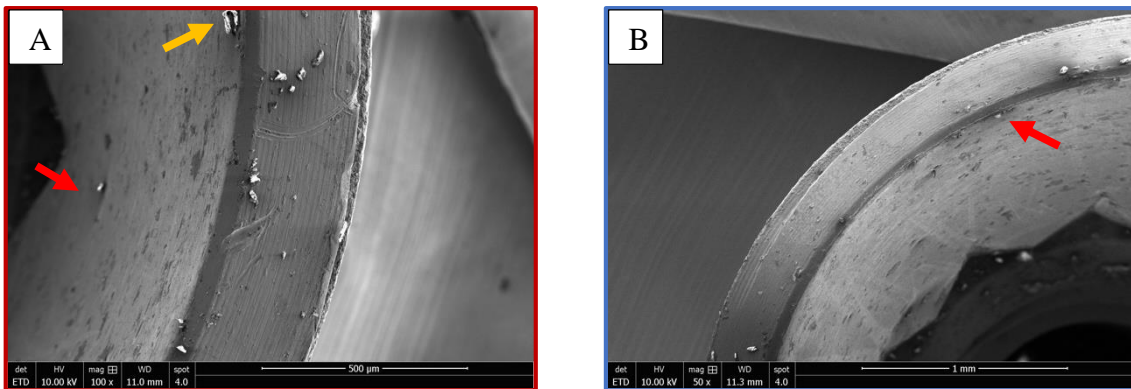


Figure IV-37 Images MEB d'implants après 40 serrages : A : Connexion interne groupe S25 ; B : Connexion interne groupe S15 ; C : Col implantaire groupe S25 ; D : Col implantaire groupe S15

La flèche verte indique une zone d'imperfection
Les flèches rouges indiquent la présence de débris
Les flèches jaunes indiquent la présence d'impureté

Dès le 5^e cycle de serrage/desserrage des endommagements liés aux procédures de désassemblage sont présentes sur le col implantaire dans les deux groupes étudiés. Leur nombre augmente au fur et à mesure des cycles. La présence d'irrégularité sur le col implantaire favorise

l'accumulation de plaque dentaire et peut faciliter la survenue d'une péri-implantite. Ces endommagements, qui sont liés à une utilisation « normale » des échantillons, mettent en évidence une usure prématurée des échantillons et le manque de stabilité du titane pur.

Les serrages et les manœuvres d'insertion/désinsertion, ont entraîné l'affaissement d'une partie des stries d'usinage (Figure IV-38), et généré la formation de débris. Ces derniers présentent des dimensions variables de quelques centaines de nanomètres à plusieurs dizaines de microns (Figure IV-39).

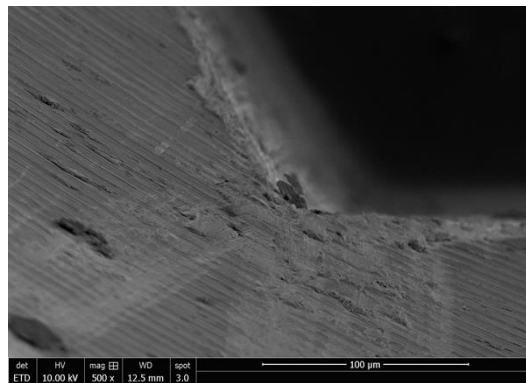


Figure IV-38 Affaissement des stries d'usinage au niveau de la zone d'indexation d'un implant (groupe S15) après 15 cycles

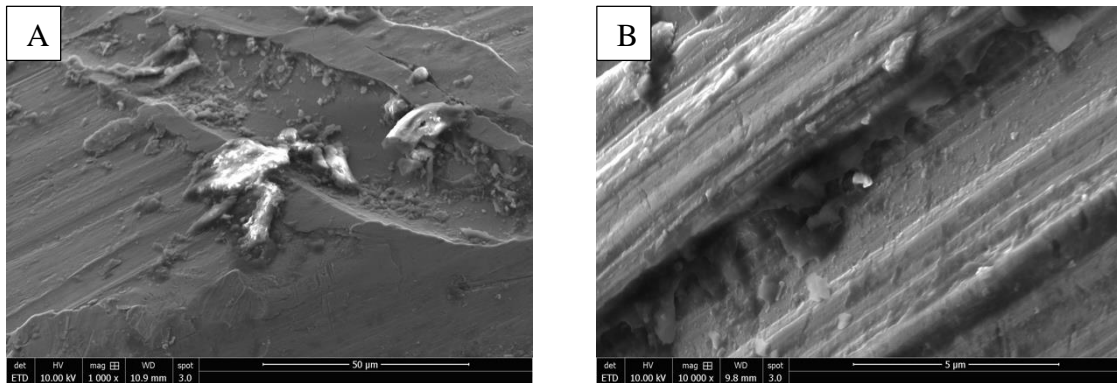


Figure IV-39 Débris générés sur les échantillons implantaires : A : Au sein d'une rayure sur le col implantaire ; B : Au sein de stries d'usinage dans la partie haute de la connexion

Les coupes transversales réalisées à 40 serrages sur échantillons assemblés (Figure IV-40), mettent en évidence un espace entre le pilier et l'implant inférieur à 0,5 µm. La présence des débris au sein de la connexion ne semble pas entraîner de défaut d'ajustage ou d'étanchéité au sein de la connexion implantaire. L'analyse des surfaces de contact entre le pilier et l'implant, à ce niveau, permettront d'apprécier cette observation.

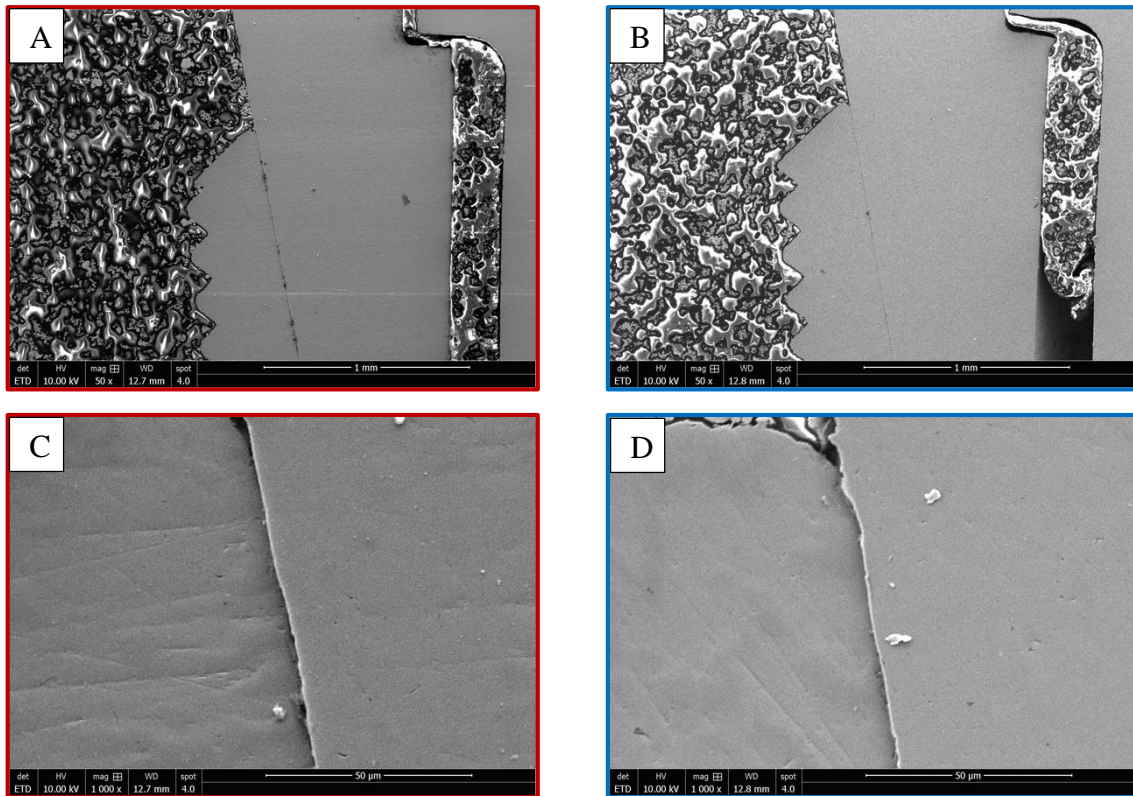


Figure IV-40 Coupes transversales au MEB des échantillons A et V après 40 serrages mettant en évidence la zone d'étanchéité : A et C : groupe S25 ; B et D : groupe S15

IV.3.2 Tomographie 3D

Cette technique a permis d'observer l'évolution des surfaces de contact entre l'implant et le pilier au niveau de la zone d'étanchéité (Figure IV-41) entre le 1^{er} et 40^e serrage. Toutefois, les valeurs pour le groupe S25 à 15 serrages n'ont pu être exploitées suite à un incident technique.

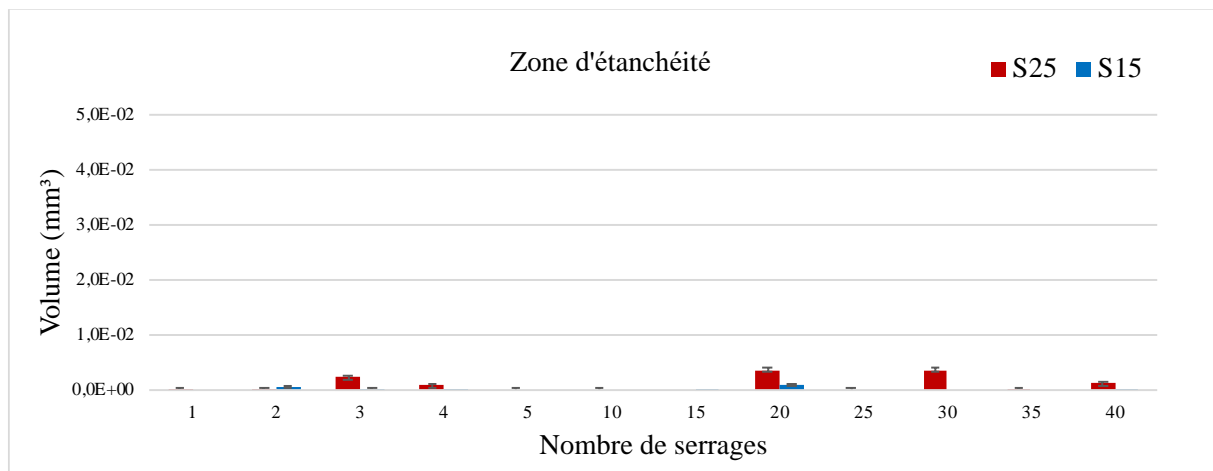


Figure IV-41 Évolution du volume de vide dans la zone de contact implant/pilier en fonction du nombre de serrages (Échantillons E et Z)

Au sein de la zone d'étanchéité, l'analyse des volumes de vides pour les deux groupes observés, se situe entre 0 et 0,003 mm³ et peuvent donc être considérés comme négligeables. Les quelques variations observées peuvent s'expliquer par la technique d'analyse elle-même. Lors des mesures, l'orientation de l'échantillon a pu entraîner une certaine marge d'erreur dans le choix de premier plan étudié. De plus, les quelques zones de non-contact n'ont été observées que sur les premières coupes, en d'autres termes au niveau de la jonction entre la zone d'indexation et la zone d'étanchéité.

IV.3.3 Discussion

Ces résultats permettent de démontrer que l'usure constatée, bien que significative à partir du 20^e cycle, permet de maintenir la stabilité du complexe implanto-prothétique et son bon positionnement dans la connexion au niveau de la zone d'étanchéité.

La stabilité de la connexion implantaire entre l'implant et le pilier est un élément prépondérant dans la survie à long terme de la prothèse implantaire.¹⁷ En effet, les échecs en prothèse implantaire ont principalement pour origine une présence anormale de bactéries pathogènes¹⁸ ou une sur-contrainte occlusale.^{19,20} L'étanchéité de la connexion implantaire doit être optimale pour limiter le risque de colonisations bactériennes pouvant provoquer un risque de péri-implantite,^{18,21} mais également un échec mécanique par usure des composants implantaire.²²⁻²⁷ Dans la littérature, plusieurs études ont étudié l'étanchéité de la connexion face à la colonisation bactérienne ou la présence d'espace entre l'implant et le pilier dans différents types de connexions implantaires : les connexions externes sont ainsi moins étanches que les connexions internes.^{24,28,29} Les résultats sont divergents entre les études : selon certaines, aucune connexion interne n'est étanche aux bactéries,^{25,26} alors que d'autres disent l'inverse.^{17,19} Ces résultats peuvent s'expliquer par le protocole opératoire qui divergent entre ces études. En effet, dans les études qui retrouvent systématiquement une invasion bactérienne, les éléments implantaires (implant, pilier, vis) sont assemblés sans suprastructure prothétique. Le puit de vis est fermé à l'aide d'un matériau, puis l'ensemble est immergé dans une solution. Ce protocole opératoire est donc équivalent à la prothèse transvissée qui s'avère être moins étanche que la prothèse scellée.²⁷ L'invasion bactérienne peut ainsi être causée par un accès à travers le puit de vis. Dans notre étude, les zones de vide au sein de la connexion implantaire sont négligeables à ce niveau. Les plus petites bactéries retrouvées dans l'environnement buccal mesurent 0,5 µm de diamètre.¹⁹ L'imagerie MEB met en évidence un espacement largement inférieur à cette valeur

entre l'implant et le pilier dans les deux groupes étudiés. La connexion interne étudiée (Astra OsseoSpeed™, Dentsply Implant™) peut donc être considérée comme étanche face à l'invasion bactérienne. Dans la littérature, les espaces observés, au sein de de différentes connexions internes, varient de 0,5 à 5 µm en moyenne,^{23,24} ce qui peut également expliquer en partie les constatations précédentes de certains auteurs.^{25,26} Ces défauts seraient principalement causés par le procédé de fabrication par usinage.²³ Cependant, l'étanchéité de la connexion ne garantit pas l'absence de bactéries au sein de la connexion. Lors des différentes étapes nécessaires à l'élaboration des prothèses, des bactéries peuvent pénétrer à l'intérieur de l'implant. Les manœuvres de décontamination étant compliquées à mettre en œuvre à ce niveau, lors de la mise en place des éléments prothétiques, les bactéries présentes sont piégées à l'intérieur de la connexion. Le milieu privé d'oxygène, favorise le développement de bactéries anaérobies, expliquant les émanations malodorantes lors de la désinsertion des prothèses. Ce phénomène s'amplifie en absence d'étanchéité par la présence des fluides oraux qui contribue à leur développement.

Au niveau de la connexion implantaire, l'accumulation de débris au fur et à mesure des serrages n'ont pas d'impact sur l'étanchéité de la connexion. Le nombre de cycle de serrage/desserrage a surtout impactée la zone d'indexation des piliers qui pourraient à plus long terme entraîner un risque de malposition des éléments prothétiques. Limiter le nombre d'insertion/désinsertion des éléments prothétiques diminue le risque d'usure « initiale » des composants. Le développement de nouvelles procédures thérapeutiques permet maintenant de réaliser des prothèses, dans certaines situations, le jour même de la pose des implants diminuant ainsi le risque d'usure des composants implantaires lié aux cycles d'insertion/désinsertion.³⁰

Ces résultats mettent en évidence que l'étanchéité de la connexion n'est pas impactée par le nombre de serrages dans les deux groupes étudiés. Les endommagements constatés au niveau de la zone d'indexation ne semblent donc pas préjudiciables pour l'étanchéité de la connexion.

IV.4 Étude préliminaire de l'endommagement de la connexion implantaire lors du serrage par éléments finis

Les études par éléments finis permettent de résoudre à l'aide d'analyses mathématiques le comportement dynamique de systèmes physiques. En implantologie, la diversité des types de connexions et des matériaux disponibles limitent les résultats des études obtenus *in-vitro*. Cette étude contribue ainsi à visualiser les contraintes qui s'exercent au sein de la connexion.

IV.4.1 Répartition des contraintes de Von Mises dans le système

Les simulations par éléments finis ont permis de confirmer que les plus fortes contraintes s'exercent sur le corps de la vis mis sous tension lors du serrage ainsi que sur le début du filetage (Figure IV-42).

Les simulations (avec un coefficient de frottement de 1,0), ont permis de mettre en évidence des phénomènes de plasticité (contraintes de Von Mises) à 15 N.cm, sur le corps et sur les spires de la vis. Ce phénomène s'amplifie avec l'augmentation du couple de serrage. Ces résultats confirment que la vis implantaire est l'élément qui subit le plus de contraintes au cours du serrage car les contraintes n'apparaissent sur le pilier et l'implant qu'en fin de simulation. Les contraintes les plus fortes s'exerçant sur les premières spires et sur le corps expliquent le fait que les échecs se concentrent à ce niveau.

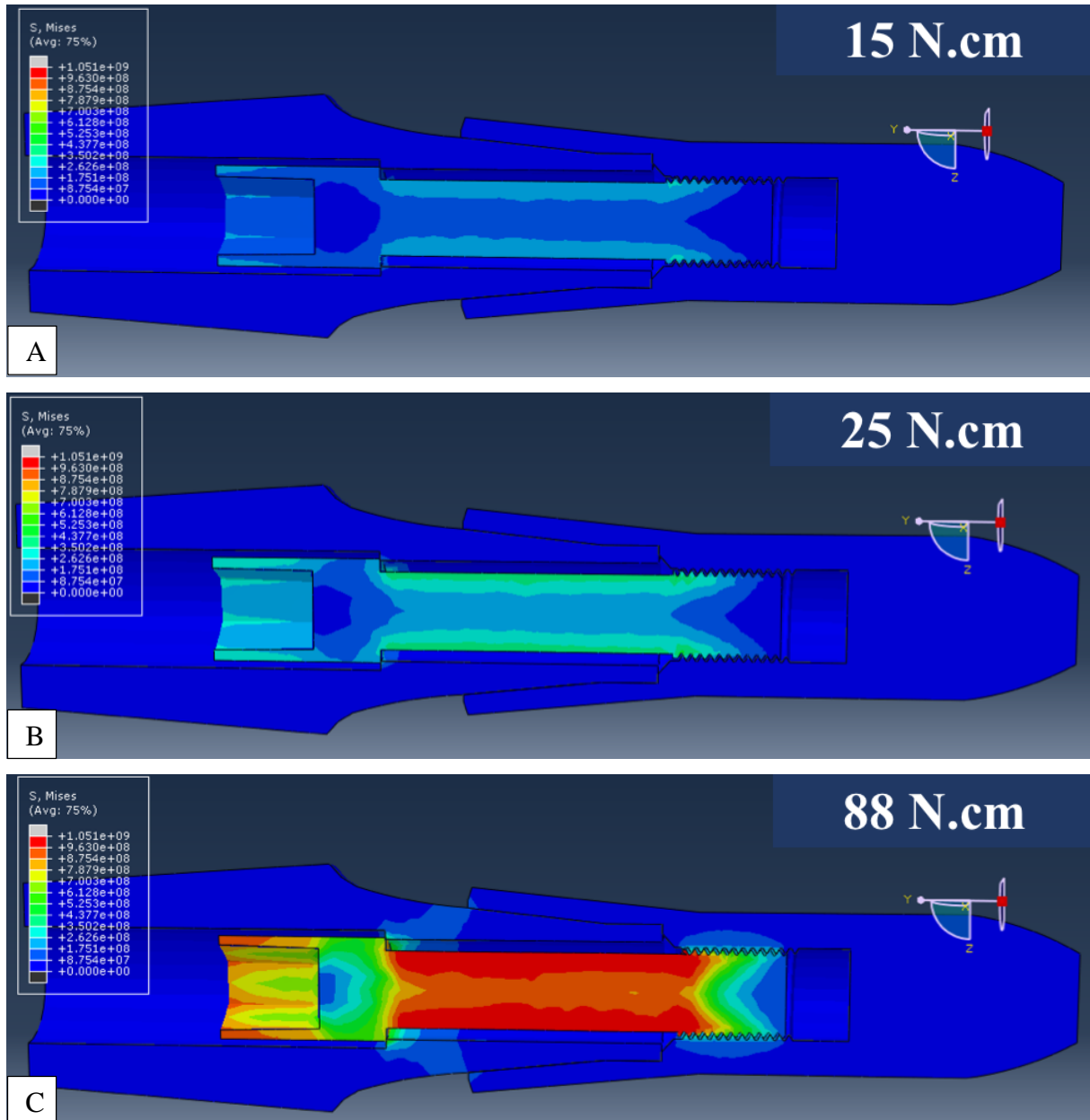


Figure IV-42 Visualisation des champs de contraintes de Von Misses à l'aide du logiciel Abaqus™ (coefficient de frottement =1) : A : à 15 N.cm ; B : 25 N.cm ; C : 88N.cm

IV.4.2 Évolution des énergies dans le système

Le coefficient de frottement qui s'exerce lors du serrage entre l'implant et le filetage de la vis varie entre 0,9 et 1,1.³¹ Les analyses par éléments finis permettent de mettre en évidence la distribution des puissances fournies et dissipées lors du serrage en fonction de différents coefficients de frottement et de couples de serrage appliqués (Figure IV-43).

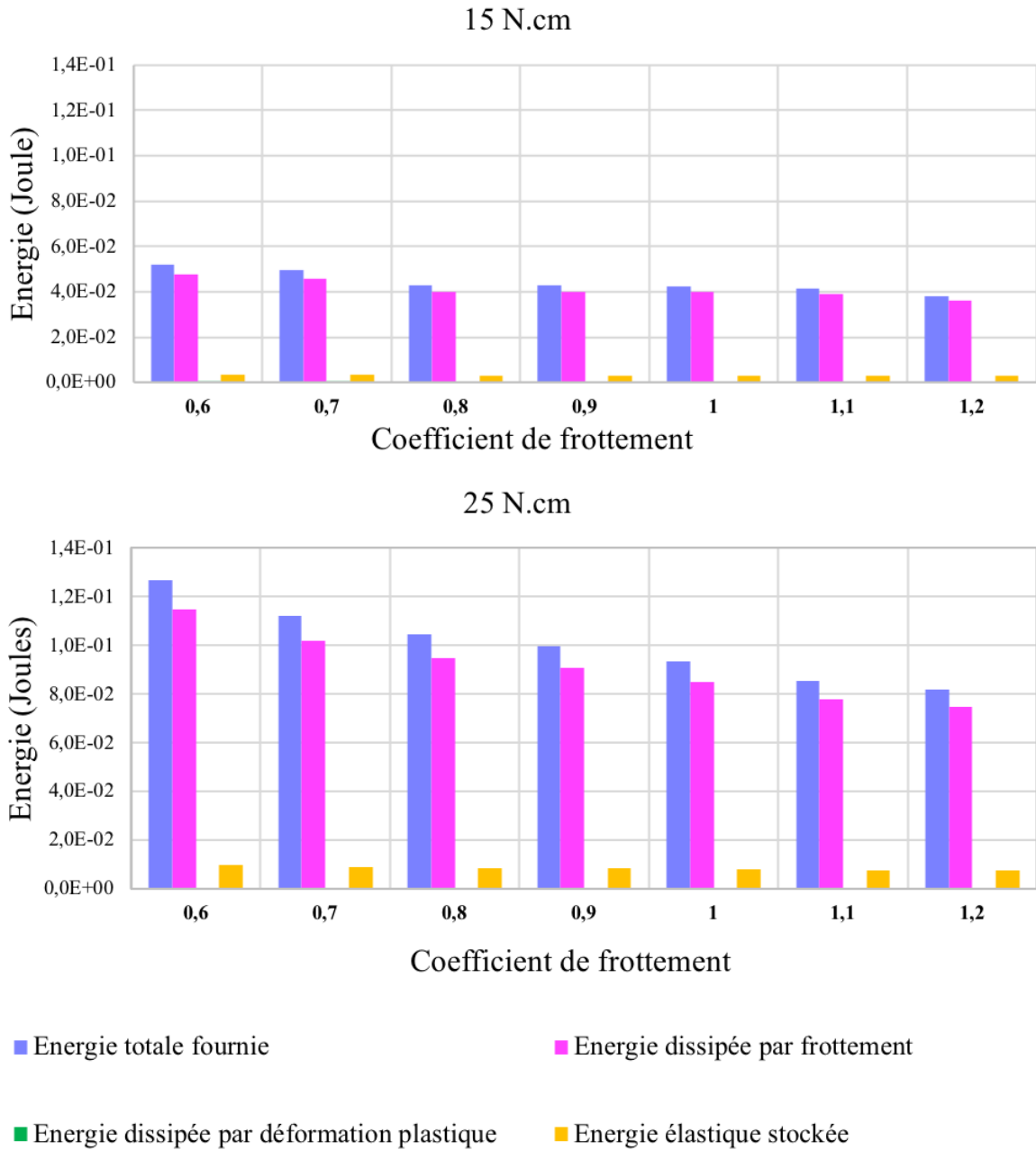


Figure IV-43 Courbes présentant les énergies au sein du système en fonction du couple de serrage appliqué

L'énergie fournie au système lors du serrage est ainsi principalement dissipée par le frottement. La déformation élastique est responsable des contraintes de serrage, soit la précontrainte, mais l'énergie stockée est faible. Ce résultat confirme les travaux de Elias *et al.*³², qui ont mis en évidence que seulement 10% de l'énergie fournie par le couple de serrage était à l'origine de la tension de la vis qui maintient l'ensemble.

De plus, ces résultats permettent de constater que la diminution du coefficient de frottement induit une augmentation de la précontrainte en adéquation avec nos résultats précédents. La

présence des débris, l'augmentation de la rugosité de surface du filetage des vis, ainsi que le matage des surfaces du pas de vis sont responsables de la diminution de la précontrainte. Toutefois, cette diminution est relativement faible. Ceci explique, en partie, les résultats précédents qui mettent en avant la possibilité de réutiliser une vis jusque 20 serrages.

IV.4.3 Évolution des contraintes au début du filetage

Les échecs implantaires sur les vis ont fréquemment lieu sur le début du filetage. L'analyse des contraintes s'exerçant sur une maille située à ce niveau permet de constater que les contraintes principales maximales sont dépendantes du coefficient de frottement (Figure IV-44). Le risque de fracture diminue donc lorsque ce coefficient augmente. Ce constat est valable pour l'ensemble des contraintes exercées. Ainsi diminuer le coefficient de frottement, permet d'augmenter la précontrainte mais également le risque d'échec.

Les couples de serrages préconisés par le fabricant sont largement en deçà des valeurs présentant un risque de rupture. Ils conduisent à des contraintes de Von Mises bien inférieures à la limite d'élasticité du matériau (environ à la moitié du seuil de plasticité au niveau de cette maille).

Ces résultats permettent de confirmer la nécessité de respecter le couple de serrage du fabricant. De plus, diminuer le coefficient de frottement, qui est l'un des arguments en faveur du recouvrement des vis par un revêtement, tel que le carbone adamantin (DLC) semble tout de même augmenter le risque de fracture au niveau de la première spire.

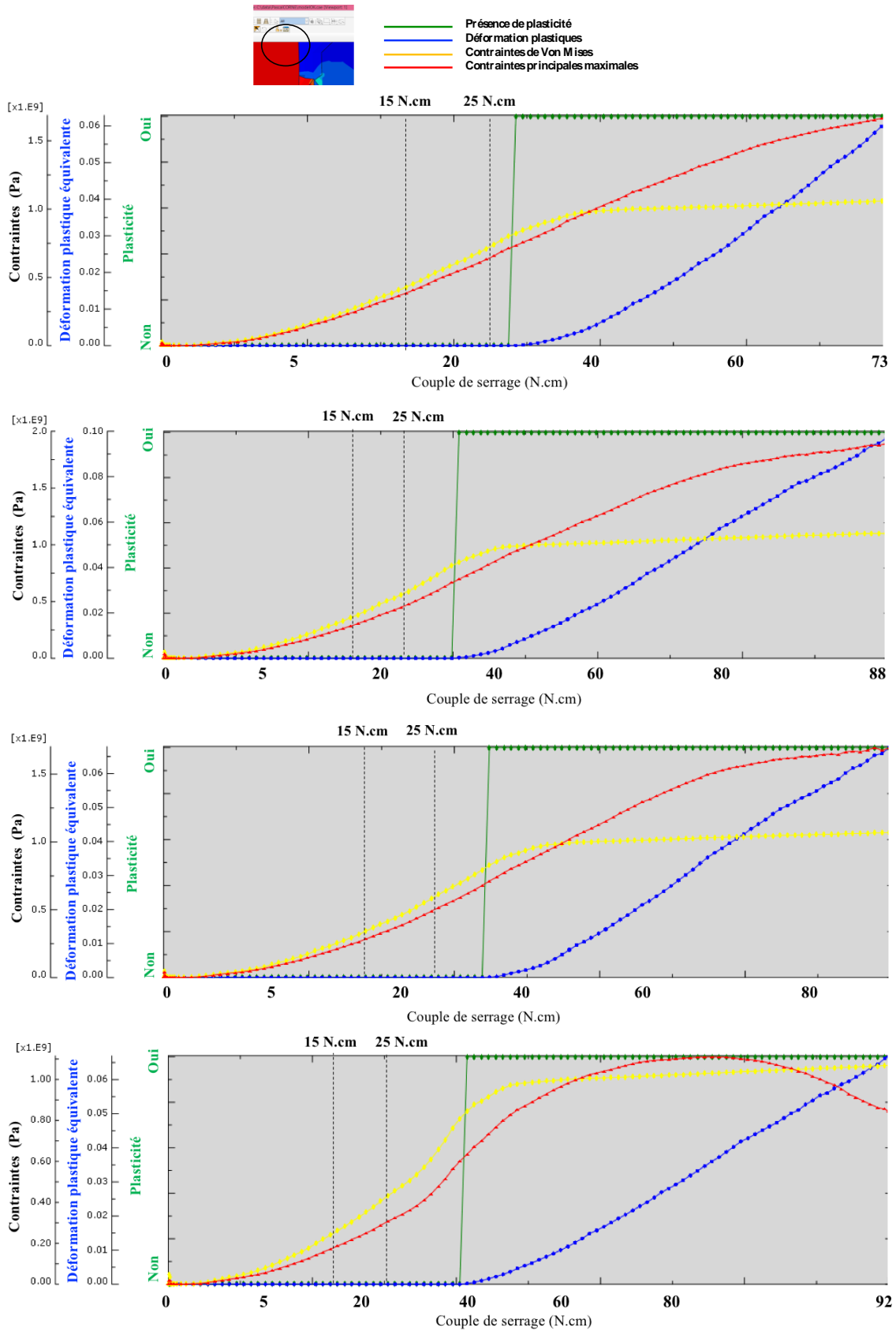


Figure IV-44 Courbes présentant les contraintes exercées sur une maille située au début du filetage (partie basse de la 1^{ère} spire) : A : Coefficient de frottement de 0,6 ; B : coefficient de frottement de 0,8 ; C : coefficient de frottement de 1,0 ; D : Coefficient de frottement de 1,2

IV.4.4 Limites et perspectives

Ces premières observations, bien que conformes aux constatations faites *in-vitro* ne permettent pas encore de simuler de façon pertinente l'ensemble des contraintes au sein du complexe implantaire. En effet, les simulations effectuées ne prennent pas en compte les surfaces de glissement entre l'implant et le pilier. Ces deux éléments sont considérés comme bloqués dans ce modèle. De plus, il ne tient pas compte des contraintes de frottement s'exerçant entre la tête de vis et le pilier implantaire. Les diverses tentatives de simulation qui considéraient un éventuel frottement à ce niveau ont toutes conduit à des échecs de calculs liés à un défaut de maillage. Ce dernier nécessiterait d'être affiné pour optimiser les résultats obtenus. Enfin, le modèle étudié (conditions aux limites) ne tient pas compte du milieu environnant (os, mastication par exemple).

Il permet toutefois d'étudier les déformations en fonction de différents types de matériaux disponibles au sein d'une connexion implantaire pour en définir des zones de fragilité. Face aux développements des connexions implantaires et des matériaux, les études par éléments finis permettent ainsi de faciliter l'analyse des composants implantaires et des différentes formes de connexion.

IV.5 Observation des endommagements *in-vivo* de la connexion implantaire

La connexion implantaire est un assemblage qui s'use dans le temps. L'observation d'échantillons *ex-vivo* permet d'apprécier les endommagements qui ont réellement lieu dans la connexion.

L'analyse des faciès d'usure a été réalisée sur 5 échantillons : deux vis implantaires, deux piliers implantaires et un implant.

IV.5.1 Au niveau de la vis implantaire

La Figure IV-45 présentant une vis implantaire après un an de mise en service (retirée pour maintenance) met en évidence plusieurs zones endommagées, notamment au niveau du pas de vis (**flèches rouges**). A plus fort grossissement, on remarque qu'une partie des stries d'usure dans le pas de vis (**flèches vertes**) sont moins saillantes mettant en évidence une déformation plastique du matériau lié au frottement.

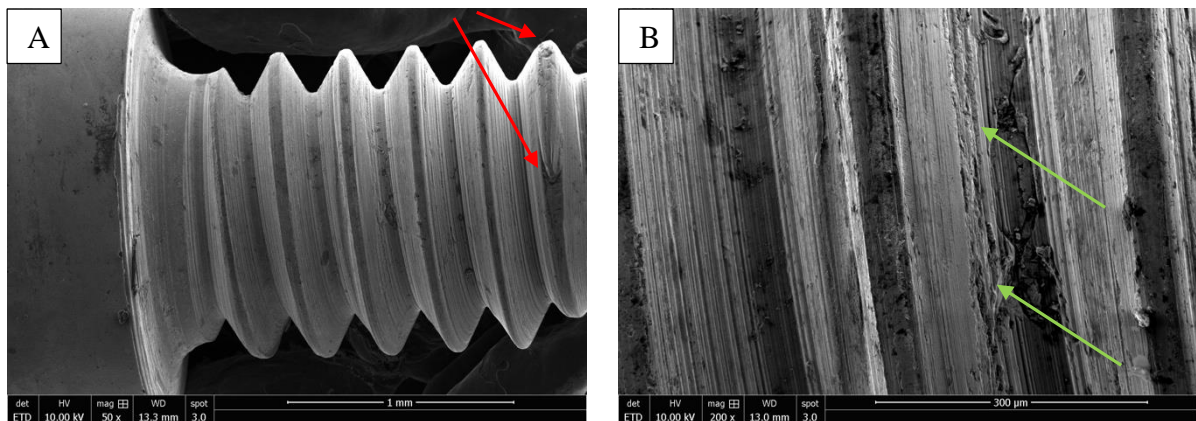


Figure IV-45 Images MEB d'une vis (type All-On-Four) après un an de mise en service : A/B : Pas de vis

La Figure IV-46 a été réalisée sur une vis après plusieurs années de mise en service. On aperçoit une usure du bord du filetage de la vis. A plus fort grossissement, les zones endommagées présentent des faciès d'endommagement avec perte de matière (**flèche rouge**) et des usures par piqûres (**flèches jaunes**) signant la présence de corrosion. On remarque également la présence de surfaces de frottement (**flèches bleues**).

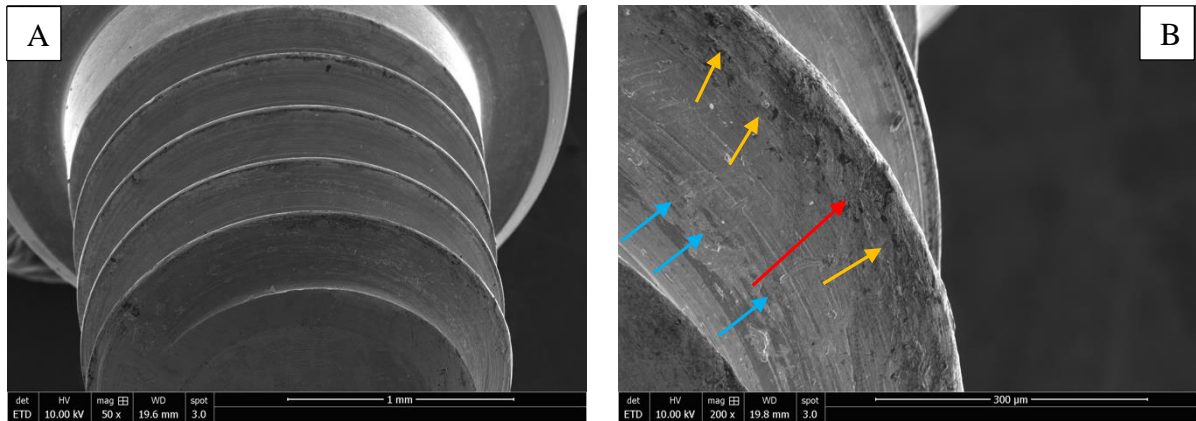


Figure IV-46 Images MEB d'une vis après plusieurs années de mise en service : A : Pas de vis ; B : Bord inférieure du filetage

La Figure IV-47 montre un faciès de rupture dans une vis neuve qui ne présentait aucune particularité lors de son utilisation et qui s'est fracturée lors du serrage. L'analyse du faciès de rupture présentant de nombreuses cupules, montre un mécanisme de rupture ductile avec une zone de « beurrage ». La Figure IV-47-B met en évidence une rupture ductile en cisaillement au niveau du filetage. Cet échantillon confirme les résultats observés par éléments finis qui mettent en avant le fait que les contraintes se concentrent principalement sur les premières spires de la vis. Toutefois, cette vis devait présenter des défauts de fabrication car elle n'a pas résisté aux contraintes de serrage.

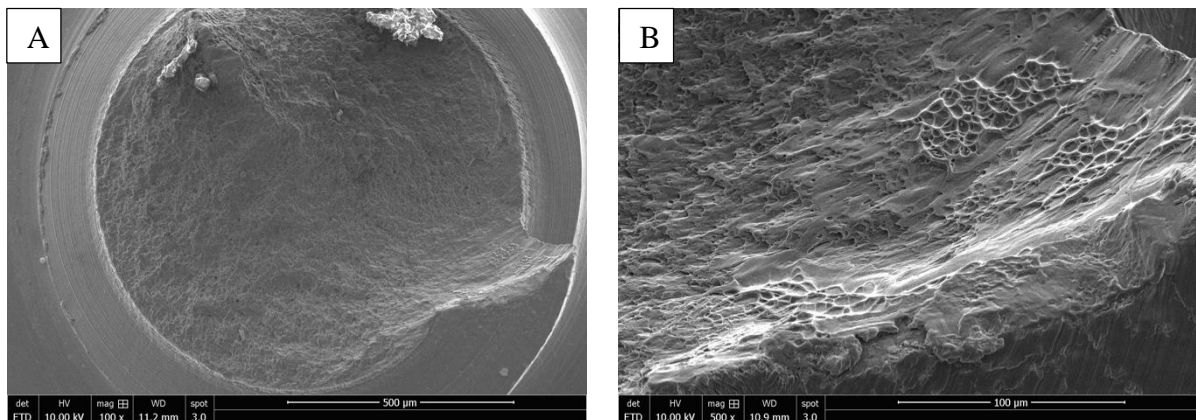


Figure IV-47 Images MEB d'une vis neuve fracturée le jour de l'insertion prothétique : A : Faciès de rupture ; B : Zones de rupture en cisaillement

Les flèches vertes indiquent les stries d'usinage

Les flèches rouges indiquent les zones endommagées par perte de matière

Les flèches jaunes indiquent la présence d'endommagement par piqûre

L'usure des vis *in-vivo* résultent d'une usure par frottement ou tribocorrosion qui siègent principalement sur le bord du filetage. Le début du filetage des vis est la zone la plus sensible aux endommagements et au risque de fracture.

IV.5.2 Au niveau du pilier implantaire

La Figure IV-48 analyse un pilier à connexion interne qui a été retiré suite à une réfection de la prothèse quelques mois seulement après sa mise en service. Des zones de frottement (**flèches bleues**) au niveau des arrêtes du pilier sont certainement liées aux procédures d'insertion/désinsertion nécessaires pour l'élaboration de la prothèse implantaire.

Les zones endommagées présentent des usures abrasives (**flèches rouges**) ainsi que des zones d'usure par piquûre (**flèches jaunes**).

Ces observations montrent que le vieillissement *in-vivo* des piliers implantaires fait appel à des endommagements par tribocorrosion.

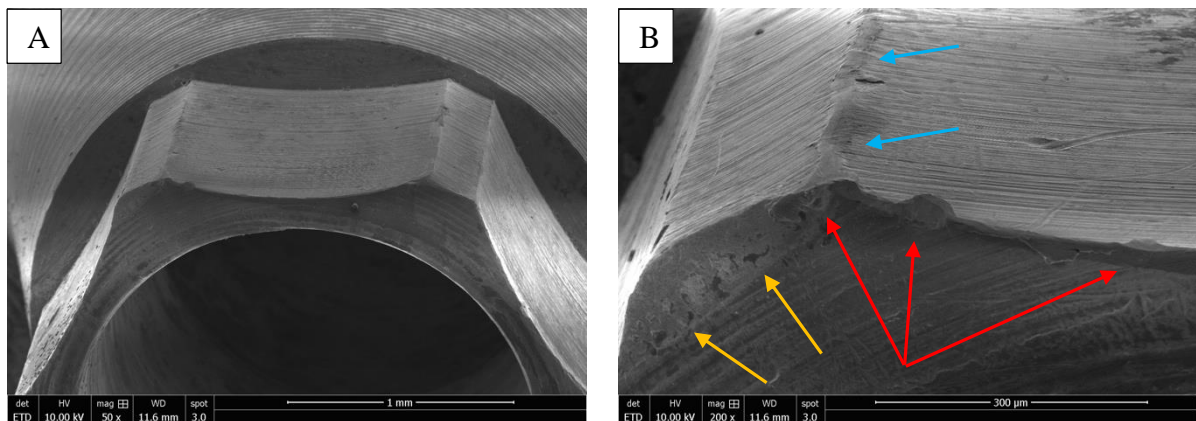


Figure IV-48 Images MEB d'un pilier pour connexion interne descellé après quelques mois de mise en service : A : Connexion interne ; B : Méplat

La Figure IV-49 présente un pilier à position unique (Pilier EV™, Dentsply Implant™, Limburg, Belgique) réalisé par CFAO (Conception Fabrication Assistée par Ordinateur) quelques mois seulement après sa mise en service. La présence de zones endommagées au niveau des zones d'indexation lié aux contraintes par frottement par les cycles d'insertion/désinsertion confirment nos observations *in-vitro* sur l'usure des matériaux. Ces dernières présentent des signes d'usure par abrasion (**flèche rouge**) couplées à de la déformation plastique (**flèche verte**). L'indexation des piliers à position unique est réalisée à l'aide de fines

languettes. L'usure observée quelques mois seulement après usage laissent présager un risque accru de mobilités ou d'erreur de positionnement dans la connexion.

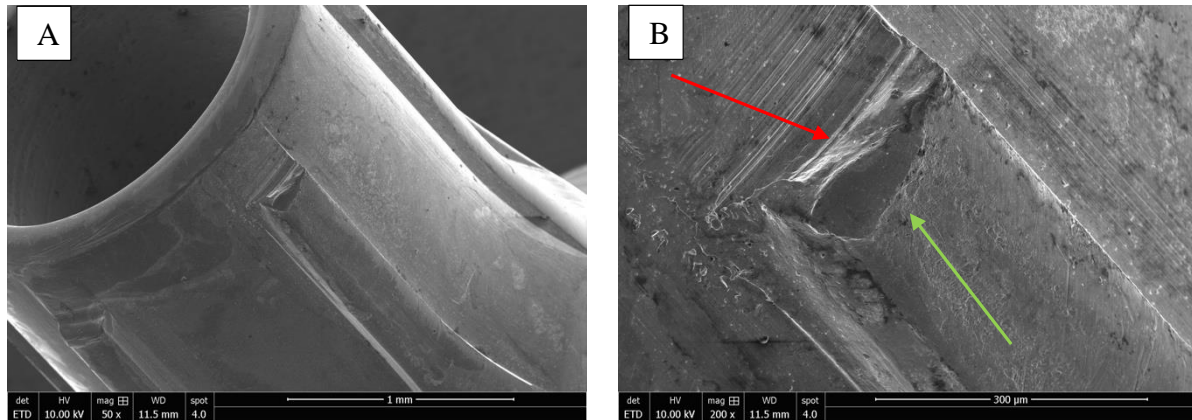


Figure IV-49 Images MEB d'un pilier à position unique (pilier EV™) après quelques mois de service A : Languettes de repositionnement ; B : Zone d'indexation

*Les flèches jaunes indiquent les endommagements par piqûre
Les flèches rouges indiquent les zones endommagées par abrasion
La flèche verte indique une déformation plastique*

IV.5.3 Au niveau implantaire

La Figure IV-50 été réalisée sur implant à connexion interne, retiré suite à une péri-implantite après plusieurs années de mise en service. Le col implantaire présente de nombreuses marques d'usure suite à la disparition des stries d'usinage liées à son processus de fabrication.

Au sein de la connexion interne, il y présence de nombreux débris (**flèches rouges**) générés par le frottement. De plus, au niveau des zones d'indexation, on aperçoit des usures par déformation la plastique (**flèches jaunes**)

Les mécanismes d'usure au sein de la connexion interne de l'implant semblent donc principalement liés à des endommagements par frottement.

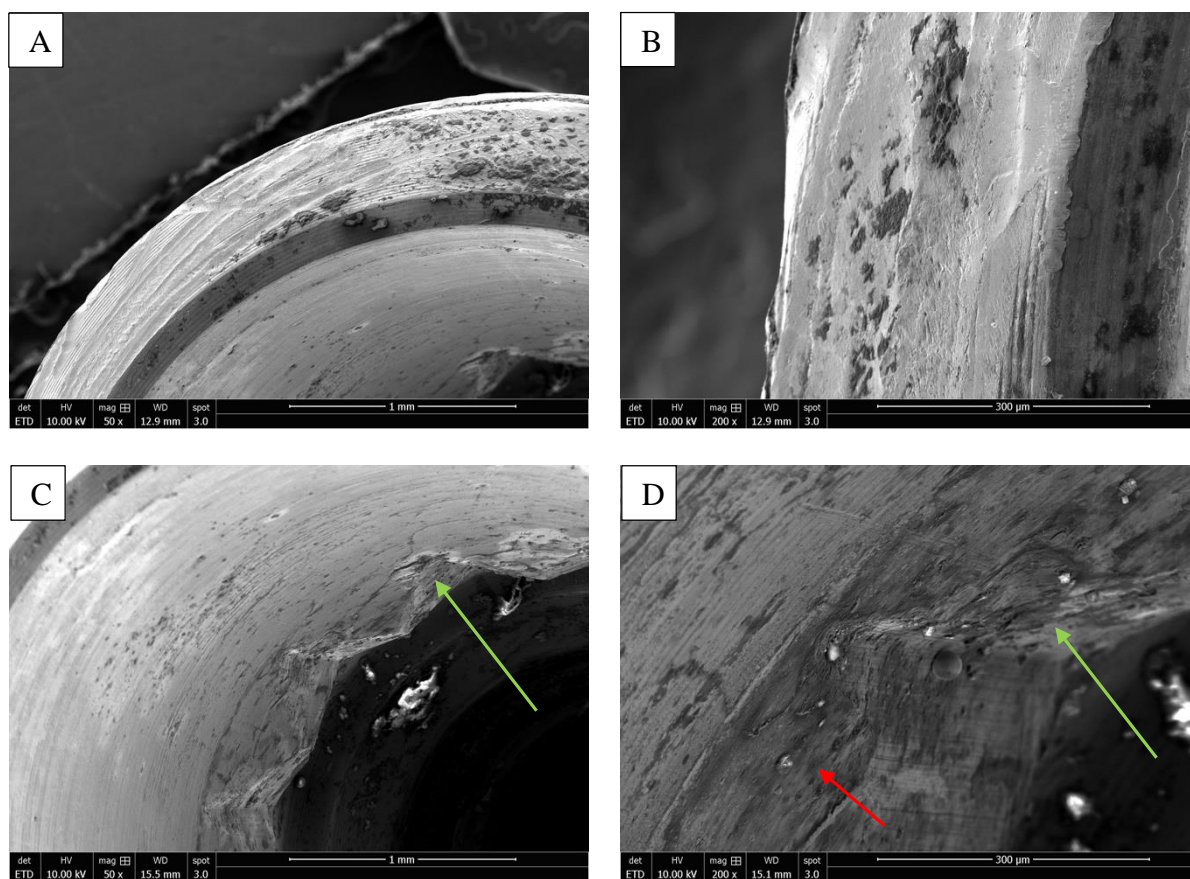


Figure IV-50 Images MEB d'un implant après plusieurs années de mise en service : A/B : Col implantaire ; C/D : Connexion interne

Les flèches vertes indiquent une déformation plastique

La flèche rouge indique la présence de débris

IV.6 Ce qu'il faut retenir

Les cycles d'assemblage/désassemblage des éléments de la connexion implantaire influent sur la précontrainte. Tous les éléments présentent des signes de dégradation au fur et à mesure des serrages.

- **Implant**

La connexion interne de l'implant présente principalement des endommagements par usure plastique et abrasive, responsable de la formation de débris au fur et à mesure des serrages.

- **Pilier implantaire**

Le pilier implantaire montre une dégradation au niveau des arrêtes dans la zone d'indexation. La rugosité de surface augmente avec les serrages. L'écart observé après 40 serrages au niveau des écarts moyens quadratiques est inférieur au micron.

- **Vis implantaire**

La vis implantaire présente des signes d'usure au niveau du filetage. Au fur et à mesure des serrages, elles sont de plus en plus encrassées par des débris. L'écart observé après 40 serrages au niveau des écarts moyens quadratique est de l'ordre de 10 μm . Toutefois, l'état de surface des vis étant variable d'une vis à une autre avant utilisation, les endommagements constatés sont inégaux et inconstants.

- **Évolution de la connexion vis/implant**

La réutilisation de la vis implantaire semble possible jusqu'à 20 serrages. La valeur de précontrainte est certes moins importante que celle obtenues avec une vis neuve mais permet tout de même de maintenir les éléments implantaires entre eux.

L'utilisation de vis de laboratoire dédiées aux étapes d'essayage est nécessaire afin de garantir une valeur de précontrainte suffisante lors du serrage.

- **Évolution de la connexion implant/pilier**

Cette connexion de type cône morse assure une étanchéité suffisante par rapport aux bactéries étant donné que l'espace entre l'implant et le pilier est largement inférieur à 0,5 μm .

L'usure de la zone d'indexation sur le pilier implantaire n'interfère pas avec l'adaptation du pilier à l'implant au niveau de la zone d'étanchéité jusqu'à 40 serrages.

- **Étude par éléments finis**

Les contraintes lors du serrage s'exercent principalement sur la mise en tension de la vis et sur le début du filetage de la vis. Une modification du coefficient de frottement influe sur la valeur de précontrainte obtenue.

- **Endommagements *in-vivo***

L'usure des éléments implantaires *in-vivo* est lié principalement à des endommagements par frottement et tribocorrosion.

Bibliographie :

1. Bacchi A, Paludo L, Ferraz Mesquita M, Schuh C, Federizzi L, Oro Spazzin A. Loosening torque of prosthetic screws in metal–ceramic or metal–acrylic resin implant-supported dentures with different misfit levels. *J Biomech.* 2013;46:1358–62.
2. Micarelli C, Canullo L, Baldissara P, Clementini M. Implant Abutment Screw Reverse Torque Values Before and After Plasma Cleaning. *Int J Prosthodont.* 2013;26:331–3.
3. Sakaguchi RL, Borgersen SE. Nonlinear contact analysis of preload in dental implant screws. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1995;10:295–302.
4. Weiss EI, Kozak D, Gross MD. Effect of repeated closures on opening torque values in seven abutment-implant systems. *J Prosthet Dent.* 2000;84:194–9.
5. Butkevica A, Nathanson D, Pober R, Strating H. Measurements of Repeated Tightening and Loosening Torque of Seven Different Implant/Abutment Connection Designs and Their Modifications: An In Vitro Study. *J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont.* 2016
6. Byrne D, Jacobs S, O’Connell B, Houston F, Claffey N. Preloads generated with repeated tightening in three types of screws used in dental implant assemblies. *J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont.* 2006;15:164–71.
7. Guzaitis KL, Knoernschild KL, Viana MAG. Effect of repeated screw joint closing and opening cycles on implant prosthetic screw reverse torque and implant and screw thread morphology. *J Prosthet Dent.* 2011;106:159–69.
8. Al Rafee MA, Nagy WW, Fournelle RA, Dhuru VB, Tzenakis GK, Pechous CE. The effect of repeated torque on the ultimate tensile strength of slotted gold prosthetic screws. *J Prosthet Dent.* 2002 Aug;88(2):176–82.
9. Patterson EA, Johns RB. Theoretical analysis of the fatigue life of fixture screws in osseointegrated dental implants. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 1991;7:26–33.
10. Siamos G, Winkler S, Boberick KG. Relationship between implant preload and screw loosening on implant-supported prostheses. *J Oral Implantol.* 2002;28:67–73.
11. Krishnan V, Tony Thomas C, Sabu I. Management of abutment screw loosening: review of literature and report of a case. *J Indian Prosthodont Soc.* 2014;14:208–14.
12. Farina AP, Spazzin AO, Consani RLX, Mesquita MF. Screw joint stability after the application of retorque in implant-supported dentures under simulated masticatory conditions. *J Prosthet Dent.* 2014;111:499–504.
13. Shin Y-G, Kim S-Y, Lee H-K, Jeong C-M, Lee S-H, Huh J-B. Effect of Double Screw on Abutment Screw Loosening in Single-Implant Prostheses. *Int J Prosthodont.* 2016;29:445–7.
14. Winkler S, Ring K, Ring JD, Boberick KG. Implant screw mechanics and the settling effect: overview. *J Oral Implantol.* 2003;29:242–5.
15. Barkia B, Doquet V, Couzinié JP, Guillot I. Room-temperature creep and stress relaxation in commercial purity titanium–Influence of the oxygen and hydrogen contents on incubation phenomena and aging-induced rejuvenation of the creep potential. *Mater Sci Eng A.* 2015;624:79–89.
16. Brånemark P-I, Zarb GA, Albrektsson T. Tissue-integrated prostheses: Osseointegration in clinical dentistry. *J Prosthet Dent.* 1985 Oct 1;54(4):611–2.
17. Lops D, Meneghello R, Sbricoli L, Savio G, Bressan E, Stellini E. Precision of the Connection Between Implant and Standard or Computer-Aided Design/Computer-Aided Manufacturing Abutments: A Novel Evaluation Method. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2018;33:23–30.

18. Persson GR, Renvert S. Cluster of bacteria associated with peri-implantitis. *Clin Implant Dent Relat Res*. 2014;16:783–93.
19. Dibart S, Warbington M, Su MF, Skobe Z. In vitro evaluation of the implant-abutment bacterial seal: the locking taper system. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2005;20:732–7.
20. Tonetti MS, Schmid J. Pathogenesis of implant failures. *Periodontol 2000*. 1994;4:127–38.
21. Pesce P, Canullo L, Grusovin MG, de Bruyn H, Cosyn J, Pera P. Systematic review of some prosthetic risk factors for periimplantitis. *J Prosthet Dent*. 2015;114:346–50.
22. Pereira J, Morsch CS, Henriques B, Nascimento RM, Benfatti CA, Silva FS, et al. Removal Torque and Biofilm Accumulation at Two Dental Implant-Abutment Joints After Fatigue. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2016;31:813–9.
23. Lopes PA, Carreiro AFP, Nascimento RM, Vahey BR, Henriques B, Souza JCM. Physicochemical and microscopic characterization of implant-abutment joints. *Eur J Dent*. 2018;12:100–4.
24. Tsuge T, Hagiwara Y, Matsumura H. Marginal Fit and Microgaps of Implant-abutment Interface with Internal Anti-rotation Configuration. *Dent Mater J*. 2008;27:29–34.
25. El Haddad E, Gianni AB, Mancini GE, Cura F, Carinci F. Implant-abutment leaking of replace conical connection nobel biocare® implant system. An in vitro study of the microbiological penetration from external environment to implant-abutment space. *ORAL Implantol*. 2016;9:76–82.
26. Teixeira W, Ribeiro RF, Sato S, Pedrazzi V. Microleakage into and from two-stage implants: an in vitro comparative study. *Int J Oral Maxillofac Implants*. 2011;26:56–62.
27. Piattelli A, Scarano A, Paolantonio M, Assenza B, Leghissa GC, Di Bonaventura G, et al. Fluids and microbial penetration in the internal part of cement-retained versus screw-retained implant-abutment connections. *J Periodontol*. 2001;72:1146–50.
28. Hurson S. Implant/Abutment Biomechanics and Material Selection for Predictable Results. *Compend Contin Educ Dent Jamesburg NJ* 1995. 2018;39:440–4;446.
29. Schmitt CM, Nogueira-Filho G, Tenenbaum HC, Lai JY, Brito C, Döring H, et al. Performance of conical abutment (Morse Taper) connection implants: a systematic review. *J Biomed Mater Res A*. 2014;102:552–74.
30. Ghoul WE, Chidiac JJ. Prosthetic requirements for immediate implant loading: a review. *J Prosthodont Off J Am Coll Prosthodont*. 2012;21:141–54.
31. Vuuren DJ van, Laubscher RF. Surface Friction Behaviour of Anodized Commercially Pure Titanium Screw Assemblies. *Procedia CIRP*. 2016;45:251–4.
32. Elias CN, Figueira DC, Rios PR. Influence of the coating material on the loosening of dental implant abutment screw joints. *Mater Sci Eng C*. 2006;26:1361–6.

V. Endommagements de la connexion implantaire dans le temps par fretting-corrosion

V.1	USURE DES DIFFERENTS COUPLES DE MATERIAUX ETUDIES	175
V.1.1	Analyse des potentiels libres de corrosion (Annexe V - I)	175
V.1.2	Analyse des spectroscopies d'impédance (Annexe V - II)	178
V.1.3	Analyse des circuits électriques équivalents (Annexe V - III)	179
V.1.4	Analyse des boucles de frottement (Annexe V - V)	184
V.1.5	Analyse des énergies dissipées accumulées et des volumes d'usure	186
V.1.6	Synthèse des résultats et discussion	187
V.2	ANALYSE DE LA STRUCTURE TRIBOLOGIQUEMENT TRANSFORMEE	190
V.2.1	Ti-6Al-4V – Ti-6Al-4V (Annexe V - VI)	190
V.2.2	Ti-6Al-4V – Ti (Annexe V - VII et Annexe V - VIII)	191
V.2.3	Ti-6Al-4V – Y-TZP (Annexe V - IX et Annexe V - X)	192
V.2.4	Ti – Y-TZP (Annexe V - XI et Annexe V - XII)	194
V.2.5	Synthèse des résultats et discussion	195
V.3	ANALYSE DES DEBRIS	197
V.4	INFLUENCE DE LA SALIVE HUMAINE ET DE SON ENVIRONNEMENT	201
V.5	PERSPECTIVES	202
V.6	CE QU'IL FAUT RETENIR...	204
	BIBLIOGRAPHIE	206

V.1 Usure des différents couples de matériaux étudiés

La Tribocorrosion a été identifiée comme étant le principal mécanisme de dégradation responsable d'échec implantaire.¹ Les expérimentations *in-vitro* de fretting-corrosion ont été réalisées dans des conditions au plus proche des conditions auxquelles les systèmes implanto-prothétiques sont exposés au niveau intra-buccal. L'analyse des mécanismes de dégradation issus de ces expérimentations se baseront sur :

- L'exploitation des potentiels libres de corrosion
- L'exploitation des spectroscopies d'impédance
- L'exploitation des boucles de frottement et de l'énergie dissipée
- L'exploitation des volumes et coefficients d'usure des différents couples étudiés

V.1.1 Analyse des potentiels libres de corrosion (Annexe V - I)

La Figure V-1 présente la moyenne des OCP (Open Circuit Potential, potentiel libre de corrosion) de chaque couple de matériaux étudiés.

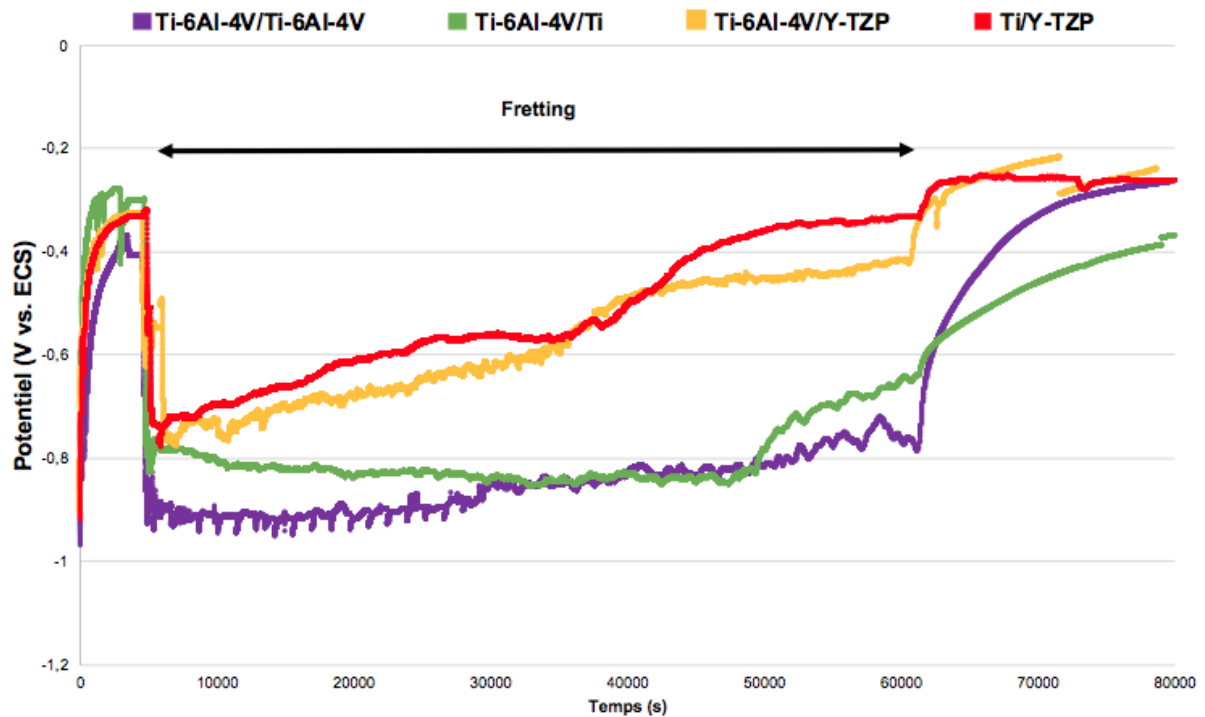


Figure V-1 Évolution des potentiels libres de corrosions moyens des différents couples de matériaux étudiés

Pour l'ensemble des couples observés, une chute de potentiel libre de corrosion est détectée au début du frottement. Cette baisse de potentiel perdure tout au long du frottement pour tous les couples, à l'exception de Ti/Y-TZP. Ce dernier présente une courbe de potentiel qui augmente durant le frottement jusqu'à presque retrouver sa valeur de potentiel d'avant frottement. Pour les autres couples observés, il faut attendre l'arrêt du frottement pour voir le potentiel ré-augmenté. Pour les couples Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V et Ti-6Al-4V/Y-TZP, l'augmentation est très rapide après l'arrêt du frottement. À contrario, pour le couple Ti-6Al-4V/Ti, l'augmentation du potentiel se réalise beaucoup plus lentement.

❖ Ti-6Al-4V – Ti-6Al-4V

Pour le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V, le potentiel libre de corrosion avant frottement se situe aux alentours de -0,4V. Au début du frottement, le potentiel chute très rapidement jusqu'à atteindre -1,0V. Durant le frottement, le potentiel se situe entre -1,0V à -0,7V de façon discontinue. À l'arrêt du frottement, le potentiel ré-augmente progressivement pour retrouver une valeur plateau supérieure à celle observée avant frottement se situant entre -0,3V à -0,2V.

❖ Ti-6Al-4V – Ti

Pour le couple Ti/Ti-6Al-4V, le potentiel libre de corrosion avant frottement se situe aux alentours de -0,3V. Au début du frottement, le potentiel chute drastiquement jusqu'à atteindre -0,8V/-0,9V. Durant le frottement, le potentiel est relativement stable et se place aux alentours de -0,9V pour l'expérience 1 et -0,8V pour l'expérience 2. À l'arrêt du frottement, le potentiel ré-augmente progressivement pour retrouver une valeur plateau inférieure à celle observée avant frottement se situant entre -0,5V pour l'expérience 1 et -0,4V pour l'expérience 2.

❖ Ti-6Al-4V – Y-TZP

Pour le couple Ti-6Al-4V/Y-TZP, le potentiel libre de corrosion avant frottement se situe aux alentours de -0,3V/-0,4V. Au début du frottement, le potentiel chute très rapidement jusqu'à atteindre -1,0V pour l'expérience 1 et -0,8V pour l'expérience 2. Durant le frottement, pour l'expérience 1, le potentiel augmente progressivement jusqu'à atteindre une nouvelle valeur plateau de -0,2V au bout de 8h. À l'arrêt du frottement, le potentiel diminue très légèrement et retrouve très rapidement sa valeur « plateau ». Pour l'expérience 2, durant le frottement, le

potentiel ré-augmente progressivement passant de -0,9V à -0,7V, puis ré-augmente très rapidement à l'arrêt du frottement pour retrouver une valeur plateau légèrement supérieure à celle observée avant frottement proche de -0,2V.

❖ Ti – Y-TZP

Pour le couple Ti/Y-TZP, le potentiel libre de corrosion avant frottement se situe aux alentours de -0,3V/-0,4V. Au début du frottement, le potentiel chute très rapidement jusqu'à atteindre -0,8/-0,7V. Durant le frottement, le potentiel augmente progressivement, tout comme après le frottement sans distinction particulière. Pour l'expérience 1, l'augmentation progresse tout d'abord lentement en passant de -0,7V à -0,6V durant les 8 premières heures du frottement puis très rapidement entre 8h et 10h, jusqu'à atteindre une valeur plateau légèrement supérieure à celle avant frottement de -0,2V. Pour l'expérience 2, l'augmentation est progressive et continue durant et après le frottement, passant de -0,9V à -0,3V. Après l'arrêt du frottement, la valeur plateau est légèrement supérieure à celle observée avant frottement.

❖ Synthèse des résultats

Pour tous les couples étudiés, le début du frottement coïncide avec une chute brutale du potentiel libre de corrosion signifiant que la couche de passivation d'oxydes est détruite en regard de la zone frottée. La chute la plus importante est observée avec le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V. Pour tous les couples observés, cette chute perdure durant tout le frottement à l'exception du couple Ti/Y-TZP qui a tendance à remonter lentement durant le frottement. Cela signifie que malgré le frottement, la couche de passivation de TiO₂ a tendance à se reformer. La zircone jouerait ainsi un rôle protecteur sur le potentiel de corrosion du titane.² À l'arrêt du frottement, les potentiels remontent très rapidement pour tous les couples, à l'exception du couple Ti-6Al-4V/Ti qui présente une remontée de potentiel très lente. Ceci signifie que malgré l'arrêt du frottement, les phénomènes de corrosion perdurent et ralentissent la reformation de la couche de passivation.

V.1.2 Analyse des spectroscopies d'impédance (Annexe V - II)

La Figure V-2 présente la spectroscopie d'impédance (EIS ; Electrochemical Impedance Spectroscopy) obtenue pour sur une série de mesure en fonction de chaque couple étudié.

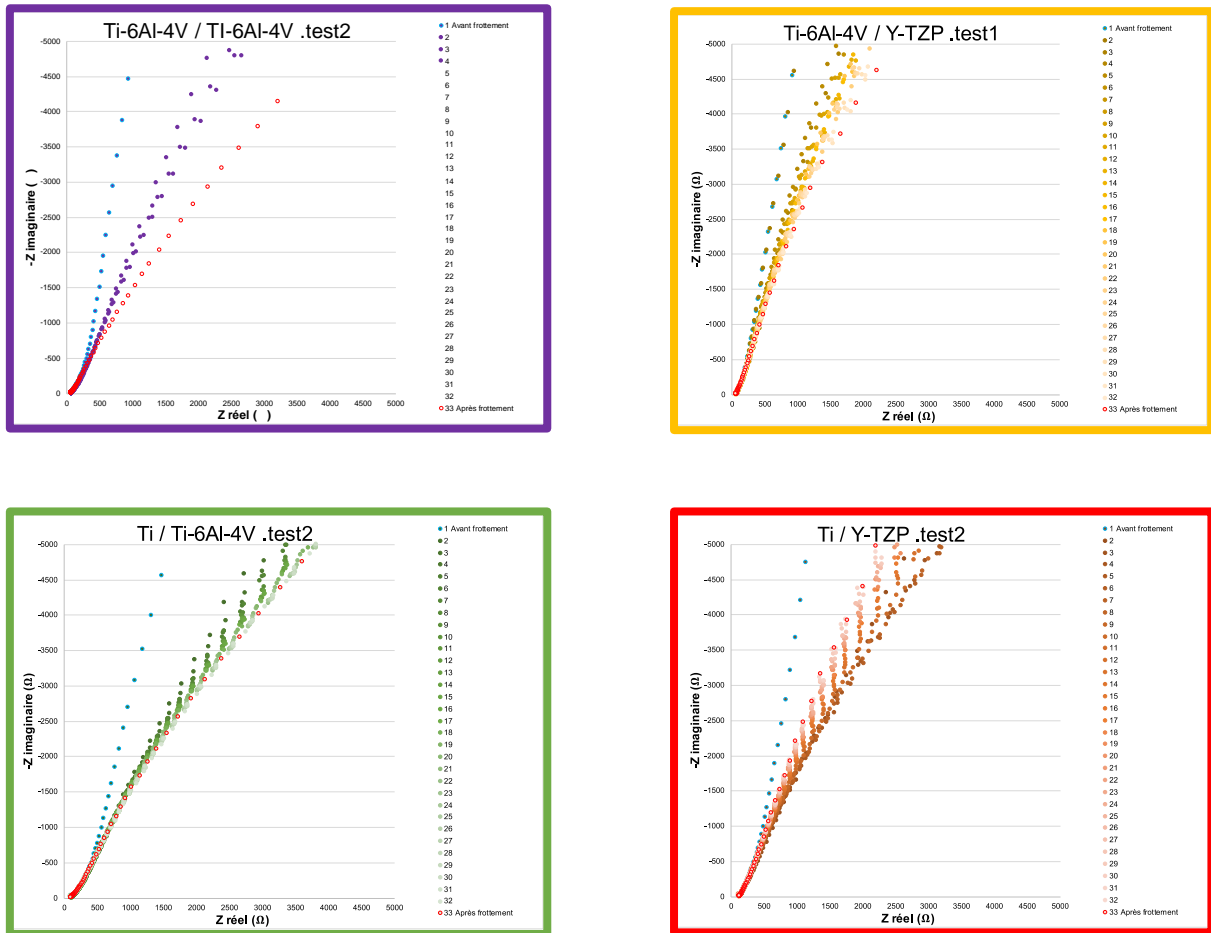


Figure V-2 Graphiques présentant les EIS obtenus pour une expérimentation de chaque couple étudié

❖ Ti-6Al-4V – Ti-6Al-4V

L'analyse des spectroscopies d'impédance pour le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V montre que le frottement entraîne un endommagement graduel qui a tendance à se stabiliser au bout de 8h de frottement. Après le frottement, la dernière courbe montre que l'endommagement par corrosion perdure.

❖ Ti-6Al-4V – Ti

L'analyse des spectroscopies d'impédance pour le couple Ti/Ti-6Al-4V montre que le frottement entraîne un endommagement très rapide qui se stabilise au bout de quelques heures de frottement. Après le frottement, la courbe montre que l'endommagement par corrosion perdure.

❖ Ti-6Al-4V – Y-TZP

L'analyse des spectroscopies d'impédance montre que les matériaux sont de moins en moins passifs avec le frottement, responsable d'endommagements continus et progressifs. Après frottement, la courbe montre que l'endommagement par corrosion a perduré.

❖ Ti – Y-TZP

L'analyse des spectroscopies d'impédance montre que les matériaux ont été de plus en plus passifs au cours du frottement, jusqu'à retrouver une valeur proche de celle d'avant frottement.

❖ Synthèse des résultats

Pour tous les couples étudiés, les spectroscopies d'impédance montrent que le frottement entraîne la perte de la couche de passivation. Pour tous les couples, à l'exception de Ti/Y-TZP, le frottement est responsable d'une perte continue et croissante de la couche de passivation, qui perdure même après l'arrêt du frottement. À contrario, Ti/Y-TZP présente des valeurs croissantes durant le frottement qui montre une certaine « protection » de la zircone vis-à-vis des usures par corrosion. Les couples présentant une forte tendance à l'usure par corrosion sont Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V et Ti-6Al-4V/Ti.

V.1.3 Analyse des circuits électriques équivalents (Annexe V - III)

Les analyses des circuits électriques équivalents sont réalisées afin de déterminer le comportement électrique de la solution et des électrodes.

❖ Résistance de la salive humaine : R_s

La résistance théorique de la salive humaine avoisine 160 Ω (Annexe V - IV). La résistance R_s , qui correspond à la conductivité de la solution, issue des différents circuits électriques équivalent oscille entre 74,9 et 155,4 Ω . Les résultats obtenus diffèrent donc de la conductivité théorique. Cette différence s'explique par le fait que la salive humaine a été diluée au fur et à mesure des expérimentations du fait des rinçages nécessaires entre les différentes expérimentations qui ont été menées.

La première expérimentation menée en salive humaine montre bien la résistance, R_s , la plus élevée qui est de 155,4 Ω , tandis que la dernière expérimentation menée affiche la valeur la plus basse de 74,9 Ω .

❖ Résistance des échantillons : R_2 (Figure V-3 et Figure V-4)

Pour l'ensemble des couples observés, la résistance R_2 , affiche un profil similaire avec une forte chute au début du frottement. La baisse de résistance montre la libération des charges dans la solution. Cette chute s'observe tout le long du frottement et perdure même après l'arrêt de ce dernier. Cela signifie que la reformation du film passif à l'arrêt du frottement est difficile.

Le couple Ti/Y-TZP affiche la chute la plus importante, passant de 329 394 Ω avant frottement à 10 733 Ω au début du frottement. La résistance R_2 , a tendance à augmenter au cours du frottement (16 040 Ω en fin de frottement), ce qui signifie qu'à partir d'un certain stade les charges se déplacent plus difficilement malgré le frottement.

Pour les autres couples étudiés, la résistance n'évolue pas au cours du frottement et ne remonte pas à l'arrêt de ce dernier. Cependant, Ti-6Al-4V/Y-TZP montre une résistance R_2 moyenne supérieure à Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V et Ti-6Al-4V/Ti.

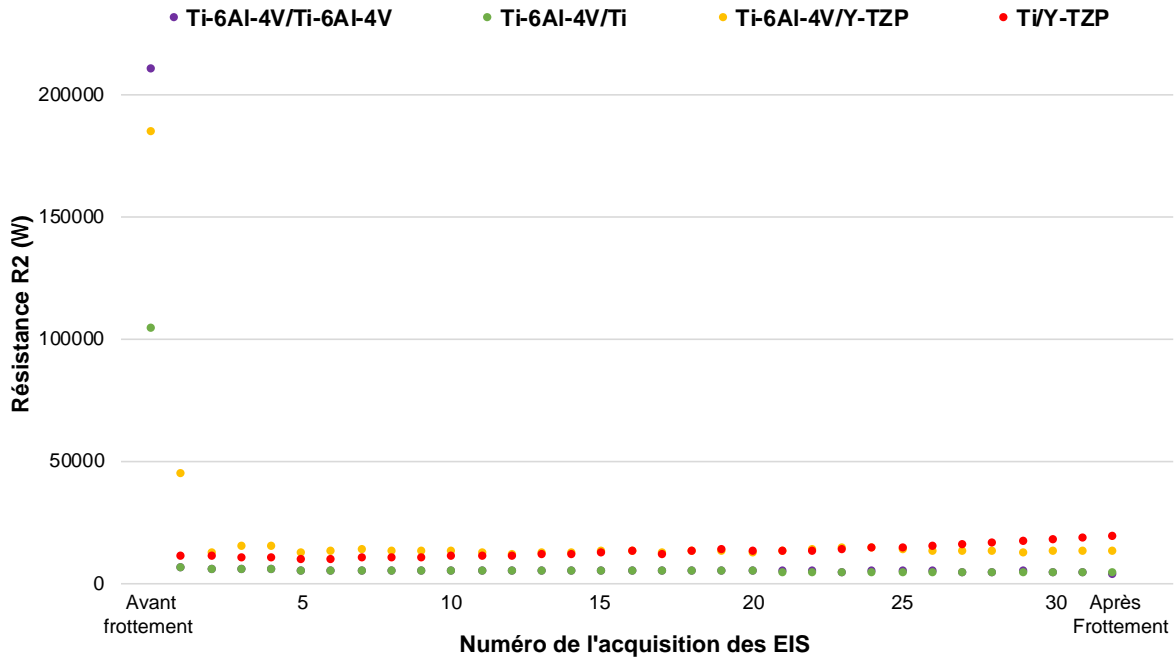


Figure V-3 Évolution des moyennes de R_2 avec circuit électrique équivalent A en fonction des différents couples étudiés (de 0 à 200 000 Ω)

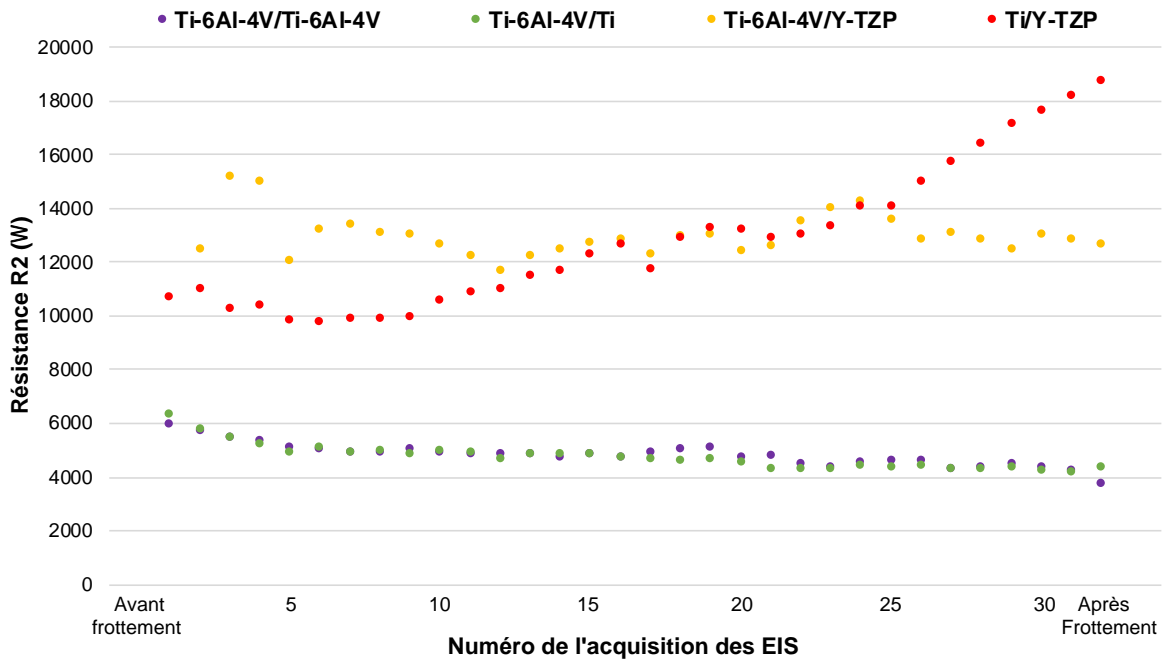


Figure V-4 Évolution des moyennes de R_2 avec circuit électrique équivalent A en fonction des différents couples étudiés (de 0 à 20 000 Ω)

❖ Capacitance des échantillons : C_2 (Figure V-5)

La capacitance C_2 , qui correspond au comportement pseudo-condensateur (accumulation de charges) des échantillons observés, a tendance à montrer deux types de comportements différents en fonction des types de couple étudié.

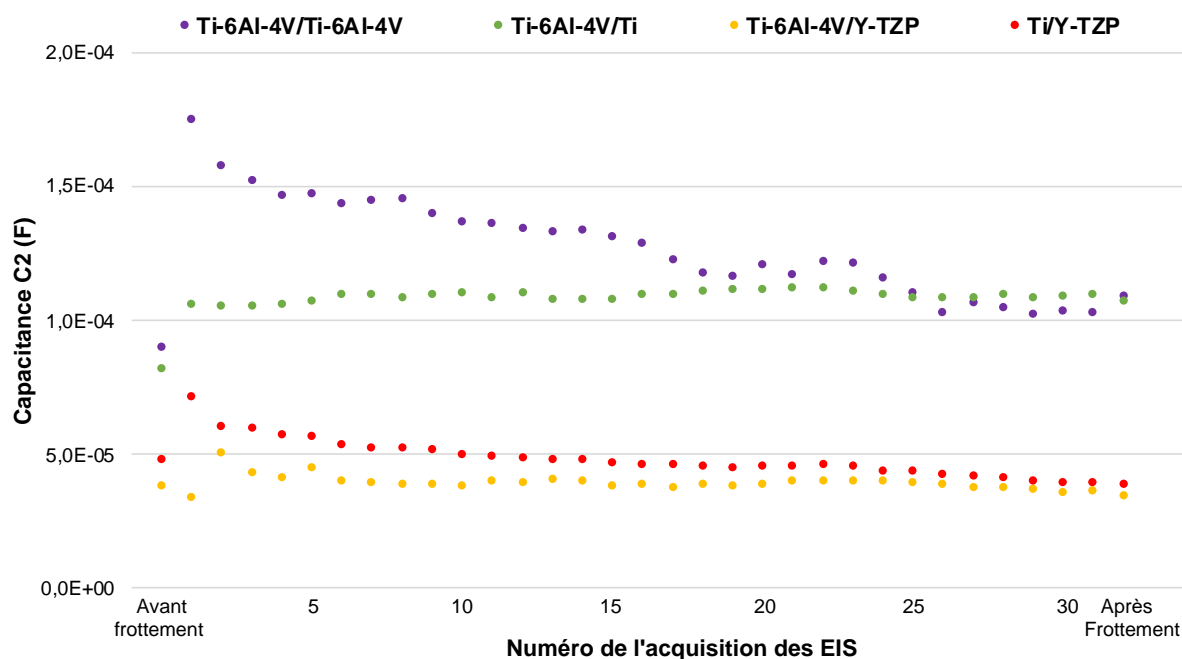


Figure V-5 Évolution des moyennes de C_2 avec circuit équivalent A en fonction des différents couples étudiés

Pour les couples purement métalliques, Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V et Ti-6Al-4V/Ti, la capacitance augmente au début de frottement. Cette augmentation est très forte pour Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V ($8,98 \times 10^{-5}$ F avant frottement à $1,75 \times 10^{-4}$ F au début du frottement) ce qui signifie que de nombreuses charges sont libérées, puis diminue tout le long de l'expérimentation pour se rapprocher du niveau de départ ($1,09 \times 10^{-4}$ F). Cela démontre que les charges libérées lors du frottement s'accumulent de moins en moins sur la contre-électrode et que ce phénomène perdure même après le frottement. Pour Ti-6Al-4V/Ti, la capacitance ne varie pas au cours du frottement et ne rediminue pas à l'arrêt de ce dernier ($8,98 \times 10^{-5}$ F avant frottement et $1,03 \times 10^{-4}$ F en fin de frottement). Les charges libérées ne s'accumulent donc pas à la contre-électrode.

Pour les couples métal/zircone, Ti-6Al-4V/Y-TZP et Ti/Y-TZP, la capacitance affiche quelques variations mais a tendance à rester sur le même ordre de grandeur. Ceci est particulièrement vrai pour Ti-6Al-4V/Y-TZP qui ne montre pas de variation dans le comportement pseudo-condensateur ($3,82 \times 10^{-5}$ F avant frottement et $3,47 \times 10^{-5}$ F en fin de frottement). Les charges

libérées ne sont pas attirées par la contre-électrode. Pour Ti/Y-TZP, la capacitance, malgré une augmentation au début de frottement ($4,79 \times 10^{-5}$ F avant frottement et $7,14 \times 10^{-4}$ F au début du frottement), a tendance à diminuer légèrement durant tout le frottement jusqu'à atteindre une valeur inférieure à celle d'avant-endommagement ($3,91 \times 10^{-5}$ F en fin de frottement). Les charges libérées ne s'accumulent donc pas à la contre-électrode.

❖ Capacitance des échantillons et éléments à phase constante : Q_2 (Figure V-6)

Les variations observées entre les deux types de circuits électriques équivalents étudiés, montre que C_2 et Q_2 sont très proches.

Ceci s'explique par l'expression mathématique du circuit équivalent B ($R_s + (R_2/Q_2)$).

$$\frac{1}{2\pi(RQ)^{1/n}} = \frac{1}{2\pi RC} \quad (24)$$

L'exposant n dans l'expression de Q qui représente l'influence de la rugosité de surface et de la non planéité des faces en regard dans la capacitance, ne varie quasiment pas et avoisine la valeur de 1 pour l'ensemble des couples étudiés (Figure V-7). Ceci signifie que les surfaces sont proches de la planéité. L'utilisation du circuit équivalent A est donc justifiée.

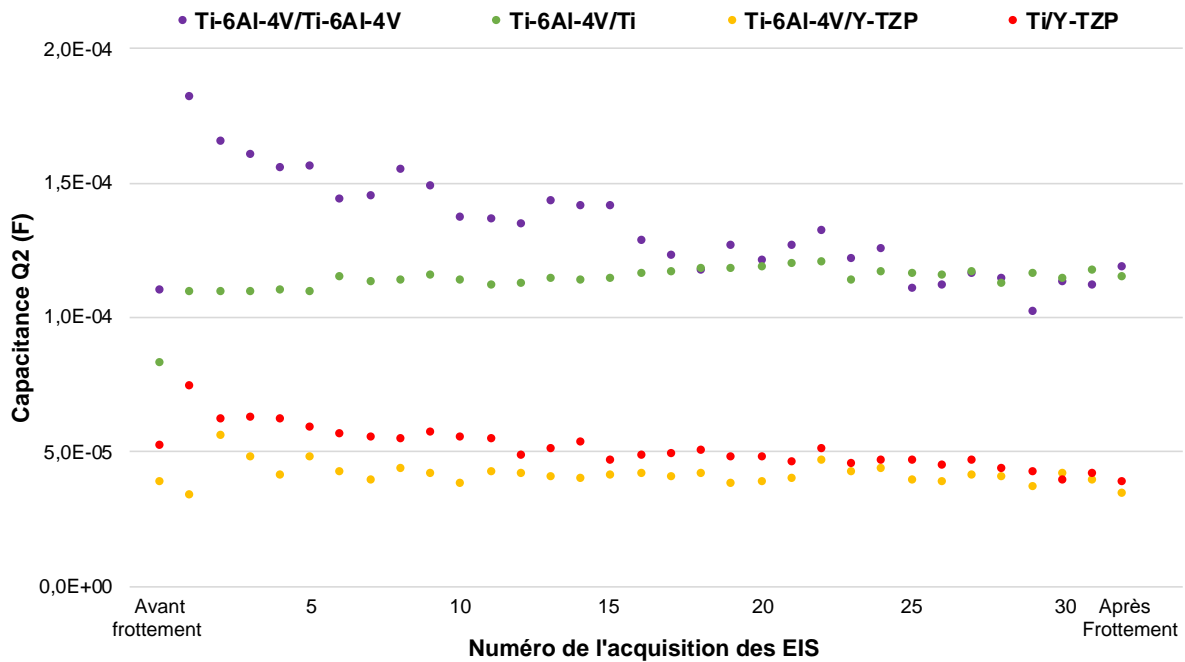


Figure V-6 Évolution des moyennes de Q_2 avec circuit équivalent B en fonction des différents couples étudiés

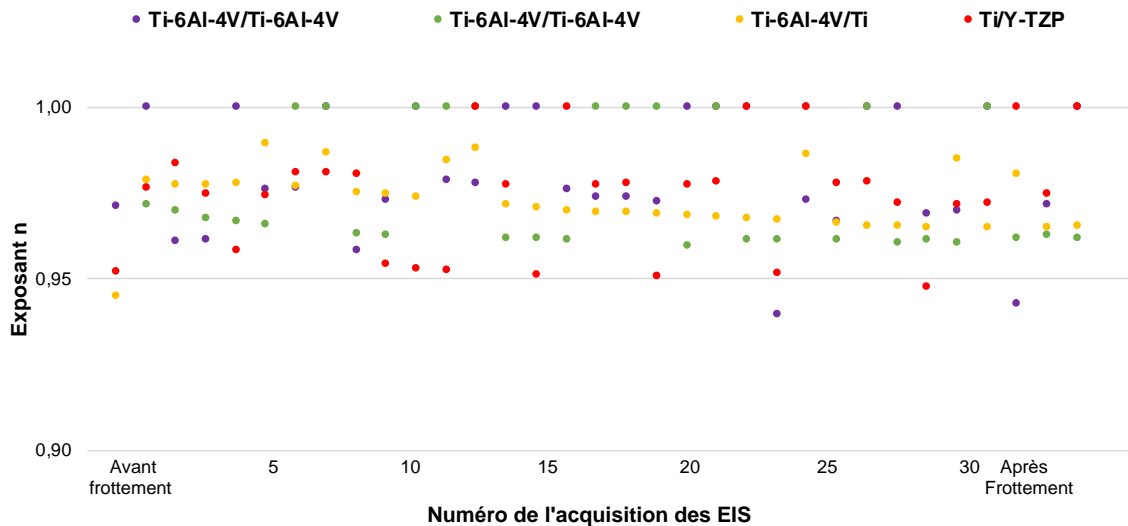


Figure V-7 Évolution de l'exposant n avec circuit équivalent B en fonction des différents couples étudiés

❖ Synthèse des résultats

Le frottement produit une corrosion et le métal se dissout. Cette libération perdure même après l'arrêt du frottement. Une différenciation se distingue tout de même en présence de zircone. La libération de charges est moins conséquente. En revanche, les couples purement métalliques sont fortement sensibles au frottement ce qui induit une augmentation importante de la quantité de charges libérées lors du frottement.

Les charges libérées qui ne s'accumulent vers l'électrode de travail doivent donc être libérées dans la solution. Ce mécanisme perdure malgré l'arrêt du frottement.

V.1.4 Analyse des boucles de frottement (Annexe V - V)

❖ Ti-6Al-4V – Ti-6Al-4V

L'hystérésis de la courbe du frottement montre un glissement total régulier durant tout le frottement (Figure V-8).

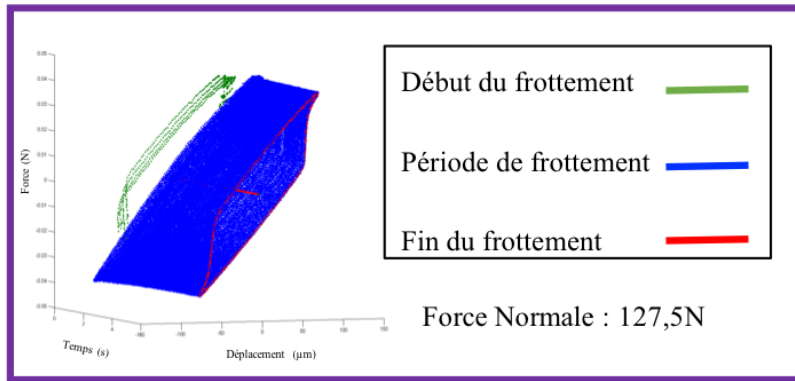


Figure V-8 Exemple du type de boucles de frottement obtenu pour le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V

❖ Ti-6Al-4V – Ti

L'hystérésis de la courbe de frottement montre un glissement de type partiel qui a tendance à légèrement diminué durant le frottement (Figure V-9).

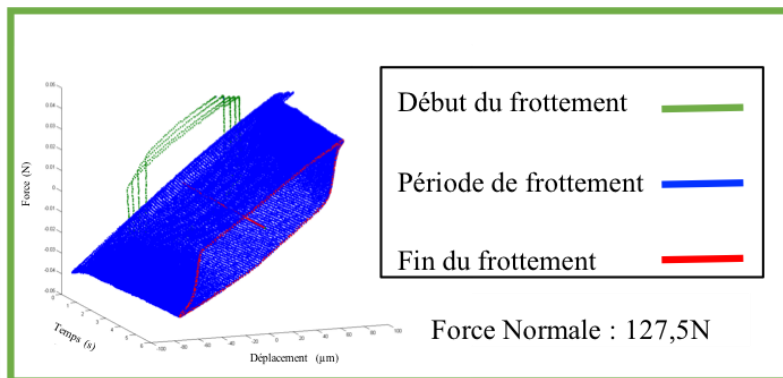


Figure V-9 Exemple du type de boucles de frottement obtenu pour le couple Ti-6Al-4V/Ti

❖ Ti-6Al-4V – Y-TZP

L'hystérésis de la courbe de frottement montre un glissement à tendance total régulier durant tout le frottement (Figure V-10).

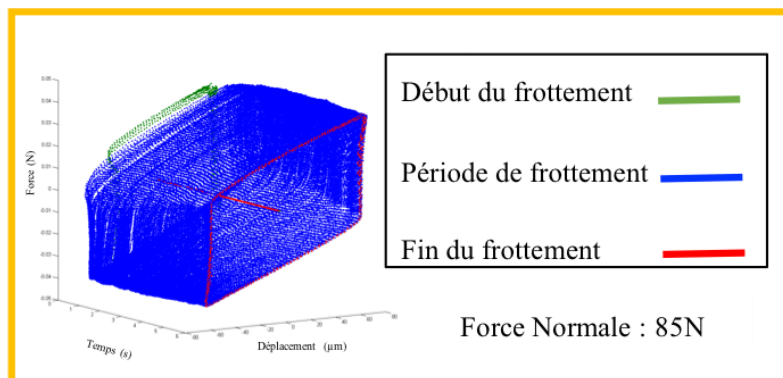


Figure V-10 Exemple du type de boucles de frottement obtenu pour le couple Ti-6Al-4V/Y-TZP

❖ Ti – Y-TZP

L’hystérésis de la courbe de frottement montre un glissement partiel avec une hystérèse qui a tendance à se réduire au cours du frottement (Figure V-11).

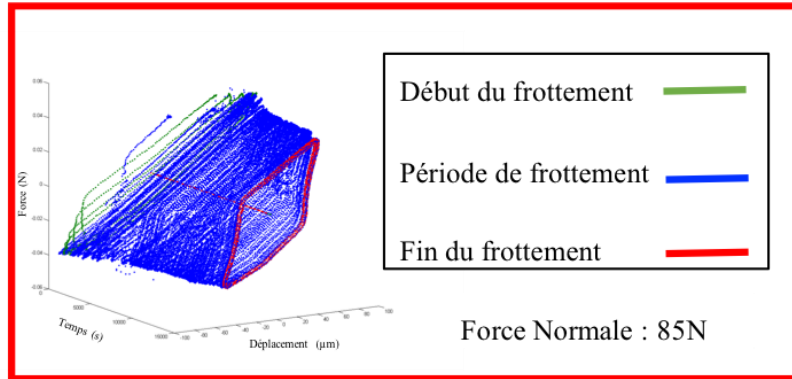


Figure V-11 Exemple du type de boucles de frottement obtenu pour le couple Ti/Y-TZP

❖ Synthèse des résultats

Au début du frottement, pour chacun des couples, les courbes sont de type glissement total, plus générateur de débris, qui peut expliquer les précédents résultats en potentiels libres de corrosion et spectroscopie d’impédance sur la destruction de la couche de passivation.

Pour le couple Ti/Y-TZP, on observe des cycles de plus en plus fermés au cours du frottement. À contrario, on observe avec Ti-6Al-4V/Y-TZP, une courbe de type glissement total régulière durant tout le frottement. Ce type de glissement a tendance à générer plus de débris et est donc plus propice à un frottement à trois corps, où ce troisième corps potentialise l’usure par abrasion. Pour les couples Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V, Ti-6Al-4V/Ti, on observe assez rapidement des courbes de frottement à type de glissement partiel (« *stick and slip* ») plus générateur d’endommagement par fissure et d’usure par adhésion.^{3,4}

V.1.5 Analyse des énergies dissipées accumulées et des volumes d’usure

L’analyse des énergies dissipées accumulées montre que le couple présentant la plus forte valeur d’énergie dissipée est Ti-6Al-4V/Y-TZP, suivi de Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V et de Ti-6Al-4V/Ti. Le couple Ti/Y-TZP présente les valeurs les plus faibles, environ 4 fois inférieures à Ti-6Al-4V/Y-TZP (Figure V-12).

Les valeurs des taux d'usure présentent de fortes disparités (Figure V-12). Ceci s'explique par le fait que les mesures ont été effectuées que sur un échantillon des deux couples, étant donné qu'il était impossible de mesurer un volume d'usure sur les échantillons Zi. Ceci met en évidence que l'endommagement des matériaux est très variable d'une expérience à une autre et qu'un nombre de répétitions plus important est nécessaire pour éviter les erreurs d'interprétation. Les échantillons de zircone étant très rugueux et non polis avant expérimentation pour se rapprocher des conditions cliniques expliquent bien la forte disparité de mesures observées. Concernant les échantillons métalliques, ce phénomène peut s'expliquer par le choix de l'échantillon observé (le plus endommagé) et par la technique de mesure qui entraîne de fortes disparités de mesure.

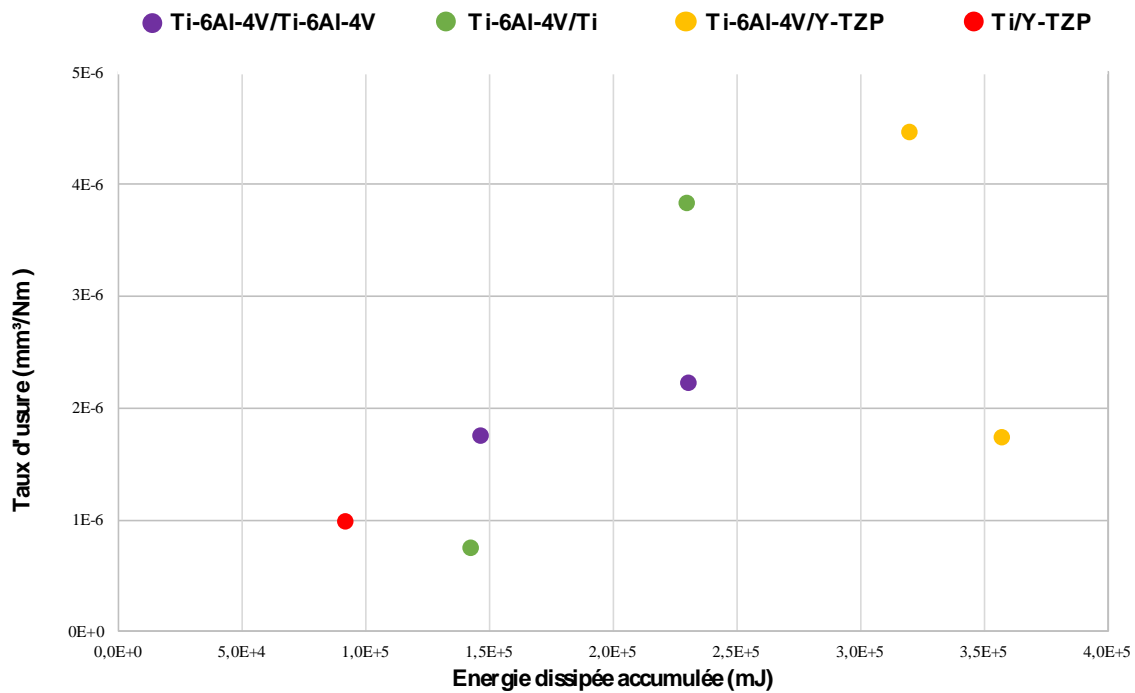


Figure V-12 Taux d'usure en fonction des énergies dissipées accumulées des différents couples étudiés

V.1.6 Synthèse des résultats et discussion

L'ensemble des résultats précédemment évoqué montre que :

- Le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V présente un frottement avec tendance à glissement partiel où les matériaux s'accommodent aux contraintes au cours du frottement. Le volume et le coefficient d'usure observés montrent clairement que ces matériaux présentent une usure dans le temps, qui est principalement lié aux phénomènes de

corrosion potentialisé par le frottement, du fait de la perte de la couche passive lorsque ces matériaux frottent l'un sur l'autre. L'endommagement électrochimique s'observe même après l'arrêt du frottement.

- Le couple Ti-6Al-4V/Ti, qui est le plus fréquemment rencontré dans les différents complexes implanto-prothétiques actuellement, présente des caractéristiques similaires à Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V. Cependant le coefficient d'usure observés légèrement supérieurs au couple précédent, laisse présager que ce couple de matériau s'userait plus au cours du temps. Cette usure plus importante peut s'expliquer par l'usure corrosive qui se perpétue plus longtemps après le frottement.
- Le couple Ti-6Al-4V/Y-TZP présente les phénomènes d'usure les plus importants des quatre étudiés. Malgré une tendance de la zircone yttrée à limiter les phénomènes de corrosion durant le frottement, les phénomènes mécaniques ont entraîné plus de dégradation. L'énergie dissipée et les régimes de glissement ont généré un 3^e corps responsable d'une usure en volume plus conséquente. Ces résultats semblent peu encourageants à une utilisation de ces matériaux en clinique.
- Le couple Ti/Y-TZP présente le comportement électrochimique et mécanique le plus favorable des quatre couples étudiés. La zircone a tendance à protéger les matériaux durant le frottement en favorisant leur repassivation et les phénomènes d'accommodation des contraintes ont limité l'usure totale observée. Ce couple, selon les résultats obtenus est donc celui qui présenterait le moins d'usure au cours du temps.

Les pièces implantaires qui ne sont pas parfaitement polies à une échelle microscopique présentent inévitablement des aspérités à leur surface³, favorisant la dégradation des matériaux lors du frottement. L'usure est donc inévitable et, est considérée comme une conséquence normale à prendre en compte dans la durée de vie des prothèses implantaires.⁵ Le titane pur n'est pas un matériau suffisamment résistant pour prévenir des phénomènes d'usure lors d'un frottement.⁶ En effet, ce dernier, tout comme Ti-6Al-4V sont des matériaux très résistants à la corrosion par l'intermédiaire de la couche d'oxydes de titane (TiO₂) mais quand cette dernière est détruite le titane se corrode comme tous les autres métaux¹ On observe alors une usure par corrosion induite par la libération d'ions métalliques au cours du frottement. La couche d'oxydes endommagée expose le métal et entraîne, par conséquent, une repassivation de la couche d'oxydes au cours du frottement qui consomme l'oxygène de la solution. Au fur et à mesure que les ions H⁺ augmentent dans la solution, cela engendre une baisse de pH dans l'environnement des fissures. La chute de pH accélère les dégâts de corrosion entraînant une

dissolution électrochimique plus agressive des ions métalliques.⁷ Le relargage d'ions métalliques et/ou de particules peut être à l'origine de complications implantaires.⁸ Les ions de titane libres inhibent la croissance des cristaux d'hydroxyapatite ce qui peut être responsable d'une ostéolyse localisée et donc de la perte potentielle de l'implant.⁹ Selon Gurappa,¹⁰ Ti-6Al-4V offre la meilleure combinaison de propriétés que Ti pour tous types de restauration implantaire grâce à sa haute résistance à la rupture, à son taux faible de corrosion avec une forte résistance aux phénomènes de corrosion par piqûre ou fissure, et une meilleure limite d'élasticité. La zircone, qui n'est pas un matériau sensible à la corrosion, entraîne une protection d'un point de vue électrochimique. La résistance observée avec ce matériau est plus importante que dans les couples purement métalliques. Les charges libérées ne se déplacent pas jusqu'à la contre-électrode. Cependant, ce matériau fragile et particulièrement résistant, a entraîné en contact avec Ti-6Al-4V, une perte plus importante de matériau ayant pour conséquence une usure plus précoce. L'usure n'étant pas principalement influencée par les facteurs électrochimiques pour ce couple de matériaux, on suppose que ce sont les paramètres d'usure mécanique qui sont majoritairement responsables de l'usure totale observée. Cliniquement, ceci peut se traduire par une usure prématurée de la connexion implantaire avec ce couple de matériau.

V.2 Analyse de la structure tribologiquement transformée

Les mécanismes d'usure par tribocorrosion sont responsables d'une modification de la microstructure des matériaux sur leur surface en contact.¹¹ Cette zone est communément nommée Structure Tribologiquement Transformée ou TTS (*Tribological Transformed Structure*). Son analyse porte sur une exploitation des imageries MEB et MET réalisées sur les différents couples de matériaux étudiés.

V.2.1 Ti-6Al-4V – Ti-6Al-4V (Annexe V - VI)

La Figure V-13 met en évidence une zone endommagée d'environ 220 μm de largeur et présentant de nombreuses stries dans le sens du frottement. Pour rappel le déplacement des échantillons était de +/- 40 μm , soit 80 μm au total. Les mécanismes de dégradation se sont donc propagés en dehors de la zone frottée. Des fissures sont également détectées, ce qui s'expliquent par les mécanismes de glissement partiel entraîné par ce couple de matériaux lors de l'étude des boucles de frottement. Les débris générés par la réunion de deux fissures peuvent, au fur et à mesure du frottement, se fragmenter générant des débris nanométriques. La TTS mesure environ 2 microns de profondeur et présentent une microstructure désorganisée.

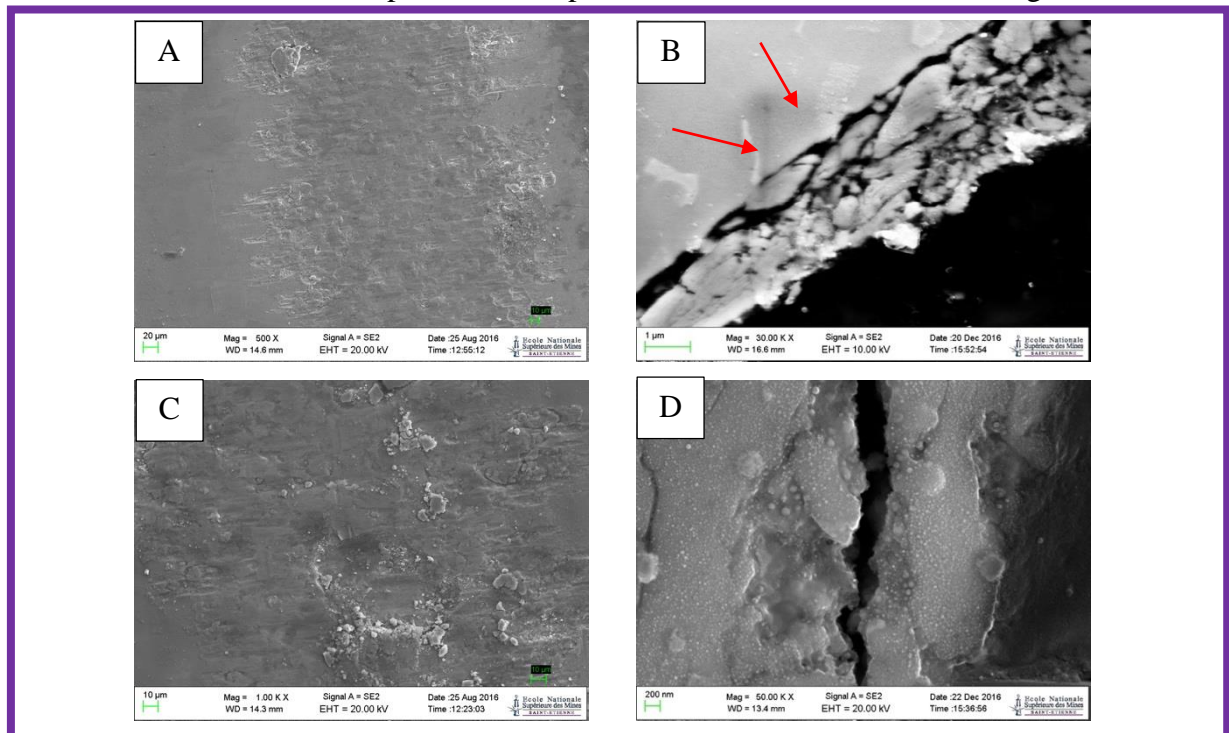


Figure V-13 Imagerie de la zone usée au MEB : A : Aspect général de la zone endommagée ; B : TTS ; C : présence de fissure dans la zone endommagée ; D : Fissure dans la zone de frottement

V.2.2 Ti-6Al-4V – Ti (Annexe V - VII et Annexe V - VIII)

La Figure V-14 met en évidence une zone endommagée mesurant entre 200 μm et 400 μm de largeur avec de nombreuses aspérités et de nombreux dépôts en dehors de la zone de frottement. Cette zone endommagée, plus large que la zone frottée, présente sur l'un des échantillons de Ti-6Al-4V, des zones de caractérisations de 10 à 20 μm de diamètre. La TTS mesure environ 2 μm de profondeur avec présence de quelques fissures dans la zone de contraintes.

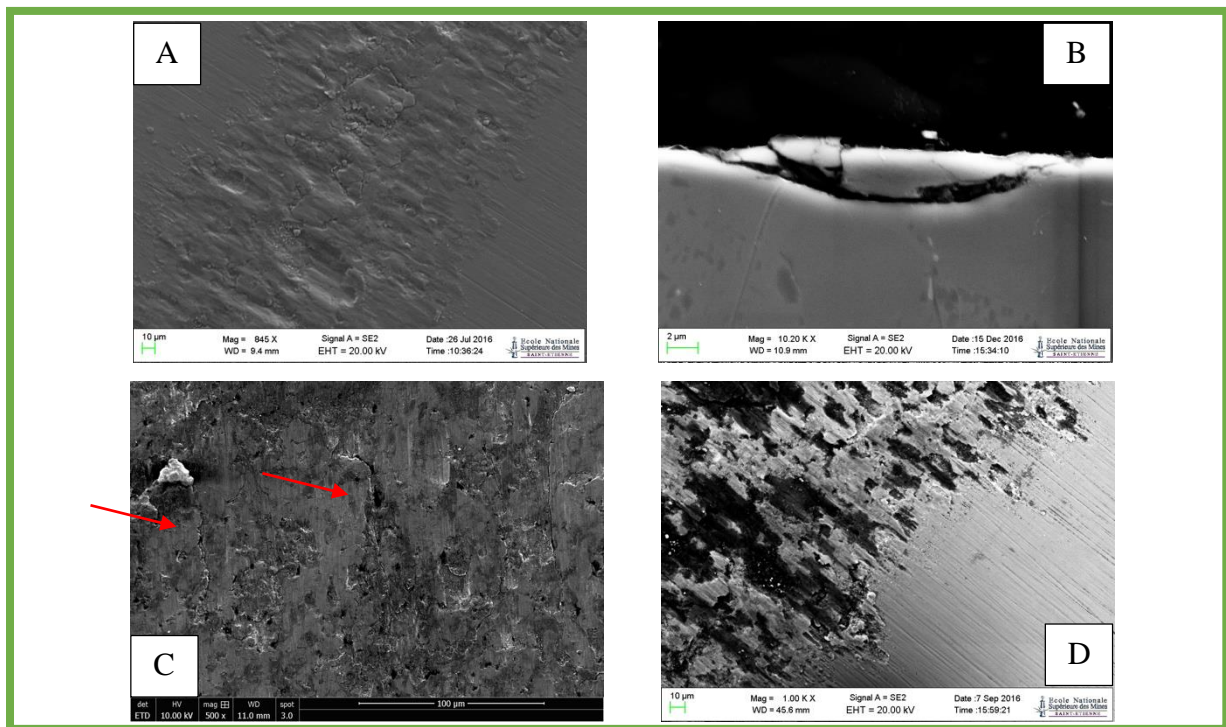


Figure V-14 Imagerie de la zone usée au MEB : A : Aspect général de la zone endommagée sur Ti-6Al-4V ; B : TTS sur Ti ; C : présence de fissures dans la zone endommagée sur Ti-6Al-4V ; D : Bordure externe de la zone endommagée sur Ti

La Figure V-15 permet de visualiser la présence de grains à dimensions variables dans la zone usée sur l'échantillon de Ti-6Al-4V. Dans les 2 premiers microns sous la zone frottée, la distinction des différents grains est difficile mais on retrouve une forte présence d'oxydes de titane et de nombreuses zones de dislocations en biais par rapport au sens du frottement. Les oxydes de titane sont ensuite retrouvés dans les joints de grains. En dessous de la TTS, on retrouve la même microstructure qu'avant frottement. Ces analyses confirment que la TTS mesure 2 μm de profondeur pour ce couple de matériau et qu'elle présente une microstructure complètement désorganisée sans orientation préférentielle.

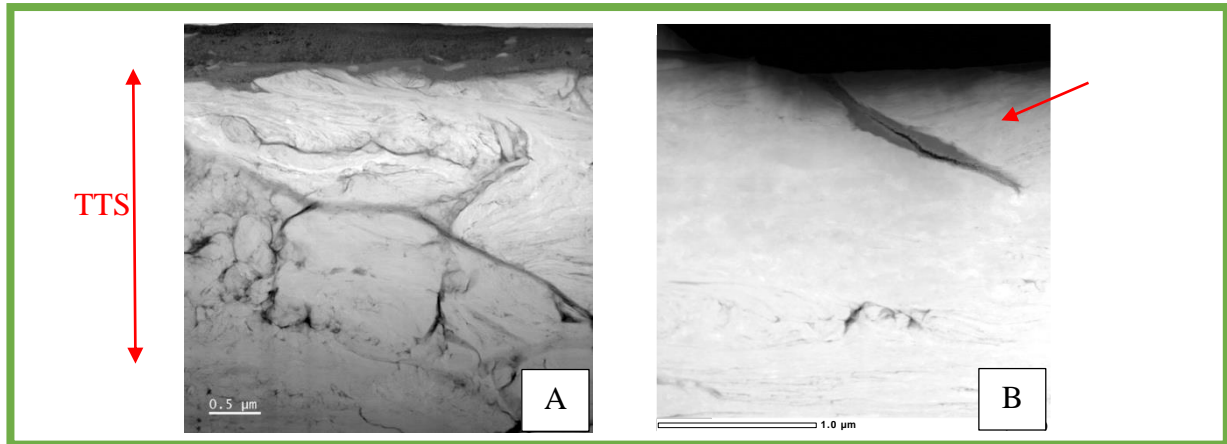


Figure V-15 Image STEM-HAADF dans la zone endommagée : A : Ti-6Al-4V ; B : Ti

L'analyse MET sur l'échantillon Ti met en évidence la présence d'une fissure au niveau de l'interface de frottement dans laquelle on retrouve préférentiellement de l'oxyde de titane. La présence d'aluminium est également détectée dans la fissure alors qu'il s'agit d'un échantillon de titane pur. La microstructure a été profondément impactée car on ne retrouve plus d'orientation préférentielle sur cette partie endommagée. La présence de grains à ce niveau est moins nette qu'avant frottement dans le premier micron. On semble retrouver des zones de dislocations parallèles au sens du frottement sous cette zone, montrant une forte accommodation des contraintes sur ce matériau suite au frottement.

V.2.3 Ti-6Al-4V – Y-TZP (Annexe V - IX et Annexe V - X)

La Figure V-16 permet de mettre en évidence que la zone endommagée mesure environ 150 μm de largeur avec de nombreuses aspérités et des zones de cratérisations de 20 μm à 40 μm de diamètre. La TTS mesure environ 1 μm avec présence de plusieurs fissures sous la zone de contraintes. Certaines fissures se rejoignent à l'origine des débris. On note également la présence de microfissures sur l'échantillon Y-TZP.

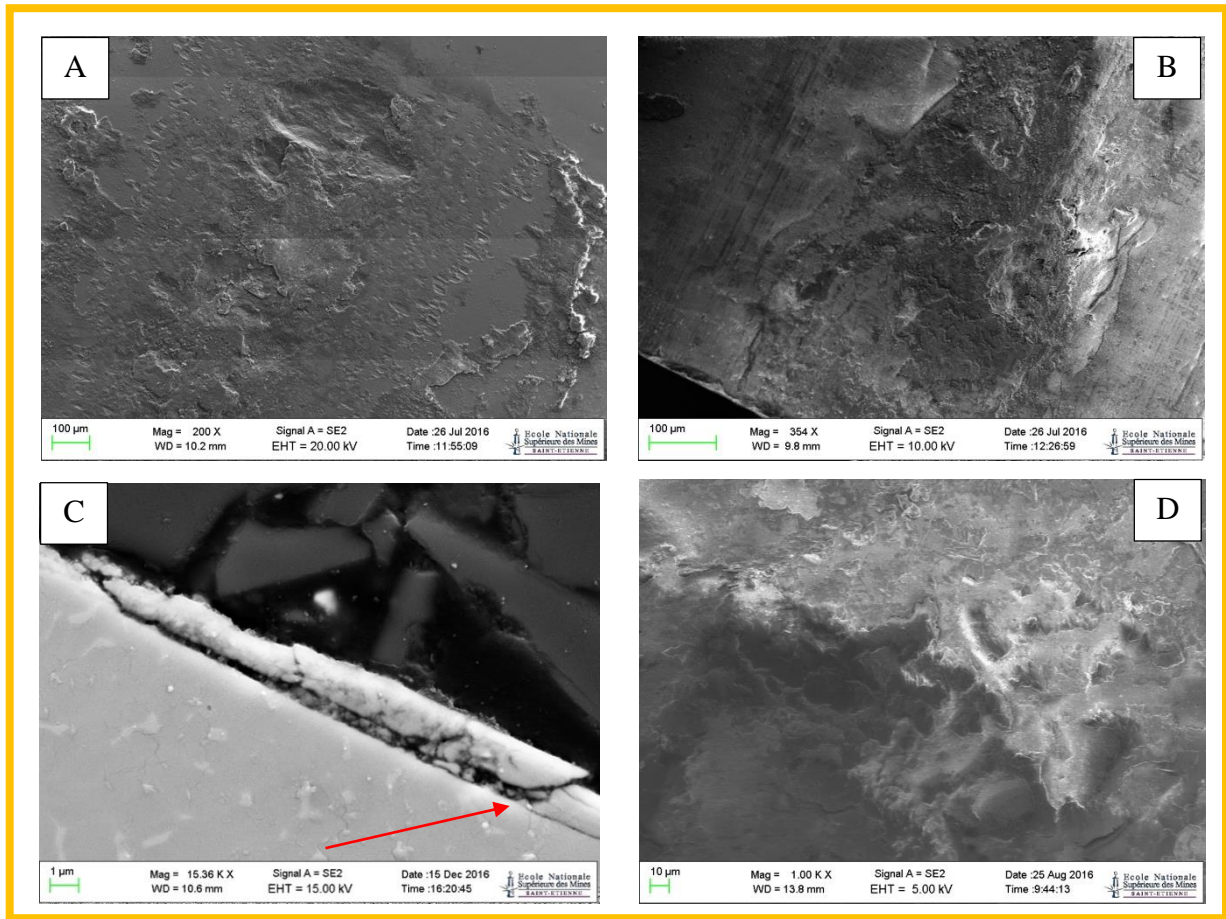


Figure V-16 Imagerie de la zone usée au MEB : A : Aspect général de la zone endommagée sur Ti-6Al-4V ; B : Aspect général de la zone endommagée sur Y-TZP ; C : TTS sur Ti-6Al-4V ; D : Zone endommagée sur Y-TZP

La Figure V-17 met en évidence une TTS d'environ $2\ \mu\text{m}$ sur l'échantillon de Ti-6Al-4V. On aperçoit une modification de la microstructure dans la TTS par fragmentation des grains qui sont plus petits qu'avant frottement. Au-delà de la TTS, on retrouve une microstructure similaire avant le frottement. Aucune présence de zircon ou d'oxydes de titane n'est détectée dans la TTS. L'accommodation des contraintes liée au frottement s'est faite au détriment de la microstructure.

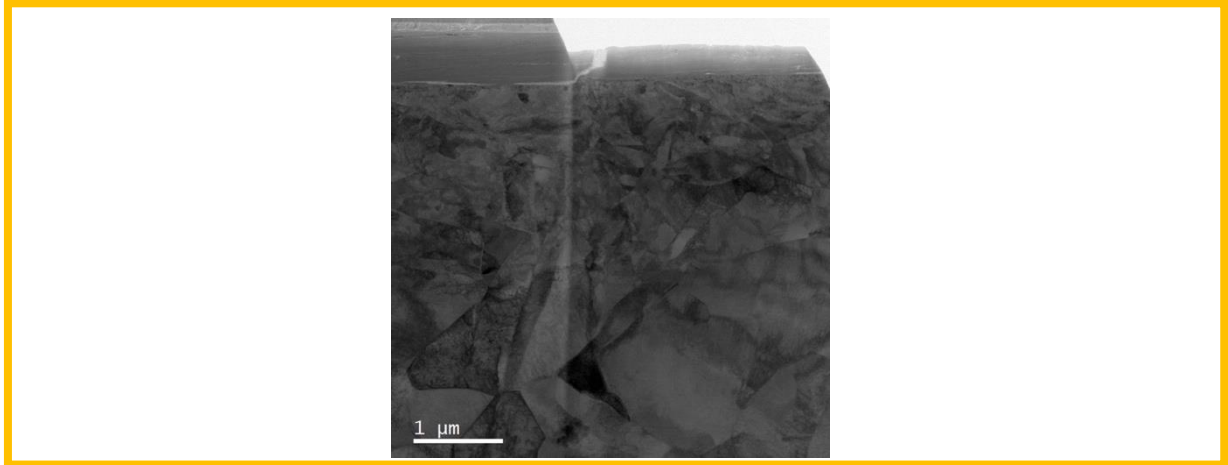


Figure V-17 Imagerie STEM -BF dans la zone endommagée sur un échantillon Ti-6Al-4V

V.2.4 Ti – Y-TZP (Annexe V - XI et Annexe V - XII)

La Figure V-18 met en évidence une zone endommagée mesurant environ 100 μm à 200 μm de largeur avec de nombreuses stries dans le sens du frottement. L'échantillon **B** Ti semble plus endommagé que l'échantillon de Y-TZP. La TTS mesure environ 1 μm avec présence d'une grande fissure parallèle au sens du frottement sous la zone de contraintes caractéristique d'un glissement total. On note également la présence de nombreuses fissures sur l'échantillon Ti le long de la zone endommagée.

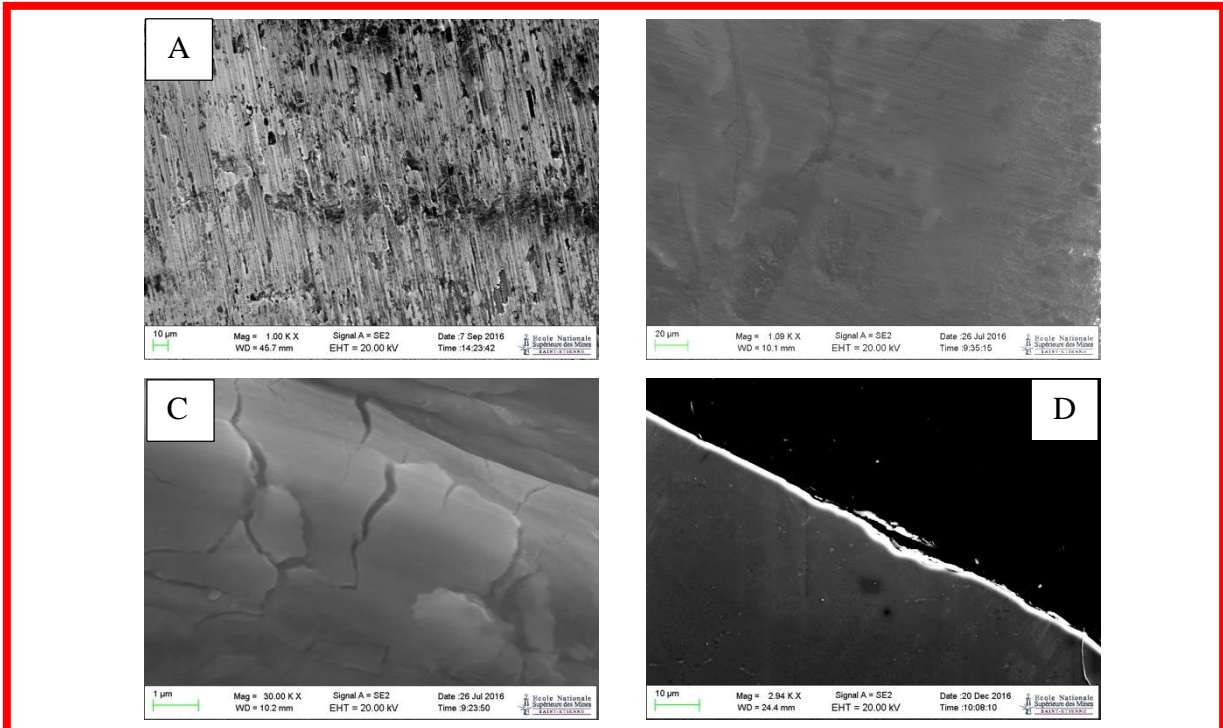


Figure V-18 Imagerie de la zone usée au MEB : A : Aspect général de la zone endommagée sur Ti ; B : Aspect général de la zone endommagée sur Y-TZP ; C : Présence de fissures sur Ti ; D : Zone endommagée sur Ti

La Figure V-19 met en évidence la présence d'une microstructure modifiée sous la zone usée avec présence de zircon et d'oxydes sous la zone de frottement dans l'échantillon Ti. La présence d'oxydes est aussi visible également sous la zone endommagée à une distance d'environ 500 nm. Une nouvelle entité céramo-métallique est mise en évidence alliant titane et zircon qui s'est formée lors du frottement.

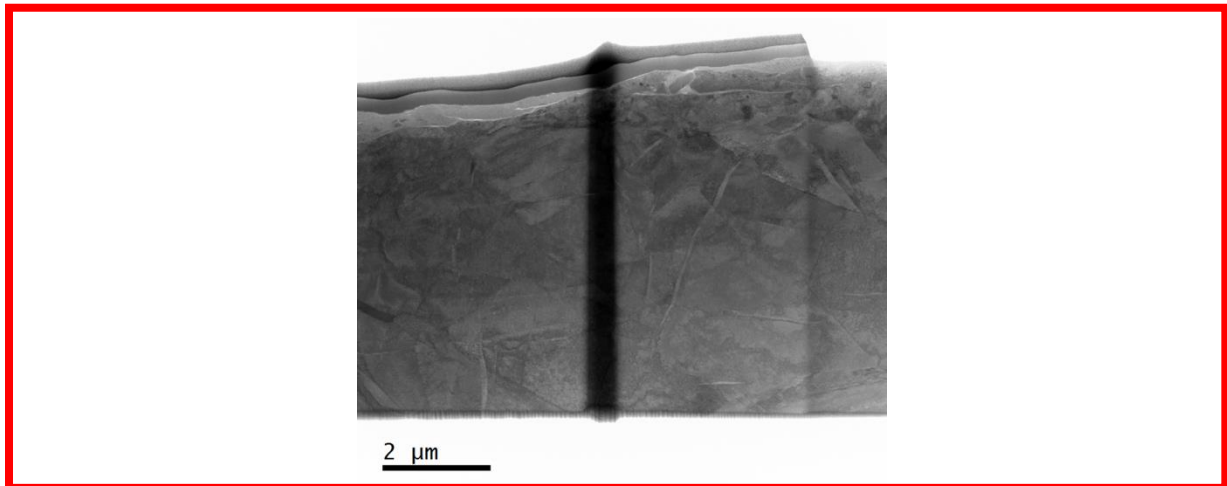


Figure V-19 Imagerie STEM -BF dans la zone usée sur un échantillon Ti

V.2.5 Synthèse des résultats et discussion

A l'image de précédentes observations faites dans la littérature,¹¹⁻¹⁵ pour l'ensemble des couples observés, les contraintes liées aux expérimentations de fretting-corrosion ont induit de nombreuses modifications de microstructure au sein des matériaux. La TTS présente pour tous les couples une largeur plus importante que la distance réelle effectuée par les échantillons lors des essais, et une profondeur de 1 à 2 µm. En plus du volume d'usure observée précédemment, les contraintes de fretting-corrosion ont conduit les matériaux à s'accommoder aux contraintes par une modification de leur microstructure et la présence de nombreuses fissures.

- Pour le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V, cette accommodation a donné lieu à la présence de nombreuses fissures au sein des matériaux et de nombreux « cratères » au sein de la zone endommagée.
- Pour le couple Ti-6Al-4V/Ti, les analyses MEB et MET confirment les résultats précédents. Ces dernières montrent non seulement une forte modification de la

microstructure des matériaux mais également la présence d'une interpénétration des différents matériaux, confirmée par la présence d'aluminium et de vanadium au sein de l'échantillon de titane pur (Ti). Une nouvelle entité s'est donc formée avec une microstructure complètement désordonnée présentant de nombreuses dislocations.

- Pour le couple Ti-6Al-4V/Y-TZP, cette accommodation a donné lieu à une modification de la microstructure des échantillons de Ti-6Al-4V par modification des tailles de grains. Cependant, on ne retrouve pas la présence d'une nouvelle entité agrégée au Ti-6Al-4V. Les échantillons de zircone sont également endommagés. Ce couple ayant présenté les volumes d'usure les plus importants montre que l'accommodation des contraintes s'est préférentiellement réalisée par perte de matière.
- Pour le couple Ti/Y-TZP, la résultante d'un point de vue imagerie des expérimentations de fretting-corrosion met en évidence la formation d'une nouvelle entité au sein des échantillons de titane pur alliant métal et zircone. Ce couple ayant présenté les volumes d'usure les plus faibles montrent que les contraintes par frottement sont préférentiellement emmagasinées par les matériaux qui présentent à leur surface une modification importante de leur microstructure.

L'abrasion mécanique forme des « cratères » qui sont en réalité des fissures verticales sur la couche d'oxydes qui finit par se fragmenter. Le glissement cyclique engendre une variation de contraintes répétitives entre compression et traction au niveau du fond de la fissure. Le mouvement de frottement provoque alors l'accumulation de dislocations à petite échelle sous la surface. Sur une longue période, une déformation élastique se produit entraînant des microfissures sous la surface. L'effet synergique de la déformation plastique, de la nature du film d'oxydes et de la corrosion combinée aux contraintes mécaniques aboutit à la formation d'endommagements de surfaces et entraîne le détachement de débris.⁷ On parle alors d'usure par abrasion¹⁶.

Enfin, on détecte également une usure par adhésion¹⁶ au sein des différents couples observés, du fait de la présence au sein des TTS du contre-matériau. En effet, on retrouve pour les couples Ti-6Al-4V/Ti et Ti/Y-TZP, le contre-matériau au sein des échantillons Ti. Ce phénomène peut s'expliquer par la ductilité du titane pur et la présence de régime de frottement par glissement partiel.

V.3 Analyse des débris

Sous la contrainte, les matériaux frottés doivent s'accommoder soit par déformation plastique, soit par dégradation. Les mécanismes de dégradation sont responsables entre autres de la formation de débris, le 3^e corps. Pour chacun des couples étudiés, il a été retrouvé des débris au sein de la zone endommagée mais également en bordure de la zone frottée.

Pour le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V (Figure V-20), les débris sont répartis au sein de la zone endommagée préférentiellement dans des « crevasses ». Ces débris peuvent mesurer jusqu'à 200 nm.

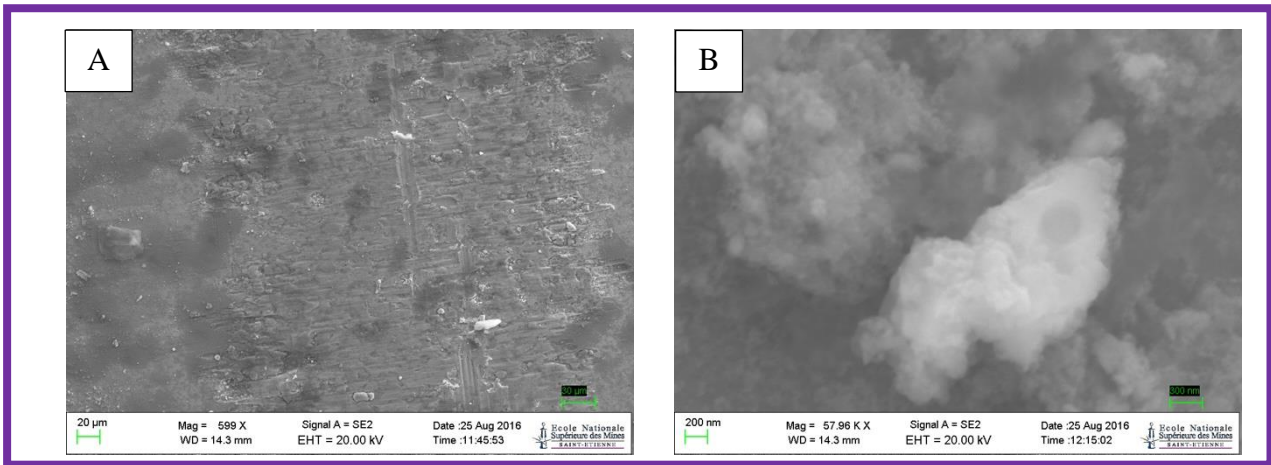


Figure V-20 Imagerie MEB des débris pour le couple Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V retrouvés dans la zone endommagée :A : Disparité des débris, B : Débris

Pour le couple Ti-6Al-4V/Ti (Figure V-21), les débris sont répartis de manière disparate au sein de la zone endommagée, mais se regroupent principalement au sein de « cratères ». Certains des débris mesurent 1 μm .

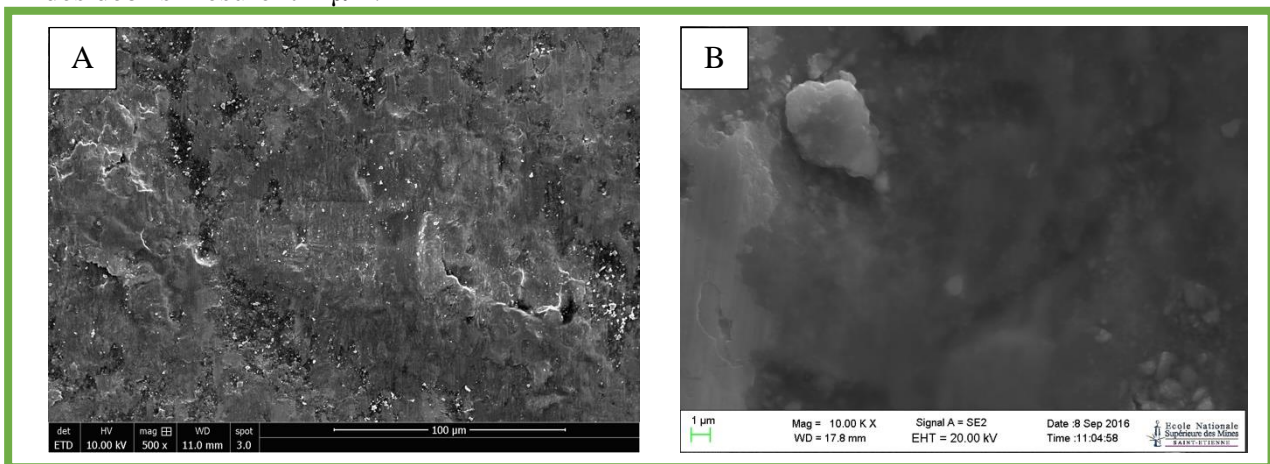


Figure V-21 Imagerie des débris pour le couple Ti-6Al-4V/Ti retrouvés dans la zone endommagée sur échantillon Ti : A : Disparité des débris, B : Débris

Pour le couple Ti-6Al-4V/Y-TZP (Figure V-22), les débris sont répartis dans la zone endommagée et en bordure de la zone frottée. Ils forment plutôt des agrégats de débris et sont de formes et diamètres variés pouvant mesurer entre 20 à plusieurs centaines de nanomètres.

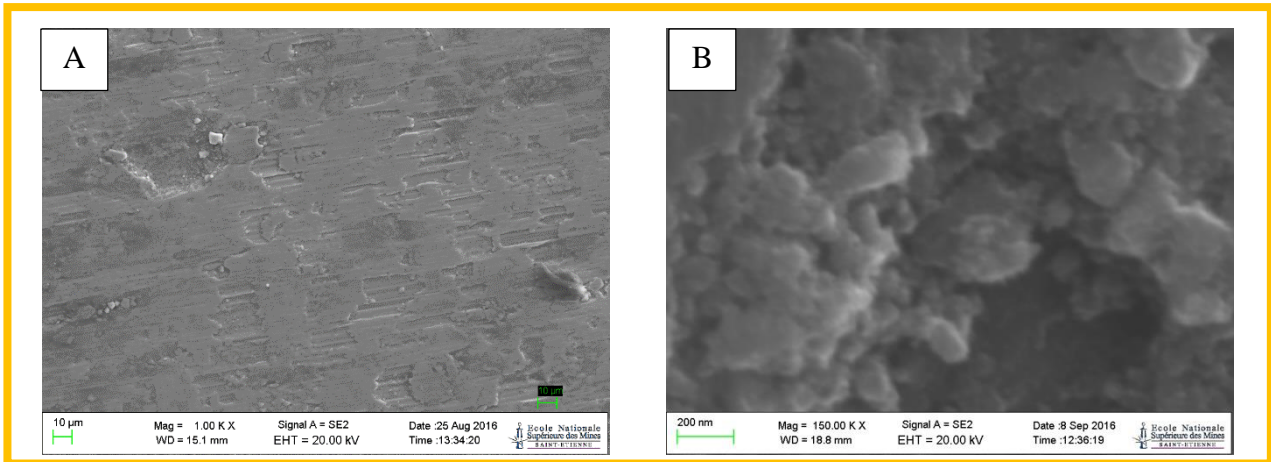


Figure V-22 Imagerie des débris pour le couple Ti-6Al-4V/Y-TZP retrouvés dans la zone endommagée sur échantillon Ti-6Al-4V :A : Disparité des débris, B : Débris

Pour le couple Ti/Y-TZP (Figure V-23), les débris sont également répartis au sein de la zone endommagée mais principalement en bordure de la zone frottée. Les débris mesurent en moyenne 1 µm.

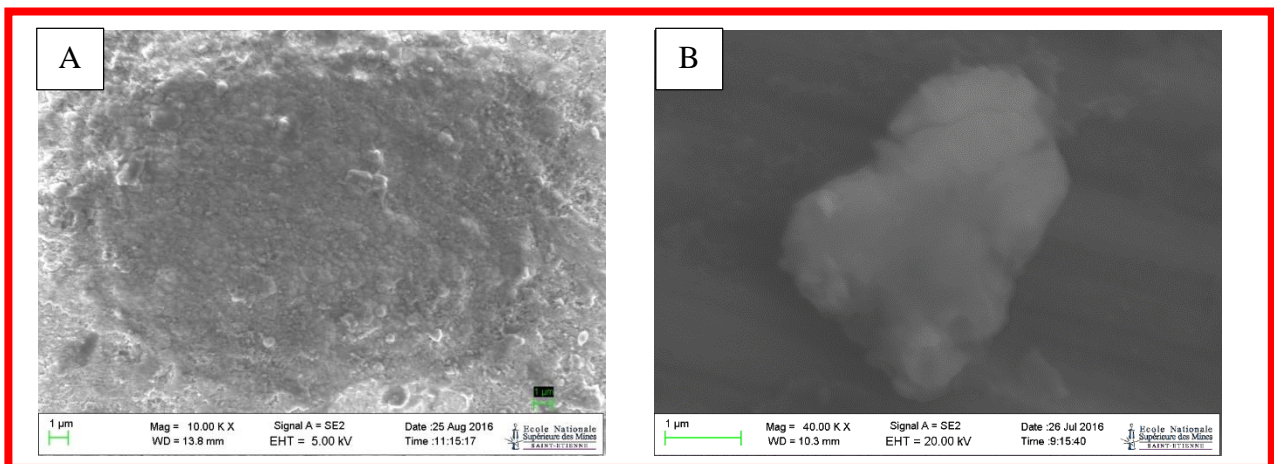


Figure V-23 Imagerie des débris pour le couple Ti/Y-TZP retrouvés dans la zone endommagée :A : Disparité des débris sur échantillon Y-TZP, B : Débris sur échantillon Ti

❖ Discussion

Les débris retrouvés pour les différents couples étudiés présentent des tailles et formes variables. Tout comme les débris retrouvés sur les expérimentations précédentes sur l'influence des cycles de serrage/desserrage, leurs dimensions moyennes avoisinent l'échelle du micron voire de quelques centaines de nanomètres et sont donc inférieurs à la taille d'un fibroblaste gingival (environ 30 μ m).¹⁷ Ces débris sont principalement issus de la couche d'oxydes protectrice qui était présente sur les matériaux métalliques avant le frottement, puis après leur endommagement, des matériaux natifs eux-mêmes. Ces débris peuvent donner lieu à des complexes organométalliques en s'agréant aux protéines présentes au sein de la salive. De plus, ces derniers étant pour certains inférieurs à 1 μ m peuvent être phagocytés par les cellules gingivales.

Dans la littérature, plusieurs auteurs ont mis en évidence le rôle nocif des débris au sein de la cavité buccale et, plus particulièrement, autour des implants dentaires.^{1,8,18} En effet, ces débris peuvent être responsables de phénomènes inflammatoires entraînant des colorations des tissus mous autour des implants par réactions allergiques⁶, mais également de l'activation puis différenciation des ostéoclastes. Ils peuvent ainsi être à l'origine d'une perte osseuse en périphérie du col implantaire.^{1,3,18} Ces réactions inflammatoires pouvant alors conduire à des complications de type péri-implantite et donc, a fortiori, la perte des implants.^{1,18} Généralement, ces complications d'ordre biologique sont habituellement attribuées à la présence de bactéries nocives présentes dans la plaque dentaire responsable de maladies parodontales.¹⁹ Cependant, dans certaines situations, le facteur bactérien n'est pas responsable de ces échecs implantaires et la cause semble, préférentiellement, tournée vers la présence de ces débris qui entraînent la différenciation des ostéoclastes, qui couplée aux contraintes occlusales, contribuent ainsi à la perte d'os autour des implants.³ Ce phénomène est à mettre en relation avec les débris retrouvés en très grand nombre sur le col implantaire lors des expérimentations de vissage/dévisage (Figure V-24). Ces derniers peuvent ainsi s'accumuler sur le col de d'implant, région en contact avec les tissus gingivaux et être responsable de phénomènes inflammatoires, suite à la phagocytose de ces débris par les fibroblastes.

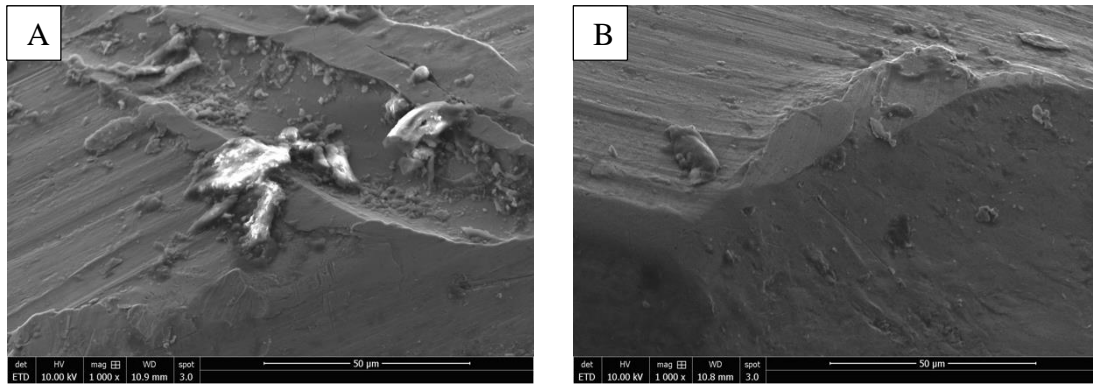


Figure V-24 Images MEB de débris retrouvés sur le col implantaire lors des expérimentations de serrage/desserrage : A : groupe S25 à 30 serrages ; B : groupe S15 à 30 serrages

De plus, les différentes usures observées, peuvent être responsables d'échecs implantaires mécaniques de type dévissage ou fracture, fréquemment rencontrés en prothèse(s) implantaire(s). En effet, les contraintes et les endommagements observés en fretting-corrosion, entraînent des usures qui peuvent être responsables d'une perte de la précontrainte nécessaire à l'assemblage prothético-implantaire.²⁰

V.4 Influence de la salive humaine et de son environnement

La salive et le biofilm salivaire compromettent le comportement biomécanique des restaurations implantaires.²¹ La présence de salive ou de fluide sulculaire autour des implants est responsable de phénomènes de corrosion par fissure due à la présence des électrolytes.²² Les substances externes telles que les substances acides, le fluor, la nicotine, les fluides extracellulaires ou encore l'acide lactique produit par les bactéries cariogènes peuvent être responsables de corrosion sur le titane.³

Les tests de tribocorrosion en présence de fluor, présent à fortes concentrations dans le dentifrice (500 à 2500 ppm), montrent une augmentation de l'usure totale du fait que le fluor influence positivement la corrosion, même si la principale usure est d'ordre mécanique.²³ A des concentrations élevées (plus de 1000 ppm), la dégradation accélérée de la couche passive par le fluor^{1,3}, entraîne des phénomènes de corrosion autour des implants pouvant être responsable de phénomènes inflammatoires via la libération de débris²⁴.

L'influence de la nicotine sur la corrosion des implants dentaires a également été étudiée en salive artificielle à différents niveaux de pH.²⁵ Il a ainsi été mis en évidence le rôle néfaste de la nicotine sur la formation du film passif protecteur de TiO₂ autour du titane, ainsi qu'une augmentation des phénomènes de corrosion à certaines concentrations de nicotine.

Les lipopolysaccharides, présents dans la salive, dégradent la couche d'oxydes et augmentent la rugosité de surface tout en favorisant l'accumulation de biofilm^{3,26}. Cliniquement, les patients présentant des infections orales à l'origine d'une sur-présence de lipopolysaccharides ont plus de risque de présenter des phénomènes de corrosion autour des implants, ce qui pourrait affecter la survie de leurs implants.²⁶ Ainsi, les contraintes mécaniques couplées à la présence de bactéries sont responsables d'endommagements de la couche d'oxydes présente à la surface des métaux entraînant la libération d'ions métalliques pouvant mener à la perte des implants.^{3,18}

Le milieu buccal, est ainsi soumis à de nombreuses variations engendrant une modification du comportement des matériaux en corrosion, et de facto, en tribocorrosion. Il est donc important de pondérer nos résultats et conclusions précédemment évoqués, qui ont été réalisés en milieu salivaire humain sans additif en fonction de ces paramètres.

V.5 Perspectives

Les couples étudiés, nous ont permis de mettre en évidence que le couple Ti/Y-TZP présente le meilleur comportement de tribocorrosion face à l'usure dans le temps. À contrario, le couple Ti-6Al-4V/Y-TZP est le couple qui a présenté le plus fort risque de dégradation. Les couples Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V et Ti-6Al-4V/Ti, qui sont les plus employés en prothèse implantaire ont montré un comportement similaire avec un degré d'usure légèrement moins élevé que Ti-6Al-4V/Y-TZP.

Face à ces résultats *in-vitro*, l'utilisation du couple Ti/Y-TZP devrait être plus encouragée. Cependant, de nombreux échecs implanto-prothétiques sont constatés en clinique,²⁷⁻²⁹ qui conduisent à une limitation de leur utilisation (Figure V-25). Il semblerait donc que la zircone, malgré ses remarquables propriétés tribologiques ne puissent pas supplanter l'utilisation du titane et ses alliages en implantologie. Idéalement, il faudrait repenser les types de connexions implantaires pour optimiser les propriétés de ce matériau en clinique pour éviter les zones de sur-contraintes à l'origine des fractures constatées. Des implants dédiés à une connexion implantaire en zircone doivent être développés pour adapter nos protocoles cliniques à leur utilisation.³⁰

Concernant l'optimisation du titane, des résultats encourageants sur le Ti-6Al-4V avec couche de TiO₂ avec nanopores formée par oxydation anodique contrôlée comparé au Ti-6Al-4V non traité ont été mis en évidence par les travaux de Benea *et al.*³¹. La présence de nanotubes de TiO₂ bio-fonctionnels montre une meilleure stabilité électrochimique et une baisse des mécanismes de dégradation en fretting-corrosion laissant présager le développement de nouvelles surfaces implantaires prometteuses.³² De plus, l'alliage de Ti-Ta (Titanium-Tantalum)³³ et les alliages de titane à phase β présenteraient de meilleures résistances à la corrosion, ainsi que des meilleures propriétés mécaniques et résistance à l'usure^{1,34}. Ces matériaux pourraient être utilisés comme substituts au Titane pur et Ti-6Al-4V actuellement employés en odontologie.

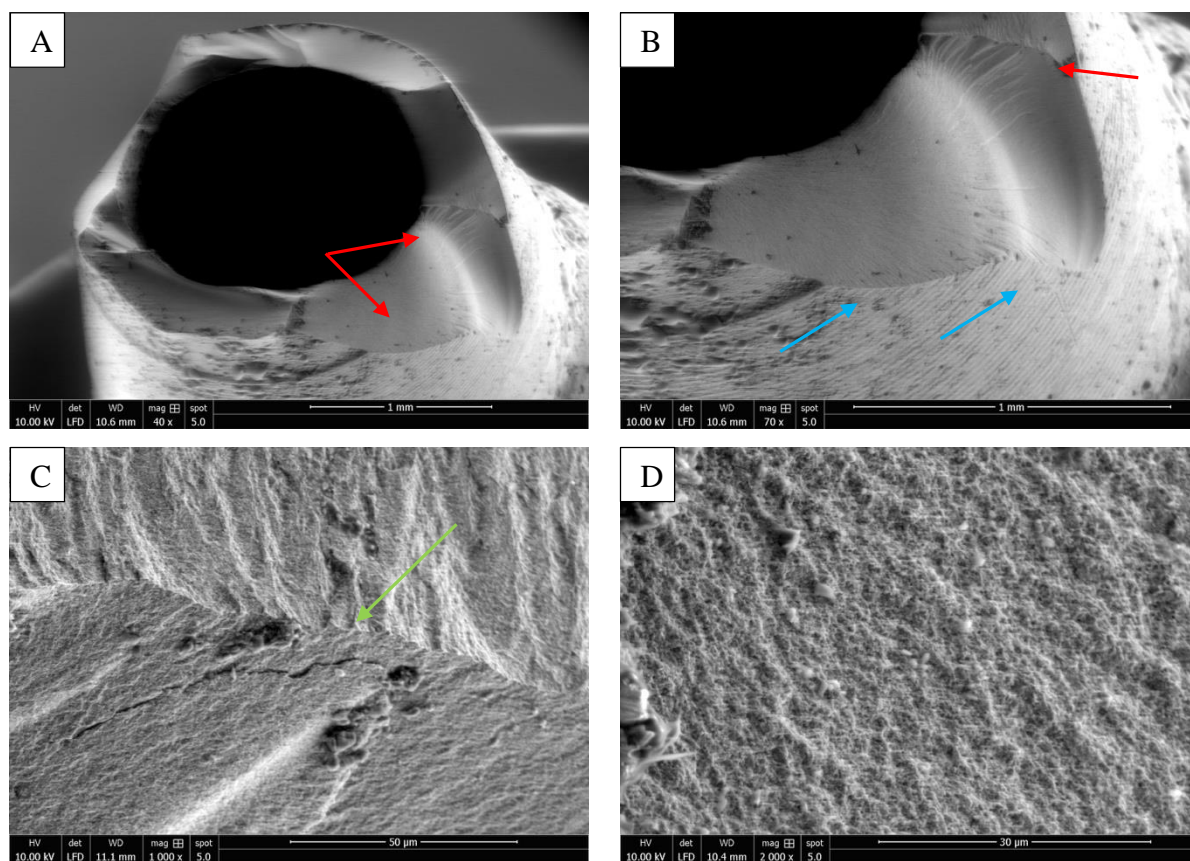


Figure V-25 Images MEB d'un pilier en zircone fracturé après un mois de mise en service : A : Faciès de rupture ; B : Zone de sur-contraintes ; C : Présence de fissure ; D : Trait de fracture

V.6 Ce qu'il faut retenir...

❖ **Potentiel libre de corrosion**

Au début du frottement, le potentiel libre de corrosion chute drastiquement pour tous les couples étudiés. Ce phénomène est dû à la destruction du film passif de TiO_2 sur les échantillons de titane au début du frottement. Ceci perdure durant tout le frottement et même après le frottement. La zircone semble limiter ce phénomène car le potentiel remonte légèrement durant le frottement.

❖ **Spectroscopie d'impédance électrochimique**

Pour tous les couples étudiés, les spectroscopies d'impédance ont montré que le frottement entraînait la perte de la couche de passivation qui perdurait même après l'arrêt du frottement. À l'exception de Ti/Y-TZP qui a montré des valeurs croissantes durant le frottement et démontrant une certaine « protection » de la zircone vis-à-vis des usures par corrosion.

❖ **Circuit électrique équivalent**

La résistance diminue pour tous les couples étudiés au début du frottement. On a donc une forte libération de charges par corrosion au démarrage du frottement. Cela perdure, au cours et après le frottement, pour tous les couples étudiés. Ces phénomènes sont moins importants en présence de zircone.

❖ **Boucles de frottement**

Les boucles de frottement sont de type glissement total pour tous les couples observés au début du frottement. Ceci a conduit à la destruction du film passif. Ensuite, on observe plutôt des boucles de frottement à type glissement partiel, à l'exception de Ti-6Al-4V/Y-TZP. La plus forte valeur d'énergie dissipée est rencontrée avec Ti-6Al-4V/Y-TZP et la plus faible avec Ti/Y-TZP.

❖ **Imagerie**

L'imagerie met en évidence la présence de débris de tailles variables (500 nm à 2 μ m) pouvant être phagocytés par les cellules gingivales et être à l'origine de réactions inflammatoires autour des implants. On observe une modification de la microstructure en regard des zones usées

observées. Le titane pur, sous les contraintes de frottement, entraîne la formation d'une nouvelle entité en emmagasinant une partie du contre-matériau.

❖ **Discussion et perspectives**

Le couple Ti/Y-TZP présente le meilleur comportement en tribocorrosion face à l'usure dans le temps, contrairement à Ti-6Al-4V/Y-TZP. L'utilisation de la zircone en implantologie nécessite une modification des connexions implantaires afin d'optimiser leur utilisation. Le développement de nouveaux alliages à base de titane pourrait permettre également de limiter l'usure des pièces implanto-prothétiques dans le temps.

Bibliographie :

1. Revathi A, Borrás AD, Muñoz AI, Richard C, Manivasagam G. Degradation mechanisms and future challenges of titanium and its alloys for dental implant applications in oral environment. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2017;76:1354–68.
2. Toptan F, Alves AC, Pinto AMP, Ponthiaux P. Tribocorrosion behavior of bio-functionalized highly porous titanium. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2017;69:144–52.
3. Apaza-Bedoya K, Tarce M, Benfatti C a. M, Henriques B, Mathew MT, Teughels W, et al. Synergistic interactions between corrosion and wear at titanium-based dental implant connections: A scoping review. *J Periodont Res*. 2017
4. Cartier M, Kapsa P. Usure des contacts mécaniques - Maîtrise de l'usure et du frottement. *Techniques de l'ingénieur*. 2001
5. Al Jabbari YS, Fournelle RA, Zinelis S, Iacopino AM. Biotribological Behavior of Two Retrieved Implant Abutment Screws after Long-Term Use In Vivo. *International Journal of Oral & Maxillofacial Implants*. 2012;27:1474–80.
6. Chaturvedi TP. An overview of the corrosion aspect of dental implants (titanium and its alloys). *Indian Journal of Dental Research*. 2009;20:91–8.
7. Ryu JJ, Shrotriya. Synergistic mechanisms of bio-tribocorrosion in medical implants. In: *Bio-tribocorrosion in biomaterials and medical implants*. Woodhead Publishing; 2013. p. 25–46.
8. Mathew MT, Kerwell S, Lundberg HJ, Sukotjo C, Mercuri LG. Tribocorrosion and oral and maxillofacial surgical devices. *Br J Oral Maxillofac Surg*. 2014;52:396–400.
9. Chaturvedi TP. An overview of the corrosion aspect of dental implants (titanium and its alloys). *Indian J Dent Res*. 2009;20:91–8.
10. Gurappa I. Characterization of different materials for corrosion resistance under simulated body fluid conditions. *Materials Characterization*. 2002;49:73–9.
11. Rainforth WM, Zeng P, Ma L, Valdez AN, Stewart T. Dynamic surface microstructural changes during tribological contact that determine the wear behaviour of hip prostheses: metals and ceramics. *Faraday Discuss*. 2012;156:41–57.
12. Pourzal R, Theissmann R, Williams S, Gleising B, Fisher J, Fischer A. Subsurface changes of a MoM hip implant below different contact zones. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2009;2:186–91.
13. Pourzal R, Catelas I, Theissmann R, Kaddick C, Fischer A. Characterization of Wear Particles Generated from CoCrMo Alloy under Sliding Wear Conditions. *Wear*. 2011;271:1658–66.
14. Wimmer MA, Fischer A, Büscher R, Pourzal R, Sprecher C, Hauert R, et al. Wear mechanisms in metal-on-metal bearings: the importance of tribochemical reaction layers. *J Orthop Res*. 2010;28:436–43.
15. Büscher R, Täger G, Dudzinski W, Gleising B, Wimmer MA, Fischer A. Subsurface microstructure of metal-on-metal hip joints and its relationship to wear particle generation. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater*. 2005;72:206–14.
16. Clavel M, Bompard P. Endommagement et rupture des matériaux 1. *Hermes sciences*. 2009.
17. Pae A, Lee H, Kim H-S, Kwon Y-D, Woo Y-H. Attachment and growth behaviour of human gingival fibroblasts on titanium and zirconia ceramic surfaces. *Biomed Mater*. 2009;4:025005.
18. Sridhar S, Abidi Z, Wilson TG, Valderrama P, Wadhvani C, Palmer K, et al. In Vitro Evaluation of the Effects of Multiple Oral Factors on Dental Implants Surfaces. *Journal of Oral Implantology*. 2016;42:248–57.

19. Persson GR, Renvert S. Cluster of bacteria associated with peri-implantitis. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2014;16:783–93.
20. Tzenakis GK, Nagy WW, Fournelle RA, Dhuru VB. The effect of repeated torque and salivary contamination on the preload of slotted gold implant prosthetic screws. *The Journal of Prosthetic Dentistry.* 2002;88:183–91.
21. Bordin D, Cavalcanti IMG, Jardim Pimentel M, Fortulan CA, Sotto-Maior BS, Del Bel Cury AA, et al. Biofilm and saliva affect the biomechanical behavior of dental implants. *Journal of Biomechanics.* 2015;48:997–1002.
22. Abey S, Mathew MT, Lee DJ, Knoernschild KL, Wimmer MA, Sukotjo C. Electrochemical Behavior of Titanium in Artificial Saliva: Influence of pH. *Journal of Oral Implantology.* 2011;40:3–10.
23. Licausi MP, Igual Muñoz A, Amigó Borrás V. Influence of the fabrication process and fluoride content on the tribocorrosion behaviour of Ti6Al4V biomedical alloy in artificial saliva. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.* 2013;20:137–48.
24. Souza JCM, Barbosa SL, Ariza E, Celis J-P, Rocha LA. Simultaneous degradation by corrosion and wear of titanium in artificial saliva containing fluorides. *Wear.* 2012;292–293:82–8.
25. Royhman D, Dominguez-Benetton X, Yuan JC-C, Shokuhfar T, Takoudis C, Mathew MT, et al. The Role of Nicotine in the Corrosive Behavior of a Ti-6Al-4V Dental Implant. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2015;17:352-363.
26. Mathew MT, Barão VA, Yuan JC-C, Assunção WG, Sukotjo C, Wimmer MA. What is the role of lipopolysaccharide on the tribocorrosive behavior of titanium? *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials.* 2012;8:71–85.
27. Nothdurft FP, Neumann K, Knauber AW. Fracture behavior of zirconia implant abutments is influenced by superstructure-geometry. *Clin Oral Investig.* 2014;18:1467–72.
28. Gahlert M, Burtscher D, Pfundstein G, Grunert I, Kniha H, Roehling S. Dental zirconia implants up to three years in function: a retrospective clinical study and evaluation of prosthetic restorations and failures. *Int J Oral Maxillofac Implants.* 2013;28:896–904.
29. Guess PC, Att W, Strub JR. Zirconia in fixed implant prosthodontics. *Clin Implant Dent Relat Res.* 2012;14:633–45.
30. Thulasidas S, Givan DA, Lemons JE, O'Neal SJ, Ramp LC, Liu P-R. Influence of Implant Angulation on the Fracture Resistance of Zirconia Abutments. *Journal of Prosthodontics.* 2015;24:127–35.
31. Benea L, Danaila E, Ponthiaux P. Effect of titania anodic formation and hydroxyapatite electrodeposition on electrochemical behaviour of Ti-6Al-4V alloy under fretting conditions for biomedical applications. *Corrosion Science.* 2015;91:262–71.
32. Alves SA, Rossi AL, Ribeiro AR, Toptan F, Pinto AM, Celis J-P, et al. Tribo-electrochemical behavior of bio-functionalized TiO₂ nanotubes in artificial saliva: Understanding of degradation mechanisms. *Wear.* 2017;384–385:28–42.
33. Mareci D, Chelariu R, Gordin D-M, Ungureanu G, Gloriant T. Comparative corrosion study of Ti-Ta alloys for dental applications. *Acta Biomater.* 2009;5:3625–39.
34. Cordeiro JM, Barão V. Is there scientific evidence favoring the substitution of commercially pure titanium with titanium alloys for the manufacture of dental implants? *Materials Science and Engineering: C.* 2017;71:1201–15.

Conclusion

La connexion implantaire, qui est l'assemblage d'un implant à un pilier par l'intermédiaire d'une vis est le siège d'endommagements à deux niveaux : d'une part, au moment de l'élaboration de la prothèse et du serrage des éléments ; et, d'autre part, lors de la mise en service de cette dernière dans le temps.

Lors de la confection de la prothèse, le chirurgien-dentiste réalise plusieurs cycles d'insertion/désinsertion indispensables pour l'élaboration d'une restauration personnalisée. Ces cycles entraînent une usure de la rugosité de surface des différents composants. L'utilisation de vis de laboratoire, dédiée aux essayages, semble indispensable pour garantir une précontrainte optimale lors du serrage d'usage et, éviter ainsi toute complication future. En cas de desserrage, la vis implantaire peut être réutilisée, en s'assurant au préalable de son intégrité et de l'absence de sur-contraintes au sein du complexe implanto-prothétique. Cette dernière ne présente effectivement pas de dégradation significative avant 20 serrages dans cette étude.

La diminution de la précontrainte est liée, en partie, au matage des composants au cours des cycles d'insertion/désinsertion, mais également à l'augmentation du coefficient de frottement engendré par la présence des débris et la dégradation de la rugosité surface des composants. Ces endommagements ont été confirmés par l'observation d'échantillons *ex-vivo*.

A la suite de cet endommagement initial, la prothèse est mise en service. Les fonctions oro-faciales vont alors solliciter le complexe implanto-prothétique. Les mécanismes de dégradations en jeu font préférentiellement appel à des endommagements par tribocorrosion. L'analyse par fretting-corrosion de différents couples de matériaux rencontrés en implantologie a permis de mettre en évidence plusieurs mécanismes de dégradation.

Tout d'abord, sous l'effet du frottement, les échantillons en titane, perdent leur couche d'oxydes (TiO_2) protectrice. Ce matériau, aux propriétés dites remarquables en corrosion, se corrode en présence de frottement à faible débattement. Cet endommagement perdure même après l'arrêt de ce dernier sur les couples purement métalliques. Les charges libérées dans la solution nuisent alors à la reformation du film passif. On observe ainsi une synergie des endommagements par tribocorrosion. En présence de zircone yttrée, l'endommagement par corrosion est moins présent et ne perdure pas après l'arrêt du frottement.

La TTS subit alors des modifications de microstructure. En présence de Ti-6Al-4V, les grains se fragmentent sous la contrainte et la microstructure est totalement désorganisée. Le titane pur, lui accommode les contraintes, par la fabrication d'une nouvelle entité à sa surface en emmagasinant du contre-matériau.

Enfin, le 3^e corps, constitué de débris aux dimensions variables (500 nm à 2 µm), déjà visible lors des expérimentations de serrages/desserrages, représente un risque pour la pérennité de l'ostéo-intégration de l'implant. Ces derniers peuvent effectivement être phagocytés par les fibroblastes et déclencher une cascade de réactions inflammatoires à l'origine de la différenciation des ostéoclastes. Ce phénomène pourrait ainsi expliquer les pertes implantaire en l'absence de foyers infectieux.

L'étude des différents matériaux a permis de mettre en évidence des différences de comportements. Initialement, les connexions implantaire ont été développées pour des matériaux métalliques. L'avènement de nouveaux matériaux n'a pas entraîné de modification de leur géométrie. Ainsi, malgré les résultats prometteurs de la zircone yttrée, on observe des échecs en clinique. Ceci est lié au fait que les connexions ne sont pas adaptées à ces matériaux. Les études par éléments finis pourraient ainsi nous aider à comprendre la répartition des contraintes au sein de la connexion et permettre d'optimiser leur forme à l'arrivée de nouveaux matériaux. Actuellement, les recherches en odontologie se tournent vers de nouveaux biomatériaux polymères, tels que le PEEK ou les céramiques infiltrées de polymères (PICN, *Polymer-Infiltrated Ceramic Network*) aux propriétés prometteuses. Cependant, aucun de ces matériaux ne possèdent les caractéristiques physico-mécaniques du titane. Sans adaptation de la connexion, les résultats *in-vivo*, seront, semble-t-il, toujours insatisfaisants.

L'étude des endommagements de la connexion implantaire est un enjeu majeur en odontologie. Face au nombre croissant d'implants posés chaque année dans le monde, comprendre et appréhender les mécanismes de dégradation est primordial pour assurer la pérennité de nos restaurations prothétiques.

Annexes

ANNEXE II - 1 CALCUL DE LA CONTRAINTE EXERCEE DANS LA CONNECTIQUE IMPLANTAIRE AU NIVEAU DE LA TETE DE VIS	212
ANNEXE IV - 1 RESULTATS DES COUPLES DE DESSERRAGE	213
ANNEXE IV - 2 IMAGERIE MEB DES PAS DE VIS IMPLANTAIRE.....	215
ANNEXE IV - 3 INTERFEROMETRIE LASER DES VIS IMPLANTAIRES	216
ANNEXE IV - 4 IMAGERIE MEB DE LA CONNECTIQUE INTERNE DES IMPLANTS.....	217
ANNEXE IV - 5 IMAGERIE MEB DE LA CONNECTIQUE DES PILIERS IMPLANTAIRES.....	219
ANNEXE IV - 6 MICROSCOPIE CONFOCALE DES PILIERS IMPLANTAIRES	220
ANNEXE V - I POTENTIEL LIBRE DE CORROSION : OCP	221
ANNEXE V - II SPECTROSCOPIE D'IMPEDANCE ELECTROCHIMIQUE : EIS.....	223
ANNEXE V - III CIRCUITS ÉLECTRIQUES ÉQUIVALENTS	225
ANNEXE V - IV CALCUL DE LA RESISTANCE THEORIQUE DE LA SALIVE HUMAINE	229
ANNEXE V - V ANALYSES DES BOUCLES DE FROTTEMENT ISSUES DES EXPERIMENTATIONS DE FRETING-CORROSION	230
ANNEXE V - VI IMAGES MEB Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V.....	232
ANNEXE V - VII IMAGES MEB Ti-6Al-4V/Ti.....	234
ANNEXE V - VIII ANALYSES MET Ti-6Al-4V/Ti	236
ANNEXE V - IX IMAGES MEB Ti-6Al-4V/Y-TZP	240
ANNEXE V - X ANALYSES MET Ti-6Al-4V/Y-TZP	242
ANNEXE V - XI IMAGES MEB Ti/Y-TZP	243
ANNEXE V - XII ANALYSES MET Ti/Y-TZP	245
ANNEXE A PUBLICATION.....	246
ANNEXE B PUBLICATIONS SOUMISES	247
ANNEXE C COMMUNICATIONS ORALES	263
ANNEXE D COMMUNICATIONS AFFICHEES.....	266

**Annexe II - 1 Calcul de la contrainte exercée dans la connectique
implantaire au niveau de la tête de vis**

$$P = \frac{F}{S} \quad (1)$$

Avec : P = pression (MPa)

F = Force (Newton)

S = Surface (cm²)

- **Calcul de la surface de contact au niveau de la tête de vis à l'aide de l'imagerie par tomographie 3D :**

$$S = 28.10^{-2} \text{ cm}^2$$

- **Calcul de la force exercée sur la tête de vis :**

Il existe deux couples de serrage d'usage en fonction du type de pilier :

- 15 N.cm pour les piliers en zircone, ce qui amène à une force de 3,75 N
- 25 N.cm pour les piliers en titane ou alliage de titane, ce qui amène à une force de 4 N

- **Calcul des contraintes exercée sur la tête de vis avec un pilier en zircone :**

$$P_{\text{zircone-vis}} = \frac{3,75}{28.10^{-2}} = 13,4 \text{ MPa}$$

- **Calcul des contraintes exercée sur les échantillons en zircone :**

(Échantillons de 15 mm de long et surface de frottement de 0,4 mm soit 6 mm²)

$$F_{\text{zircone-éch}} = P_{\text{zircone-vis}} \times S_{\text{éch}} = 13,4 \times 6 = 80,4$$

⇒ Le choix de la force normale pour ce type d'expérimentation s'est porté pour 85 N

- **Calcul des contraintes exercée sur la tête de vis avec un pilier en titane :**

$$P_{\text{titane-vis}} = \frac{4}{28.10^{-2}} = 14,3 \text{ MPa}$$

- **Calcul des contraintes exercée sur les échantillons en titane :**

(Échantillons de 20 mm de long et surface de frottement de 0,4 mm soit 8 mm²)

$$F_{\text{titane-éch}} = P_{\text{titane-vis}} \times S_{\text{éch}} = 14,3 \times 8 = 114,4$$

⇒ Le choix de la force normale pour ce type d'expérimentation s'est porté pour 127,5N

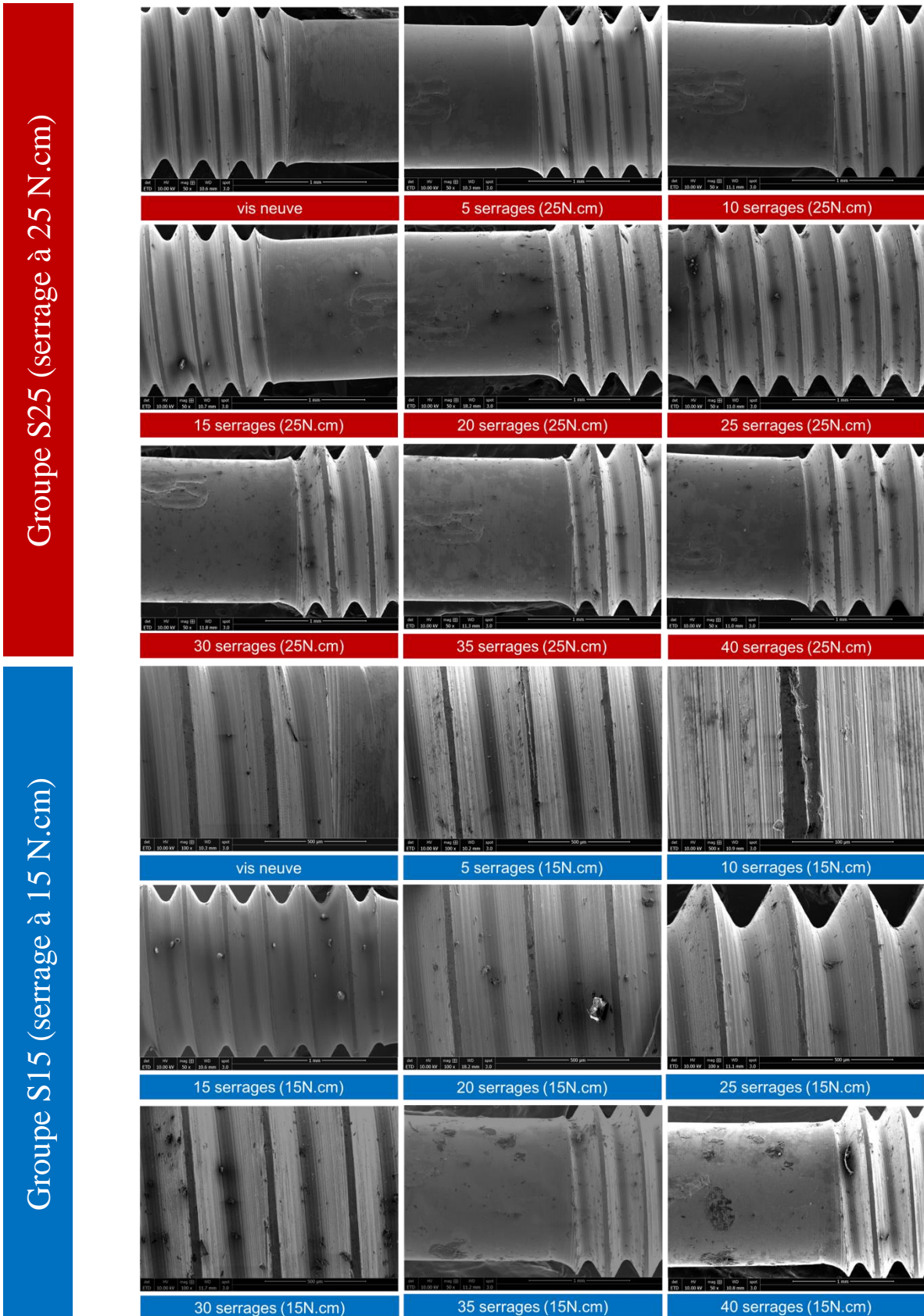
Annexe IV - 1 Résultats des couples de desserrage

Groupe S25	Ech.A	Ech.B	Ech.C	Ech.D	Ech.E	Moyenne	Écart-type	Intervalle de confiance
1	∅	-26,2	-26,1	-26,5	∅	-26,3	0,2	0,2
2	∅	-31,9	-19,5	-18,4	∅	-23,3	7,5	8,5
3	∅	-19,9	-22,9	-19,4	∅	-20,7	1,9	2,1
4	∅	-20,2	-19,7	-18,6	∅	-19,5	0,8	0,9
5	∅	-22,0	-20,3	-20,4	∅	-20,9	1,0	1,1
6	∅	-19,6	-19,6	-19,9	∅	-19,7	0,2	0,2
7	∅	-19,2	-21,2	-17,7	∅	-19,4	1,8	2,0
8	∅	-20,0	-20,0	-18,7	∅	-19,6	0,8	0,8
9	∅	-18,7	-19,5	-20,8	∅	-19,7	1,1	1,2
10	∅	-22,2	-22,7	-22,4	∅	-22,4	0,3	0,3
11	-21,3	-20,7	-19,8	-19,9	-21,1	-20,6	0,7	0,6
12	-20,4	-20,6	-19,9	-21,1	-19,6	-20,3	0,6	0,5
13	-22,1	-21,6	-25,5	-18,8	-18,2	-21,2	2,9	2,6
14	-20,6	-21,9	-20,4	-20,7	-18,7	-20,5	1,1	1,0
15	-20,2	-20,8	-19,5	-19,2	-20,2	-20,0	0,6	0,6
16	-18,6	-20,1	-16,5	-17,0	-19,5	-18,3	1,6	1,4
17	-17,1	-18,5	-15,1	-18,1	-21,7	-18,1	2,4	2,1
18	-18,6	-18,5	-19,0	-17,7	-21,6	-19,1	1,5	1,3
19	-17,0	-16,6	-17,8	-19,9	-19,5	-18,2	1,5	1,3
20	-18,9	-19,4	-17,9	-24,9	-22,4	-20,7	2,9	2,5
21	-17,6	-17,7	-18,3	-23,2	-18,5	-19,1	2,3	2,1
22	-18,4	-17,1	-17,0	-17,4	-20,2	-18,0	1,3	1,2
23	-18,4	-17,3	-17,4	-16,7	-19,7	-17,9	1,2	1,0
24	-17,4	-19,3	-19,1	-7,1	-18,4	-16,3	5,2	4,5
25	-17,6	-18,7	-18,6	-16,5	-20,7	-18,4	1,6	1,4
26	-16,3	-19,2	-18,8	-16,2	-17,3	-17,6	1,4	1,2
27	-17,1	-17,8	-17,8	-15,9	-18,1	-17,3	0,9	0,8
28	-17,7	-18,4	-17,1	-16,7	-17,1	-17,4	0,7	0,6
29	-17,5	-16,9	-17,3	-16,4	-17,8	-17,2	0,5	0,5
30	-17,1	-16,5	-18,0	-16,3	-11,4	-15,9	2,6	2,3
31	-17,2	-19,0	-16,4	-18,0	-18,0	-17,7	1,0	0,9
32	-17,7	-19,0	-18,4	-17,4	-18,7	-18,2	0,7	0,6
33	-17,1	-18,5	-18,0	-18,8	-17,1	-17,9	0,8	0,7
34	-18,0	-19,0	-16,5	-17,0	-18,1	-17,7	1,0	0,9
35	-17,6	-19,1	-17,7	-17,5	-19,7	-18,3	1,0	0,9
36	-17,2	-17,4	-19,2	-18,2	-20,6	-18,5	1,4	1,2
37	-17,7	-18,6	-19,2	-18,5	-18,4	-18,5	0,5	0,5
38	-18,1	-18,7	-19,1	-17,8	-18,5	-18,4	0,5	0,4
39	-17,7	-17,8	-17,6	-17,1	-19,0	-17,8	0,7	0,6
40	-17,2	-17,5	-17,8	-16,6	∅	-17,3	0,5	0,5

Annexes

Groupe S15	Ech.V	Ech.W	Ech.X	Ech.Y	Ech.Z	Moyenne	Écart-type	Intervalle de confiance
1	∅	-12,2	-12,8	-14,9	∅	-13,3	1,4	1,6
2	∅	-14,3	-11,3	-16,0	∅	-13,9	2,4	2,7
3	∅	-14,1	-13,2	-13,1	∅	-13,5	0,6	0,6
4	∅	-11,6	-14,9	-14,9	∅	-13,8	1,9	2,2
5	∅	-16,4	-11,4	-14,1	∅	-14,0	2,5	2,8
6	∅	-13,4	-10,7	-15,9	∅	-13,3	2,6	2,9
7	∅	-11,7	-15,1	-14,8	∅	-13,9	1,9	2,1
8	∅	-13,5	-12,7	-13,1	∅	-13,1	0,4	0,5
9	∅	-15,0	-14,5	-13,2	∅	-14,2	0,9	1,1
10	∅	-13,3	-15,0	-14,6	∅	-14,3	0,9	1,0
11	-13,3	-17,5	-15,9	-16,5	-15,9	-15,8	1,6	1,4
12	-12,6	-15,3	-17,2	-16,2	-13,5	-15,0	1,9	1,7
13	-16,5	-17,5	-16,9	-14,6	-12,4	-15,6	2,1	1,8
14	-15,6	-16,6	-16,4	-18,5	-13,8	-16,2	1,7	1,5
15	-13,3	-16,4	-12,6	-14,8	-10,4	-13,5	2,3	2,0
16	-12,2	-9,4	-10,2	-9,7	-12,5	-10,8	1,4	1,3
17	-10,3	-11,1	-11,9	-12,0	-14,3	-11,9	1,5	1,3
18	-12,7	-11,3	-12,4	-13,0	-15,7	-13,0	1,6	1,4
19	-11,3	-10,4	-14,3	-11,8	-13,7	-12,3	1,6	1,4
20	-12,7	-12,0	-11,1	-12,6	-12,3	-12,1	0,6	0,6
21	-10,3	-12,3	-10,2	-11,0	-10,5	-10,9	0,9	0,8
22	-10,0	-10,1	-11,0	-10,4	-13,1	-10,9	1,3	1,1
23	-11,3	-11,4	-3,5	-11,2	-11,5	-9,8	3,5	3,1
24	-13,0	-10,1	-10,8	-9,7	-10,8	-10,9	1,3	1,1
25	-13,5	-10,2	-11,5	-9,6	-10,4	-11,0	1,5	1,3
26	-12,2	-10,3	-10,8	-11,8	-11,0	-11,2	0,8	0,7
27	-10,7	-10,9	-10,6	-10,8	-10,1	-10,6	0,3	0,3
28	-13,5	-14,3	-12,1	-9,9	-11,7	-12,3	1,7	1,5
29	-10,2	-10,3	-10,7	-10,2	-9,9	-10,3	0,3	0,3
30	-9,7	-10,1	-10,3	-11,0	-9,0	-10,0	0,7	0,6
31	-13,0	-11,9	-10,5	-11,8	-12,4	-11,9	0,9	0,8
32	-11,2	-14,2	-10,9	-9,9	-13,1	-11,9	1,7	1,5
33	-10,9	-12,5	-11,2	-11,6	-11,8	-11,6	0,6	0,5
34	-10,8	-11,7	-12,0	-11,9	-11,9	-11,7	0,5	0,4
35	-12,5	-11,4	-10,7	-10,6	-12,0	-11,4	0,8	0,7
36	-12,1	-10,2	-10,8	-10,0	-11,6	-10,9	0,9	0,8
37	-10,4	-10,3	-11,5	-9,9	-10,9	-10,6	0,6	0,5
38	-10,9	-11,1	-11,6	-10,5	-13,1	-11,4	1,0	0,9
39	-10,9	-10,7	-10,3	-10,4	-11,7	-10,8	0,6	0,5
40	-10,8	-10,3	-10,1	-9,7		-10,2	0,5	0,4

Annexe IV - 2 Imagerie MEB des pas de vis implantaire



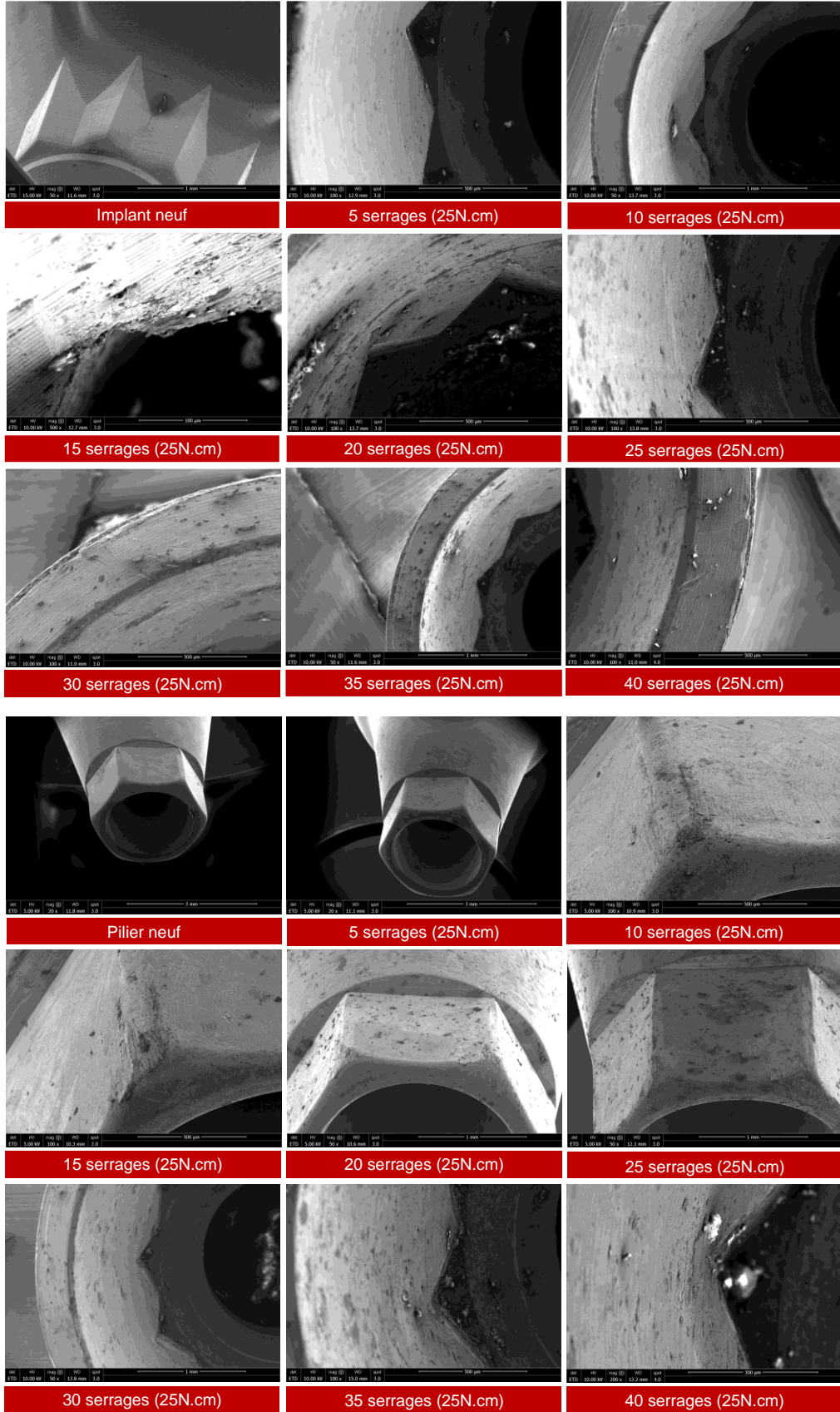
Annexe IV - 3 Interférométrie Laser des vis implantaire

Groupe S25	0	15	20	25	30	35	40
Wa	43,82	46,55	38,73	36,75	45,56	46,49	39,91
Écart-type	4,27	3,32	4,70	7,05	3,27	5,63	6,60
Intervalle de confiance	1,67	1,46	2,06	3,09	1,43	2,47	2,89
Wq	57,33	60,79	52,73	49,04	60,18	61,12	53,43
Écart-type	4,37	3,13	6,09	8,69	2,97	5,52	8,28
Intervalle de confiance	1,71	1,37	2,67	3,81	1,30	2,42	3,63
Wmax	283,64	286,85	277,30	269,30	291,85	295,50	282,50
Écart-type	22,49	10,89	15,45	20,18	12,07	15,29	18,90
Intervalle de confiance	8,82	4,77	6,77	8,84	5,29	6,70	8,28
Wsk	-0,43	-0,48	-0,73	-0,78	-0,38	-0,30	-0,58
Écart-type	0,34	0,16	0,29	0,23	0,23	0,23	0,30
Intervalle de confiance	0,13	0,07	0,13	0,10	0,10	0,10	0,13
Wku	3,12	3,03	3,88	3,97	3,12	3,04	3,62
Écart-type	0,36	0,26	0,53	0,60	0,37	0,47	0,67
Intervalle de confiance	0,14	0,12	0,23	0,26	0,16	0,21	0,29

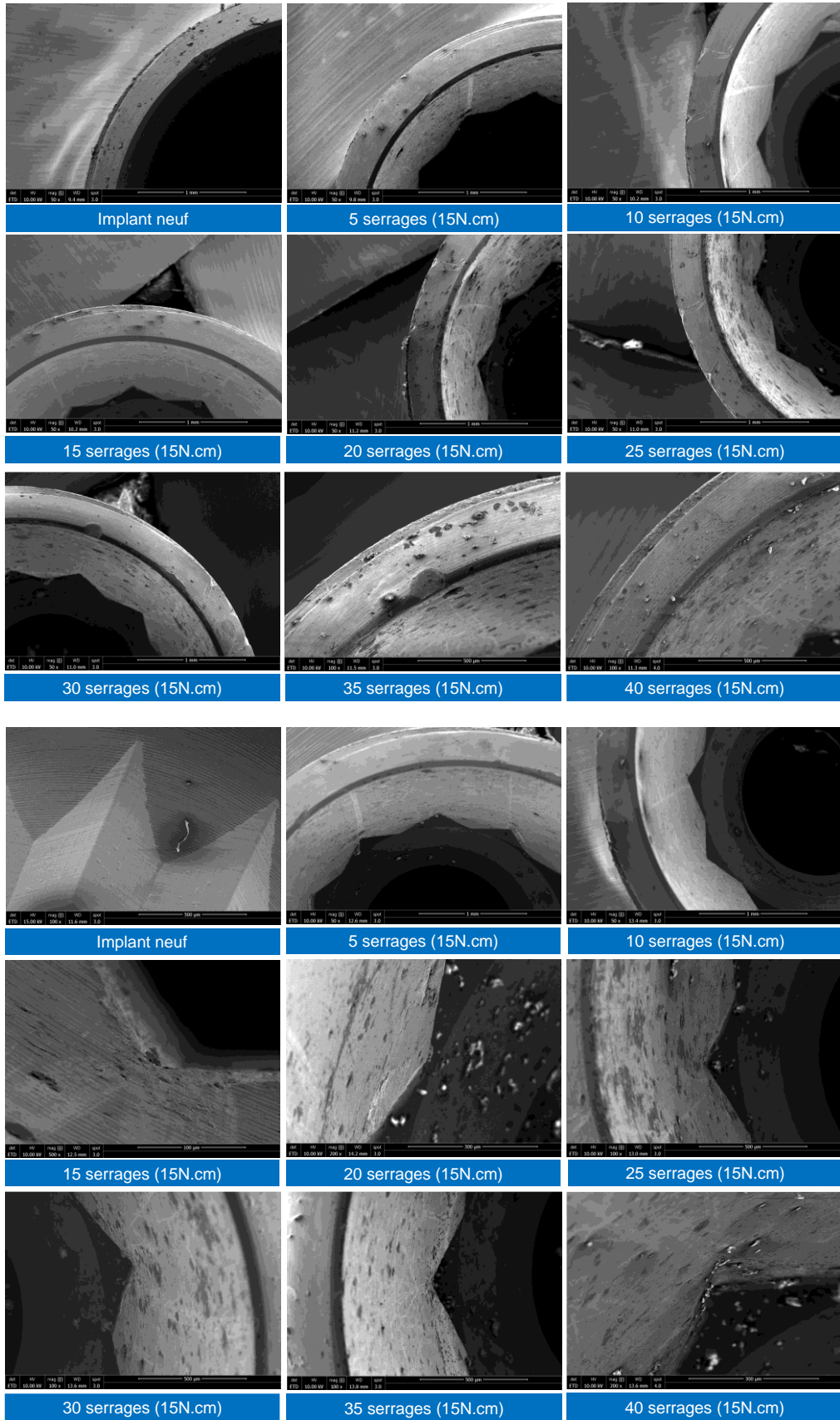
Groupe S15	0	15	20	25	30	35	40
Wa	43,82	47,06	35,56	38,41	44,88	35,47	39,90
Écart-type	4,27	6,58	5,57	6,91	6,22	7,72	8,86
Intervalle de confiance	1,67	2,88	2,44	3,03	2,73	3,38	3,88
Wq	57,33	61,07	48,55	51,62	59,43	47,46	52,93
Écart-type	4,37	7,27	7,46	8,39	6,63	10,05	10,80
Intervalle de confiance	1,71	3,18	3,27	3,68	2,91	4,40	4,73
Wmax	283,64	303,33	266,95	284,20	295,60	265,95	287,70
Écart-type	22,49	14,84	15,18	23,31	30,06	18,71	22,12
Intervalle de confiance	8,82	6,51	6,65	10,21	13,18	8,20	9,70
Wsk	-0,43	-0,20	-0,79	-0,66	-0,38	-0,81	-0,44
Écart-type	0,34	0,28	0,25	0,32	0,52	0,24	0,39
Intervalle de confiance	0,13	0,12	0,11	0,14	0,23	0,11	0,17
Wku	3,12	2,95	4,21	3,86	3,34	3,97	3,60
Écart-type	0,36	0,47	0,68	0,72	0,57	0,69	0,84
Intervalle de confiance	0,14	0,21	0,30	0,32	0,25	0,30	0,37

Annexe IV - 4 Imagerie MEB de la connectique interne des implants

Groupe S25 (serrage à 25 N.cm)

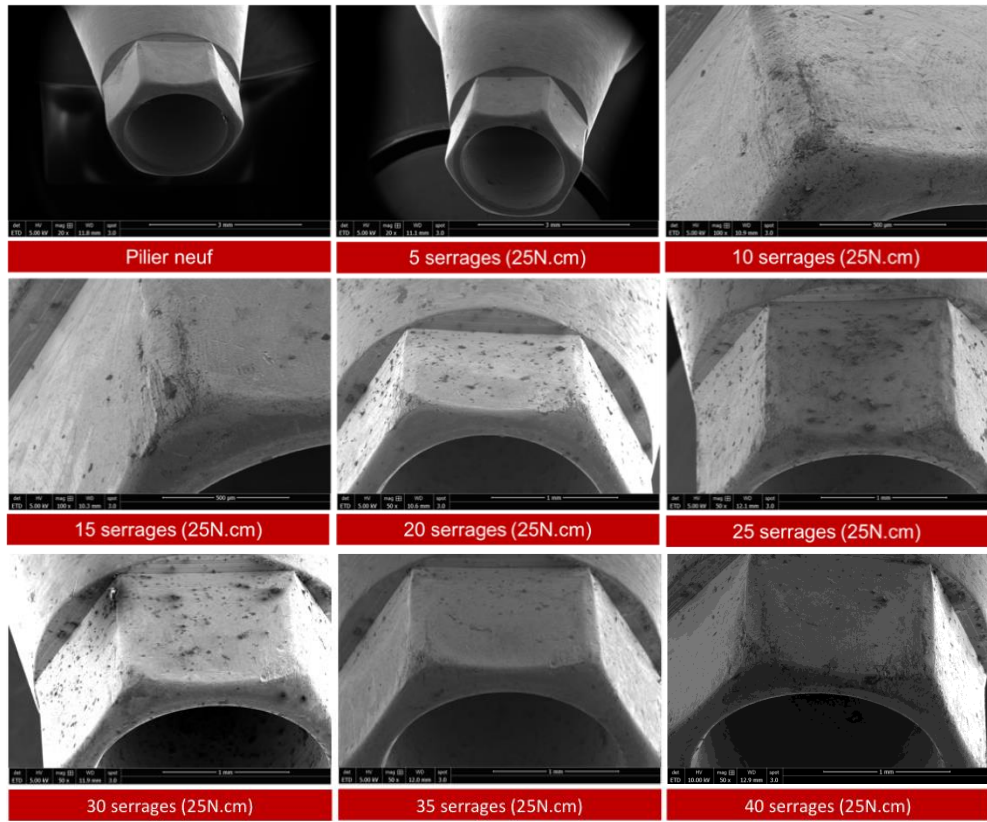


Groupe S15 (serrage à 15 N.cm)

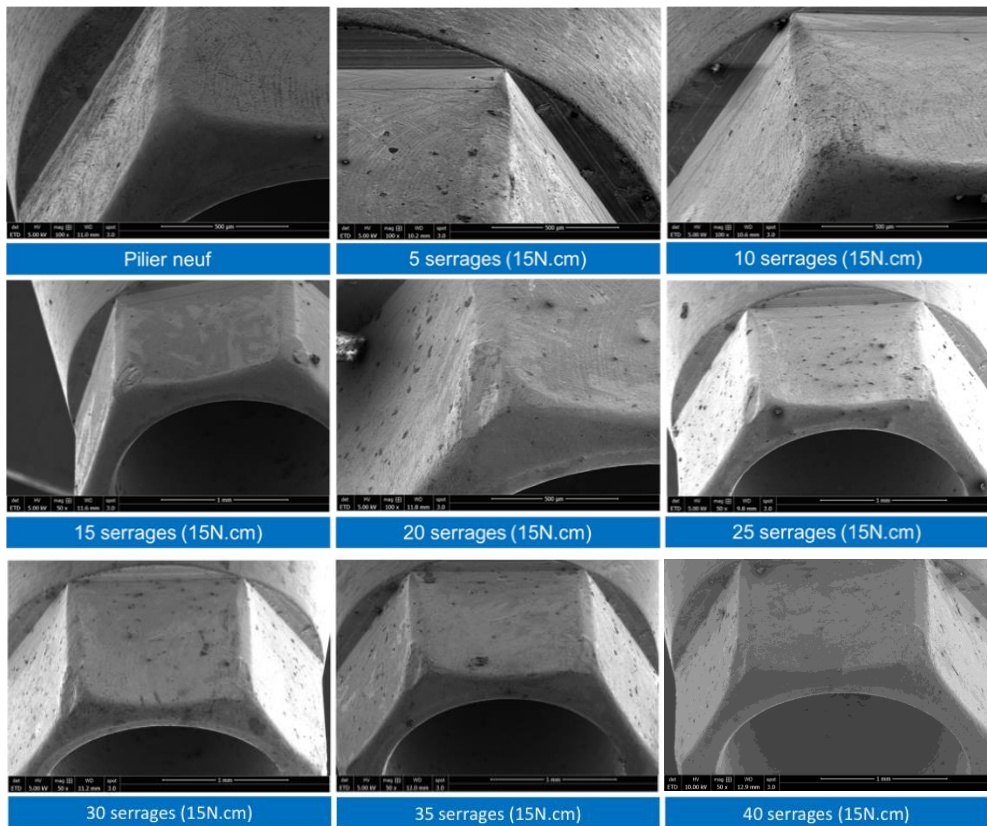


Annexe IV - 5 Imagerie MEB de la connectique des piliers implantaires

Groupe S25 (serrage à 25 N.cm)



Groupe S15 (serrage à 15 N.cm)

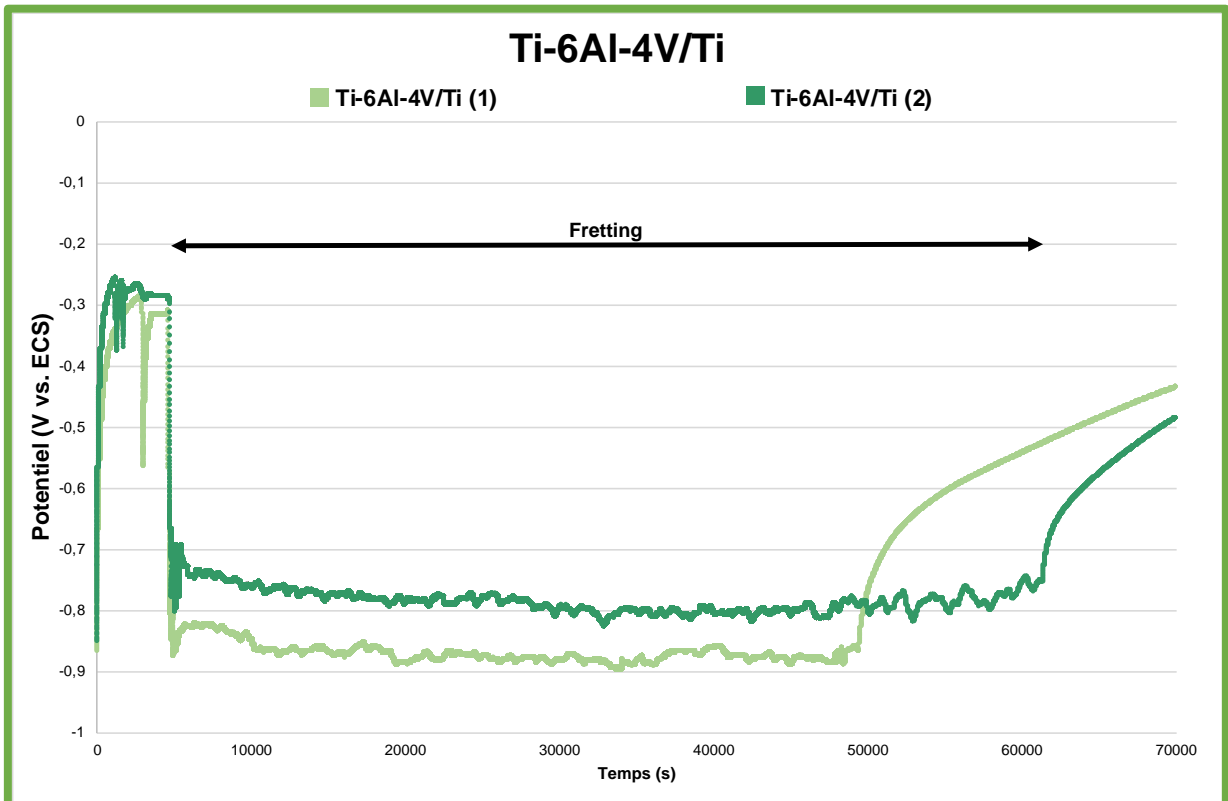
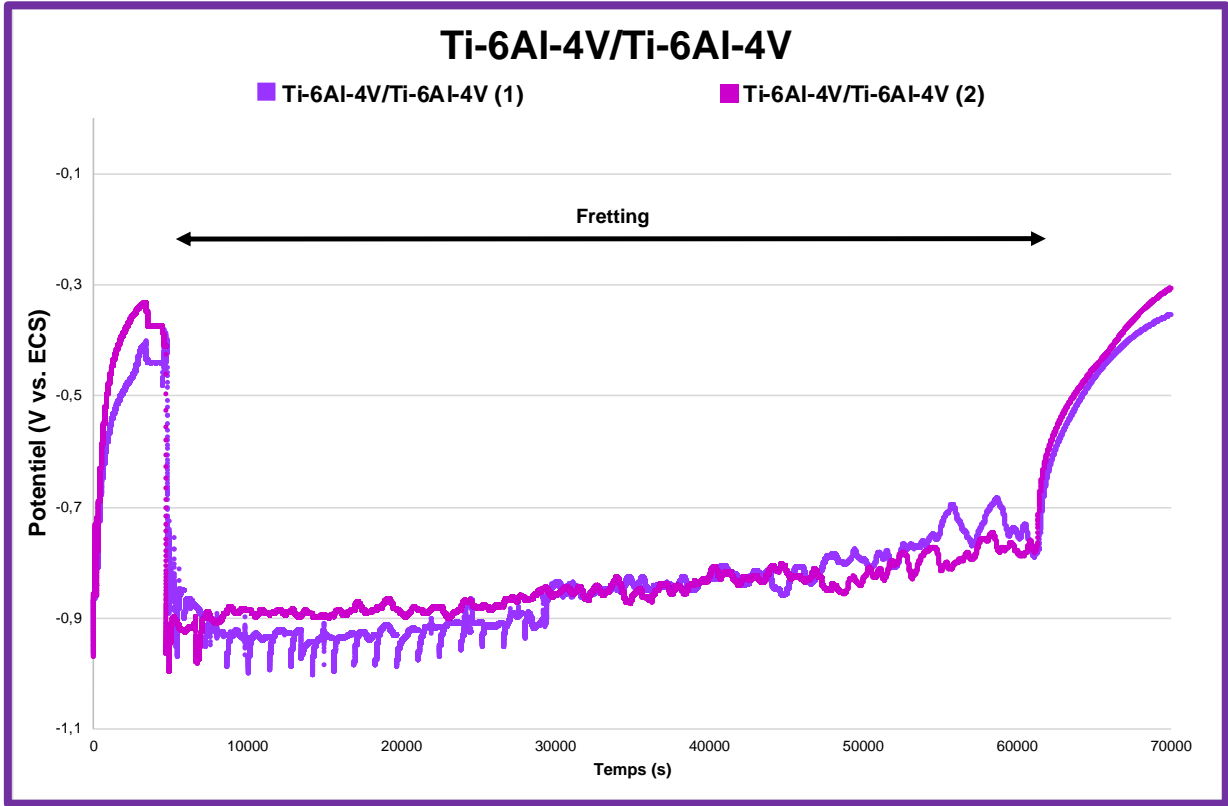


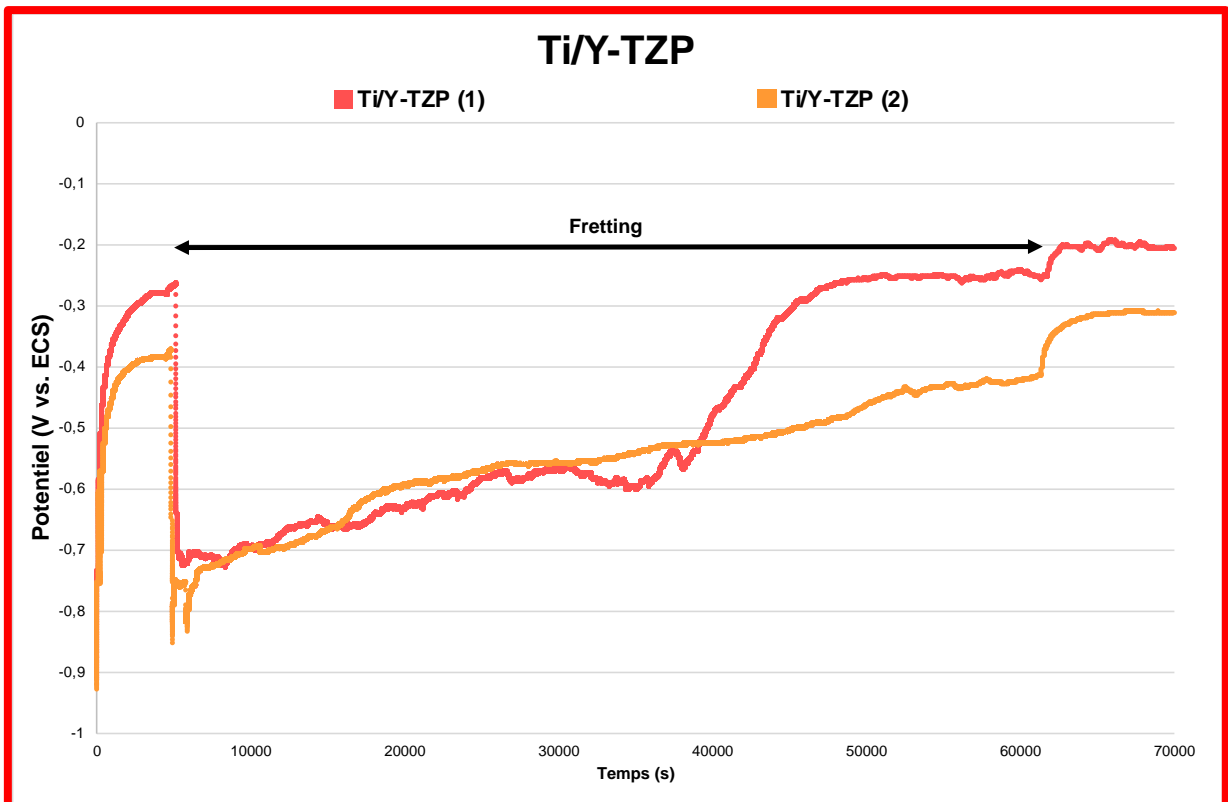
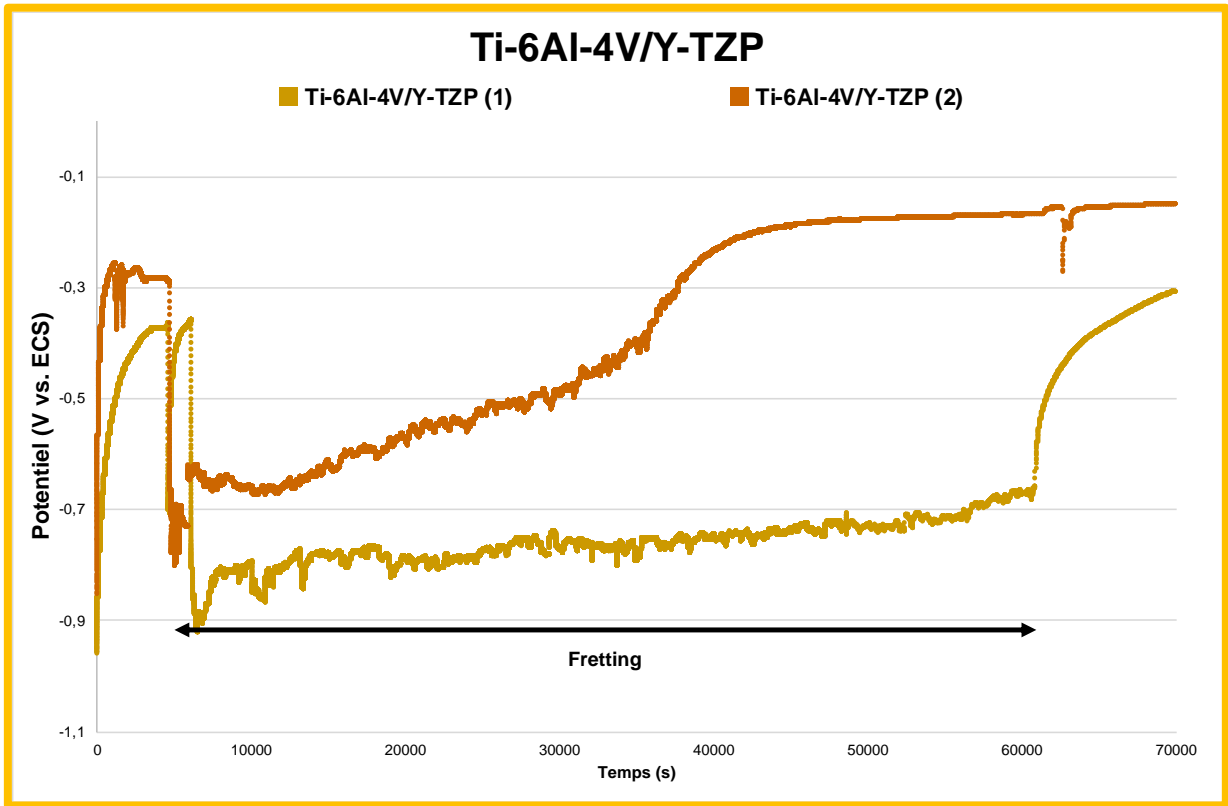
Annexe IV - 6 Microscopie Confocale des piliers implantaires

Groupe S25	0	5	10	15	20	25	30	35	40
Wa	0,21	0,23	0,25	0,24	0,30	0,29	0,26	0,24	0,30
Écart-type	0,02	0,04	0,07	0,05	0,09	0,10	0,10	0,05	0,08
Intervalle de confiance	0,01	0,02	0,03	0,02	0,04	0,05	0,05	0,02	0,04
Wq	0,27	0,30	0,33	0,31	0,44	0,46	0,38	0,36	0,44
Écart-type	0,03	0,05	0,12	0,09	0,17	0,18	0,18	0,09	0,17
Intervalle de confiance	0,02	0,03	0,06	0,04	0,09	0,09	0,09	0,05	0,08
Wmax	2,05	2,30	3,49	2,75	4,71	6,44	4,47	4,93	4,80
Écart-type	0,74	0,88	2,15	1,54	2,11	2,30	2,90	1,99	2,13
Intervalle de confiance	0,48	0,43	1,05	0,76	1,03	1,13	1,42	0,98	1,04
Wsk	-0,29	-0,07	-0,04	0,02	1,13	2,70	0,87	1,51	0,97
Écart-type	0,28	1,23	0,79	1,42	2,26	2,20	2,49	2,01	2,05
Intervalle de confiance	0,18	0,60	0,38	0,70	1,11	1,08	1,22	0,98	1,01
Wku	3,94	6,87	8,04	7,14	13,94	28,84	15,64	21,23	13,00
Écart-type	1,91	13,49	6,55	11,39	19,99	23,48	20,52	18,47	11,64
Intervalle de confiance	1,25	6,61	3,21	5,58	9,79	11,50	10,05	9,05	5,70

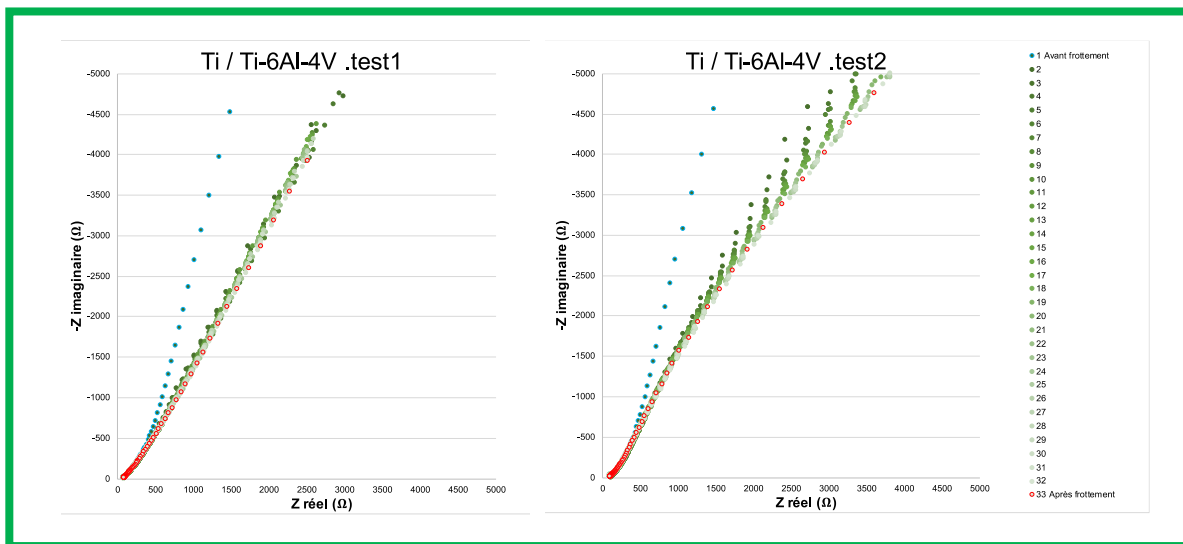
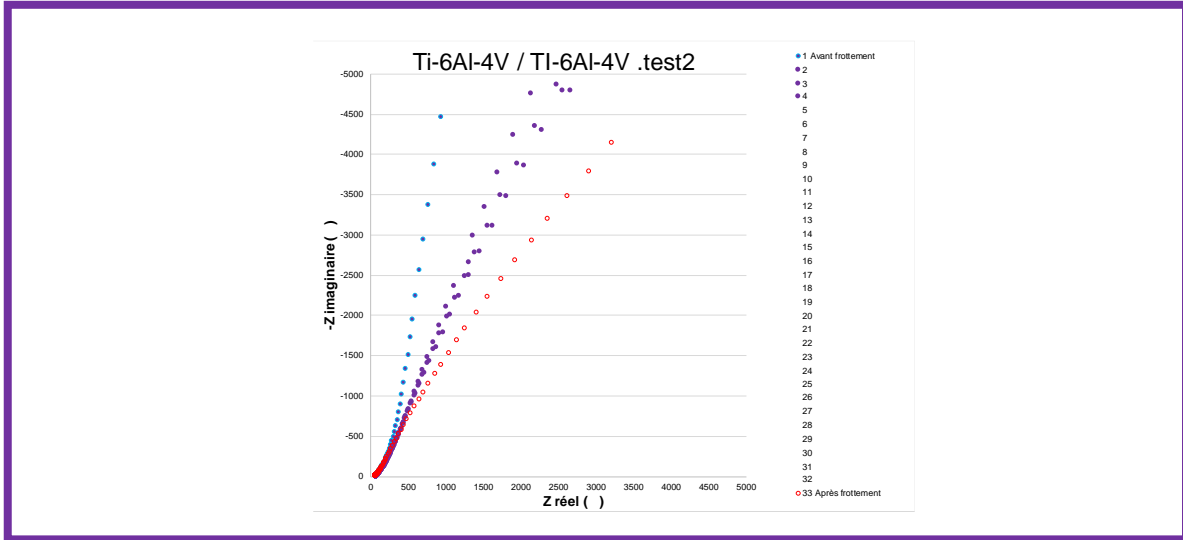
Groupe S15	0	5	10	15	20	25	30	35	40
Wa	0,21	0,26	0,23	0,24	0,30	0,28	0,32	0,27	0,29
Écart-type	0,02	0,07	0,05	0,06	0,09	0,09	0,13	0,08	0,07
Intervalle de confiance	0,01	0,03	0,03	0,03	0,05	0,04	0,06	0,04	0,03
Wq	0,27	0,32	0,30	0,30	0,42	0,38	0,49	0,37	0,39
Écart-type	0,03	0,08	0,07	0,08	0,15	0,14	0,28	0,14	0,09
Intervalle de confiance	0,02	0,04	0,04	0,04	0,07	0,07	0,14	0,07	0,04
Wmax	2,05	2,98	2,62	2,51	4,57	4,68	5,53	4,34	4,35
Écart-type	0,74	1,30	1,14	0,85	2,72	2,61	2,74	2,63	1,99
Intervalle de confiance	0,48	0,64	0,56	0,42	1,33	1,28	1,34	1,29	0,98
Wsk	-0,29	-0,02	-0,11	-0,08	1,10	1,07	0,75	1,05	0,93
Écart-type	0,28	0,56	0,60	0,51	2,76	1,89	1,80	2,02	1,83
Intervalle de confiance	0,18	0,28	0,30	0,25	1,35	0,92	0,88	0,99	0,90
Wku	3,94	6,20	5,08	5,05	17,47	15,81	14,08	16,38	14,70
Écart-type	1,91	6,94	3,13	3,77	32,73	21,79	9,59	25,03	24,73
Intervalle de confiance	1,25	3,40	1,53	1,85	16,04	10,68	4,70	12,26	12,12

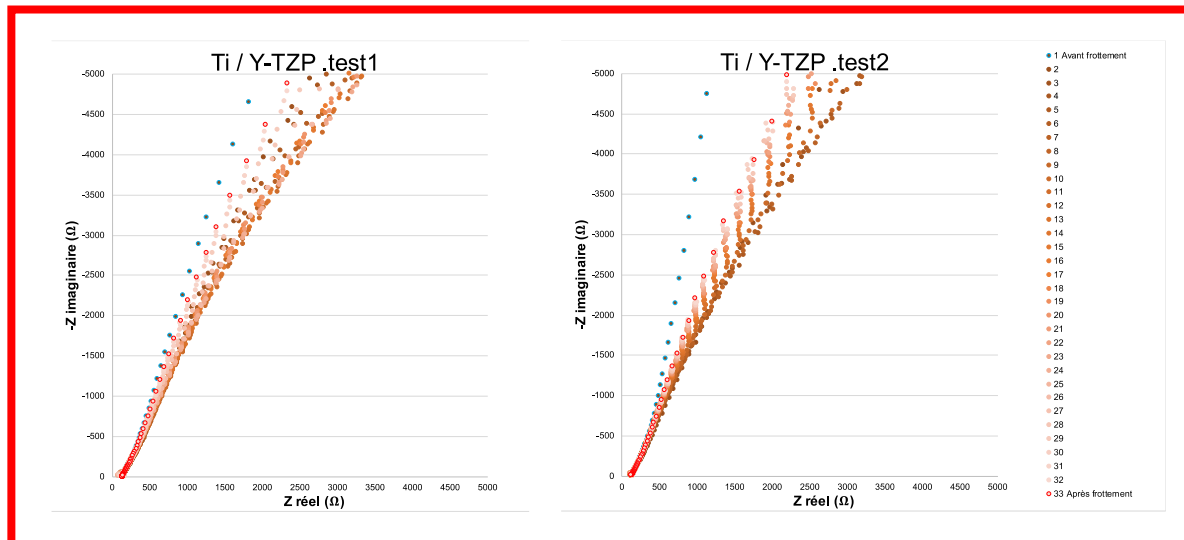
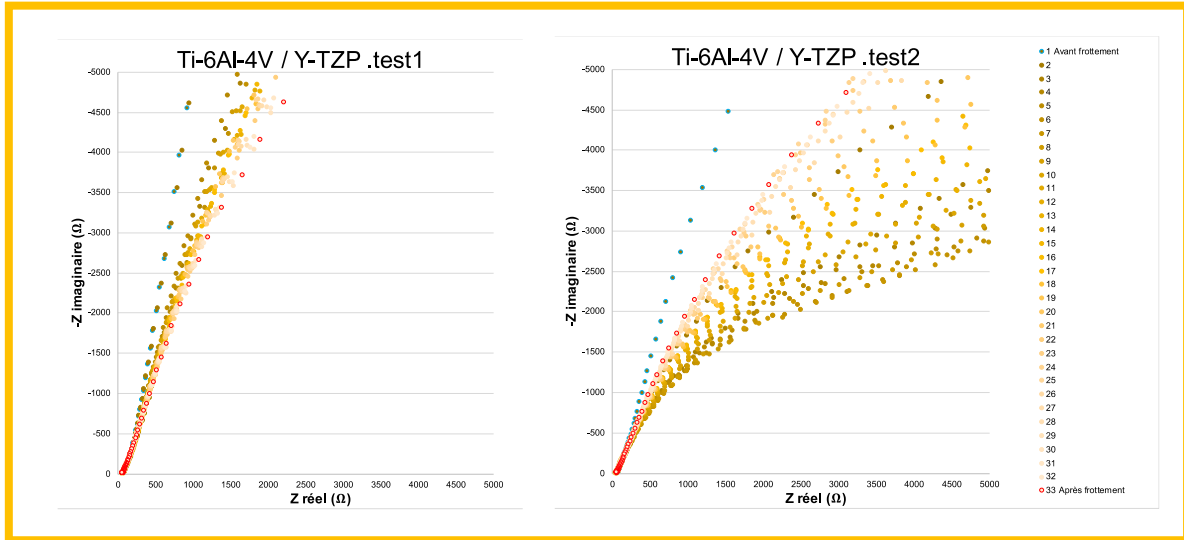
Annexe V - I Potentiel libre de corrosion : OCP





Annexe V - II Spectroscopie d'impédance électrochimique : EIS





Annexe V - III Circuits Électriques Équivalents

	Circuit A				Circuit B					
	R_1 (S.m)	C_2 (F)	R_2 (S.m)	x^2	R_1 (S.m)	Q_2 (F)	R_2 (S.m)	a^2	x^2	x^2/Z
Ti-6Al-4V/										
Ti-6Al-4V										
Avant frottement										
1	80,6	8,99E-05	210704	6,68E+09	82,6	1,10E-04	21061	0,854	4,39E+10	19,07
2	80,6	1,75E-04	5952	2,43E+07	82,6	1,82E-04	5521	0,972	2,28E+07	10,86
3	80,6	1,58E-04	5750	2,80E+07	82,6	1,66E-04	5357	0,970	2,62E+07	10,93
4	80,6	1,52E-04	5474	2,97E+07	82,6	1,60E-04	5105	0,968	2,56E+07	10,84
5	80,6	1,47E-04	5369	3,08E+07	82,6	1,55E-04	5016	0,967	2,85E+07	10,85
6	80,6	1,47E-04	5084	3,03E+07	82,6	1,56E-04	4752	0,966	2,81E+07	10,91
7	80,6	1,44E-04	5066	3,17E+07	82,6	1,44E-04	5085	1,000	3,06E+07	11,00
8	80,6	1,45E-04	4943	3,11E+07	82,6	1,45E-04	4962	1,000	3,09E+07	11,08
9	80,6	1,46E-04	4929	3,04E+07	82,6	1,55E-04	4593	0,963	2,81E+07	10,97
10	80,6	1,40E-04	5046	3,24E+07	82,6	1,49E-04	4703	0,963	2,98E+07	11,00
11	80,6	1,36E-04	4884	3,26E+07	82,6	1,37E-04	4960	1,000	3,22E+07	10,85
12	80,6	1,34E-04	4864	3,31E+07	82,6	1,35E-04	4881	1,000	3,29E+07	10,90
13	80,6	1,33E-04	4852	3,39E+07	82,6	1,43E-04	4540	0,962	3,11E+07	10,77
14	80,6	1,29E-04	4763	1,12E+07	82,6	1,42E-04	4459	0,962	3,05E+07	10,71
15	80,6	1,31E-04	4837	3,40E+07	82,6	1,41E-04	1523	0,961	2,12E+07	10,74
16	80,6	1,29E-04	4771	3,47E+07	82,6	1,28E-04	4788	1,000	3,45E+07	10,86
17	80,6	1,23E-04	4925	3,80E+07	82,6	1,23E-04	4941	1,000	3,78E+07	11,01
18	80,6	1,18E-04	5036	4,00E+07	82,6	1,18E-04	5051	1,000	3,98E+07	10,85
19	80,6	1,17E-04	5094	4,08E+07	82,6	1,27E-04	4773	0,960	3,72E+07	10,67
20	80,6	1,21E-04	4745	3,73E+07	82,6	1,21E-04	4761	1,000	3,71E+07	10,81
21	80,6	1,17E-04	4829	3,90E+07	82,6	1,27E-04	4547	0,961	3,58E+07	10,63
22	80,6	1,22E-04	4470	3,67E+07	82,6	1,32E-04	4213	0,961	3,38E+07	10,76
23	80,6	1,21E-04	4381	3,75E+07	82,6	1,22E-04	4396	1,000	3,73E+07	10,95
24	80,6	1,16E-04	4542	1,93E+07	82,6	1,26E-04	4289	0,961	3,62E+07	10,66
25	80,6	1,10E-04	4644	4,22E+07	82,6	1,11E-04	4659	1,000	4,19E+07	10,75
26	80,6	1,03E-04	4631	4,49E+07	82,6	1,12E-04	4393	0,961	4,12E+07	10,58
27	80,6	1,07E-04	4322	4,17E+07	82,6	1,17E-04	4109	0,962	3,85E+07	10,56
28	80,6	1,05E-04	4388	4,34E+07	82,6	1,15E-04	4167	0,961	4,00E+07	10,62
29	80,6	1,02E-04	4494	4,50E+07	82,6	1,02E-04	4508	1,000	4,48E+07	10,61
30	80,6	1,04E-04	4351	4,31E+07	82,6	1,13E-04	4140	0,962	3,98E+07	10,63
31	80,6	1,03E-04	4243	4,13E+07	82,6	1,12E-04	4049	0,963	3,82E+07	10,53
Après frottement										
	80,6	1,09E-04	3775	3,85E+07	82,6	1,19E-04	3604	0,962	3,68E+06	10,76

	Circuit A R_1+R_2/C_2				Circuit B R_1+O_2/C_2				
	R_1 (S.m)	C_2 (F)	R_2 (S.m)	x^2/Z	R_1 (S.m)	O_2 (F)	R_2 (S.m)	a^2	x^2/Z
Ti-6Al-4V									
Ti									
Avant frottement	127,9	8,20E-05	104220	14,59	128,6	8,30E-05	95548	0,945	14,04
1	127,9	1,06E-04	6314	11,52	128,6	1,10E-04	6062	0,979	11,51
2	127,9	1,05E-04	5790	11,65	128,6	1,09E-04	5565	0,978	11,64
3	127,9	1,05E-04	5470	11,60	128,6	1,10E-04	5267	0,978	11,59
4	127,9	1,06E-04	5258	11,59	128,6	1,10E-04	5072	0,978	11,59
5	127,9	1,08E-04	4954	11,56	128,6	1,09E-04	4846	0,989	11,57
6	127,9	1,10E-04	5087	11,58	128,6	1,15E-04	4899	0,977	11,58
7	127,9	1,10E-04	4917	11,70	128,6	1,13E-04	4845	0,987	11,72
8	127,9	1,08E-04	4986	11,58	128,6	1,14E-04	4795	0,975	11,58
9	127,9	1,10E-04	4888	11,66	128,6	1,15E-04	4697	0,975	11,66
10	127,9	1,10E-04	4967	11,65	128,6	1,14E-04	4764	0,974	11,65
11	127,9	1,08E-04	4945	11,66	128,6	1,12E-04	4855	0,985	11,68
12	127,9	1,10E-04	4682	11,65	128,6	1,12E-04	4574	0,988	11,68
13	127,9	1,08E-04	4892	11,69	128,6	1,14E-04	4680	0,972	11,70
14	127,9	1,08E-04	4855	11,79	128,6	1,14E-04	4637	0,971	11,79
15	127,9	1,08E-04	4848	11,80	128,6	1,14E-04	4626	0,970	11,81
16	127,9	1,10E-04	4747	11,85	128,6	1,16E-04	4527	0,970	11,86
17	127,9	1,10E-04	4689	11,82	128,6	1,17E-04	4471	0,969	11,83
18	127,9	1,11E-04	4646	11,82	128,6	1,18E-04	4425	0,969	11,84
19	127,9	1,11E-04	4656	11,80	128,6	1,18E-04	4433	0,969	11,81
20	127,9	1,12E-04	4534	11,99	128,6	1,19E-04	4314	0,968	12,01
21	127,9	1,12E-04	4297	12,00	128,6	1,20E-04	4088	0,968	12,02
22	127,9	1,12E-04	4288	11,64	128,6	1,20E-04	4119	0,967	11,90
23	127,9	1,11E-04	4329	12,08	128,6	1,14E-04	4218	0,986	12,14
24	127,9	1,10E-04	4418	12,10	128,6	1,17E-04	4197	0,966	12,12
25	127,9	1,09E-04	4382	12,18	128,6	1,16E-04	4157	0,966	12,20
26	127,9	1,08E-04	4427	12,18	128,6	1,16E-04	4197	0,966	12,20
27	127,9	1,09E-04	4341	12,24	128,6	1,17E-04	4115	0,965	12,21
28	127,9	1,10E-04	4310	12,20	128,6	1,13E-04	4190	0,985	12,26
29	127,9	1,08E-04	4378	12,16	128,6	1,16E-04	4147	0,965	12,18
30	127,9	1,09E-04	4256	12,05	128,6	1,14E-04	4169	0,981	12,10
31	127,9	1,09E-04	4175	12,04	128,6	1,17E-04	3962	0,965	12,05
Après frottement	127,9	1,07E-04	4394	11,92	128,6	1,15E-04	4173	0,965	11,93

	Circuit A R ₁ +R ₂ /C ₂					Circuit B R ₁ +O ₂ /C ₂					
	R ₁ (S.m)	C ₂ (F)	R ₂ (S.m)	x ²	x ² /Z	R ₁ (S.m)	O ₂ (F)	R ₂ (S.m)	a ²	x ²	x ² /Z
Ti-6Al-4V/ Y-TZP											
Avant frottement											
1	74,9	3,83E-05	184579	1,74E+10	9,79	76,0	3,91E-05	164094	0,971	9,82E+09	9,13
2	74,9	3,41E-05	45025	2,85E+08	7,50	76,0	3,41E-05	45046	1,000	2,85E+08	7,43
3	74,9	5,08E-05	12503	1,01E+08	7,96	76,0	5,58E-05	11119	0,961	8,76E+07	7,73
4	74,9	4,33E-05	15180	1,25E+08	7,67	76,0	4,78E-05	13297	0,961	1,01E+08	7,42
5	74,9	4,14E-05	14985	1,21E+08	7,30	76,0	4,14E-05	14994	1,000	1,21E+08	7,25
6	74,9	4,49E-05	12085	1,02E+08	7,47	76,0	4,78E-05	10826	0,976	8,46E+07	7,35
7	74,9	4,01E-05	13220	1,20E+08	7,32	76,0	4,28E-05	11924	0,976	9,67E+07	7,13
8	74,9	3,94E-05	13434	1,27E+08	7,42	76,0	3,94E-05	13440	1,000	1,27E+08	7,39
9	74,9	3,91E-05	13132	1,36E+08	7,42	76,0	4,38E-05	11886	0,959	1,09E+08	7,30
10	74,9	3,88E-05	13047	1,43E+08	7,45	76,0	4,18E-05	12914	0,973	1,41E+08	7,35
11	74,9	3,82E-05	12645	1,43E+08	7,39	76,0	3,82E-05	12651	1,000	1,43E+08	7,38
12	74,9	4,03E-05	12271	1,39E+08	7,58	76,0	4,26E-05	12199	0,979	1,35E+08	7,50
13	74,9	3,97E-05	11680	1,41E+08	7,66	76,0	4,22E-05	11606	0,978	1,37E+08	7,58
14	74,9	4,06E-05	12235	1,50E+08	7,82	76,0	4,06E-05	12241	1,000	1,50E+08	7,83
15	74,9	3,99E-05	12492	1,53E+08	7,72	76,0	3,99E-05	12499	1,000	1,53E+08	7,72
16	74,9	3,83E-05	12717	1,65E+08	7,82	76,0	4,14E-05	12623	0,976	1,60E+08	7,74
17	74,9	3,89E-05	12835	1,77E+08	8,01	76,0	4,18E-05	12727	0,974	1,70E+08	7,91
18	74,9	3,78E-05	12303	1,75E+08	7,89	76,0	4,08E-05	11417	0,974	1,49E+08	7,72
19	74,9	3,90E-05	13009	1,82E+08	8,01	76,0	4,20E-05	12886	0,973	1,74E+08	7,89
20	74,9	3,82E-05	13062	2,00E+08	8,06	76,0	3,82E-05	13070	1,000	1,99E+08	8,09
21	74,9	3,90E-05	12430	2,08E+08	8,33	76,0	3,90E-05	12437	1,000	2,07E+08	8,36
22	74,9	4,02E-05	12631	2,24E+08	8,57	76,0	4,02E-05	12639	1,000	2,24E+08	8,59
23	74,9	3,99E-05	13512	2,41E+08	8,57	76,0	4,67E-05	12402	0,940	1,94E+08	8,17
24	74,9	3,98E-05	14037	2,55E+08	8,65	76,0	4,28E-05	13120	0,973	2,28E+08	8,48
25	74,9	3,99E-05	14287	2,48E+08	8,59	76,0	4,36E-05	13999	0,967	2,25E+08	8,38
26	74,9	3,85E-05	13585	2,41E+08	8,54	76,0	3,92E-05	13594	1,000	2,41E+08	8,57
27	74,9	3,77E-05	12865	2,30E+08	8,59	76,0	3,85E-05	12873	1,000	2,29E+08	8,63
28	74,9	3,70E-05	13130	2,41E+08	8,53	76,0	4,10E-05	12910	0,969	2,22E+08	8,36
29	74,9	3,74E-05	12880	2,40E+08	8,49	76,0	4,05E-05	12658	0,970	2,20E+08	8,32
30	74,9	3,70E-05	12488	2,40E+08	8,47	76,0	3,70E-05	12496	1,000	2,40E+08	8,49
31	74,9	3,60E-05	13035	2,45E+08	8,40	76,0	4,20E-05	12104	0,943	1,98E+08	8,03
Après frottement											
	74,9	3,63E-05	12844	2,48E+08	8,48	76,0	3,95E-05	12181	0,972	2,23E+08	8,29
	74,9	3,47E-05	12691	2,51E+08	8,34	76,0	3,47E-05	12698	1,000	2,51E+08	8,35

Annexes

Ti/ Y-TZP	Circuit A					Circuit B					
	R_1 (S/m)	C_2 (F)	R_2 (S/m)	x^2	x^2/Z	R_1 (S/m)	O_2 (F)	R_2 (S/m)	a^2	x^2	x^2/Z
avant frottement	154,2	4,80E-05	329494	3,60E+10	11,88	155,4	5,22E-05	302060	0,952	3,02E+10	11,17
1	154,2	7,15E-05	10733	1,24E+08	8,31	155,4	7,45E-05	10299	0,977	1,16E+08	8,22
2	154,2	6,01E-05	11033	1,68E+08	8,06	155,4	6,23E-05	10659	0,984	1,64E+08	7,99
3	154,2	5,97E-05	10286	1,62E+08	8,15	155,4	6,25E-05	9974	0,975	1,48E+08	8,02
4	154,2	5,72E-05	10373	1,67E+08	8,31	155,4	6,22E-05	9734	0,959	1,50E+08	8,17
5	154,2	5,64E-05	9835	1,66E+08	8,23	155,4	5,93E-05	9529	0,974	1,52E+08	8,11
6	154,2	5,38E-05	9791	1,72E+08	8,20	155,4	5,64E-05	9516	0,981	1,67E+08	8,15
7	154,2	5,26E-05	9922	1,77E+08	8,14	155,4	5,52E-05	9651	0,981	4,88E+07	8,09
8	154,2	5,23E-05	9927	1,80E+08	8,11	155,4	5,51E-05	9676	0,981	1,75E+08	8,06
9	154,2	5,18E-05	9968	1,88E+08	8,15	155,4	5,72E-05	9366	0,954	1,65E+08	7,99
10	154,2	5,01E-05	10573	2,03E+08	8,12	155,4	5,56E-05	9915	0,953	1,77E+08	7,95
11	154,2	4,93E-05	10868	2,11E+08	8,20	155,4	5,47E-05	10183	0,953	1,83E+08	8,03
12	154,2	4,87E-05	11017	2,18E+08	8,08	155,4	4,88E-05	11024	1,000	2,18E+08	8,10
13	154,2	4,79E-05	11478	2,25E+08	8,14	155,4	5,09E-05	11171	0,978	2,18E+08	8,09
14	154,2	4,80E-05	11685	2,31E+08	8,09	155,4	5,34E-05	10915	0,951	1,97E+08	7,91
15	154,2	4,66E-05	12319	2,43E+08	8,18	155,4	4,66E-05	12327	1,000	2,43E+08	8,21
16	154,2	4,60E-05	12648	2,53E+08	8,27	155,4	4,89E-05	12321	0,978	2,45E+08	8,24
17	154,2	4,61E-05	11761	2,52E+08	8,01	155,4	4,90E-05	12374	0,978	2,44E+08	7,95
18	154,2	4,53E-05	12921	2,61E+08	8,43	155,4	5,06E-05	12038	0,951	2,20E+08	8,25
19	154,2	4,52E-05	13270	2,62E+08	8,00	155,4	4,80E-05	12949	0,978	2,54E+08	7,95
20	154,2	4,54E-05	13206	2,65E+08	8,03	155,4	4,82E-05	12915	0,978	2,58E+08	7,98
21	154,2	4,58E-05	12936	2,68E+08	8,08	155,4	4,59E-05	12943	1,000	2,68E+08	8,10
22	154,2	4,60E-05	13026	2,76E+08	8,07	155,4	5,11E-05	12138	0,952	2,31E+08	7,86
23	154,2	4,54E-05	13364	2,87E+08	8,36	155,4	4,54E-05	13371	1,000	2,87E+08	8,38
24	154,2	4,40E-05	14074	3,04E+08	8,22	155,4	4,67E-05	13768	0,978	2,95E+08	8,16
25	154,2	4,39E-05	14104	3,07E+08	8,06	155,4	4,65E-05	13805	0,979	2,98E+08	7,99
26	154,2	4,26E-05	15018	3,28E+08	8,25	155,4	4,50E-05	14316	0,972	2,84E+08	8,09
27	154,2	4,20E-05	15721	3,44E+08	8,09	155,4	4,71E-05	14540	0,948	2,82E+08	7,82
28	154,2	4,11E-05	16414	3,62E+08	8,10	155,4	4,35E-05	15690	0,972	3,15E+08	7,93
29	154,2	4,03E-05	17172	3,78E+08	8,14	155,4	4,26E-05	16418	0,972	3,30E+08	7,97
30	154,2	3,97E-05	17664	3,93E+08	8,06	155,4	3,97E-05	17674	1,000	3,93E+08	8,05
31	154,2	3,92E-05	18213	4,05E+08	8,14	155,4	4,17E-05	17592	0,975	3,80E+08	8,01
après frottement	154,2	3,89E-05	18764	4,14E+08	8,00	155,4	3,89E-05	18774	1,000	4,14E+08	7,99

Annexe V - IV Calcul de la résistance théorique de la salive humaine

La conductance électrique, qui représente la capacité d'un corps à laisser passer un courant, est l'inverse de la résistance :

$$G = \frac{1}{R} \quad (2)$$

Avec G = conductance électrique (S)
 R = résistance (Ω)

▪ **Calcul de la conductivité de la salive humaine**

$$\sigma = \sum \lambda_i \cdot [x_i] \quad (3)$$

Avec σ = Conductivité de la solution ($S.m^{-1}$)
 λ_i = Conductivité molaire ionique d'un ion en solution ($S.m^2.mol^{-1}$)
 x_i = Concentration en ion ($mol.m^{-3}$)

Ion	Salive Non-stimulée ($mol.m^{-3}$)	Salive Stimulée ($mol.m^{-3}$)	Plasma ($mol.m^{-3}$)	Conductivité molaire ionique à 25°C ($mS.m^2.mol^{-1}$)	Masse molaire ($g.mol^{-1}$)
Na ⁺	2,7	54,8	143,3	5,01	23
K ⁺	46,3	18,7	4,1	7,35	39,1
Cl ⁻	31,5	35,9	100,9	7,63	35,5
HCO ₃ ⁻	0,6	29,7	27,5	34,98	29

Tableau annexes-1 Tableau présentant les principaux ions contenus dans la salive humaine

$$\sigma_{\text{salive}} = (2,7 \times 5,01) + (46,3 \times 7,35) + (31,5 \times 7,63) + (0,6 \times 34,98) = 616 \text{ mS.m}^{-1}$$

▪ **Calcul de la conductance de la salive humaine**

$$G = \sigma \cdot \frac{S}{l} \quad (4)$$

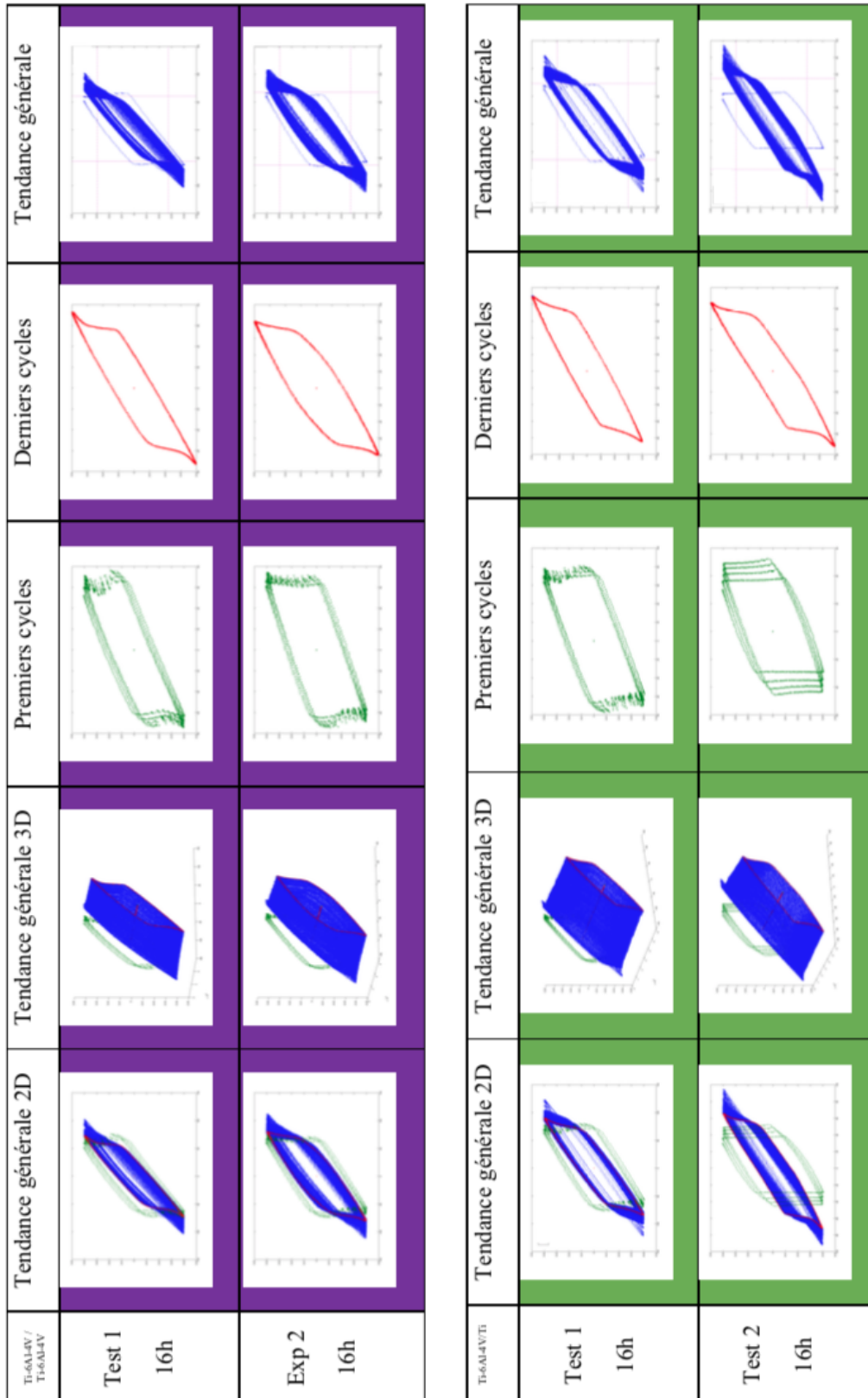
Avec S = surface des électrodes (m^2)
 l = distance entre les électrode (m)

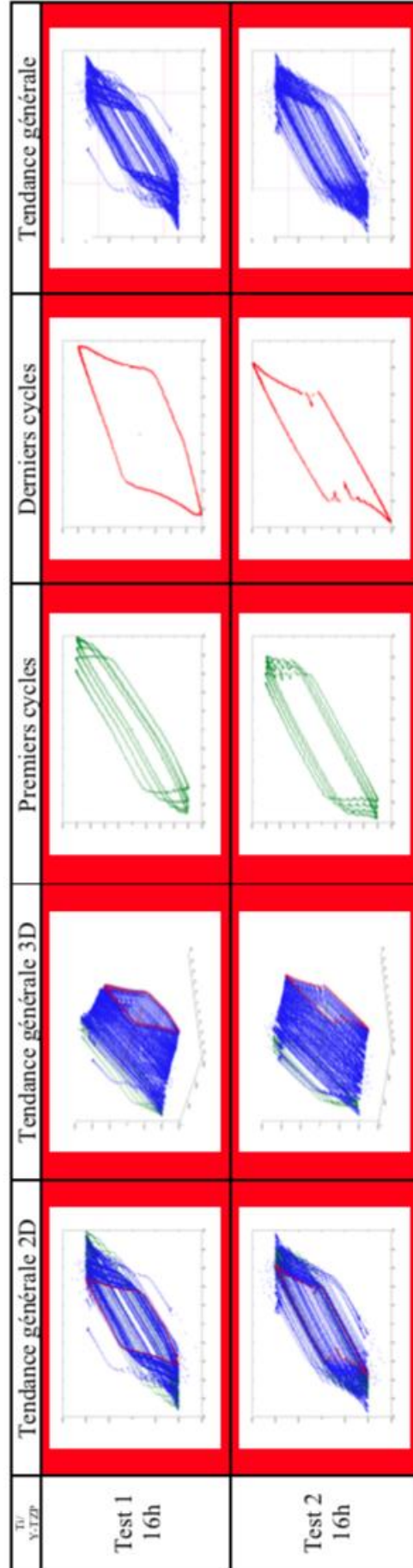
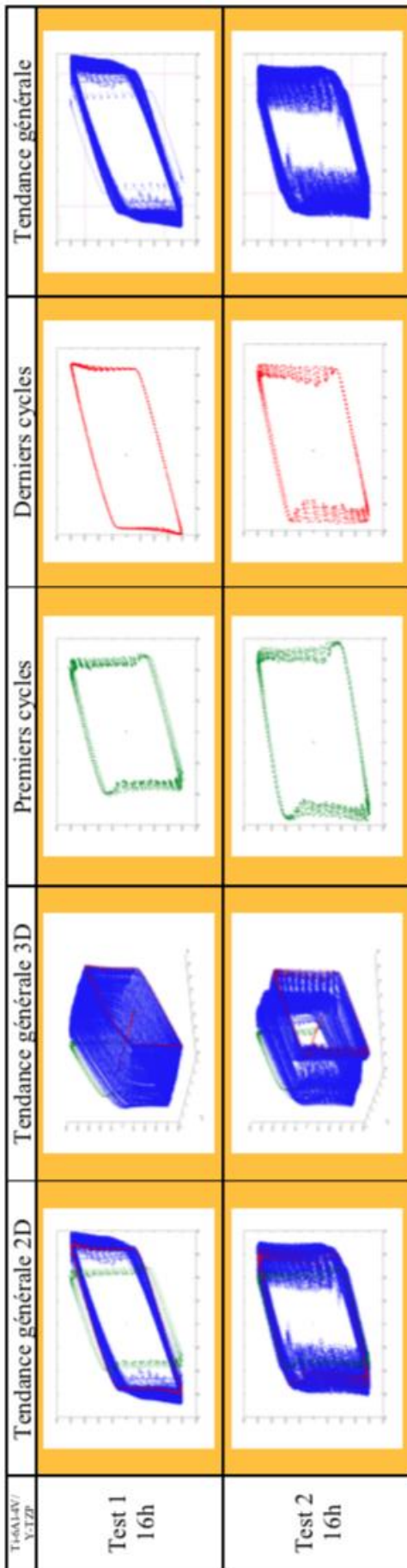
$$G_{\text{salive}} = 6,16 \cdot 10^{-3} \times \frac{1 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^{-3}} = 6,16 \cdot 10^{-3}$$

▪ **Calcul de la résistance de la salive humaine**


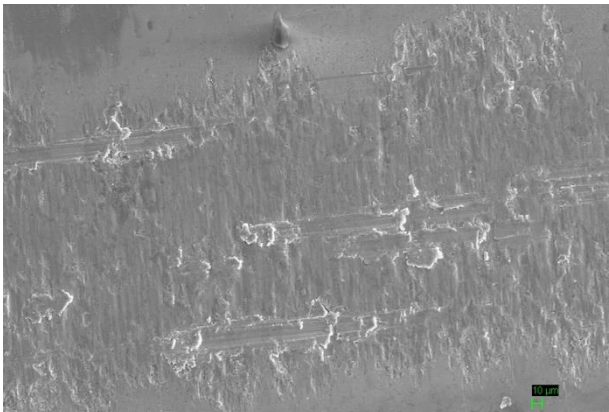
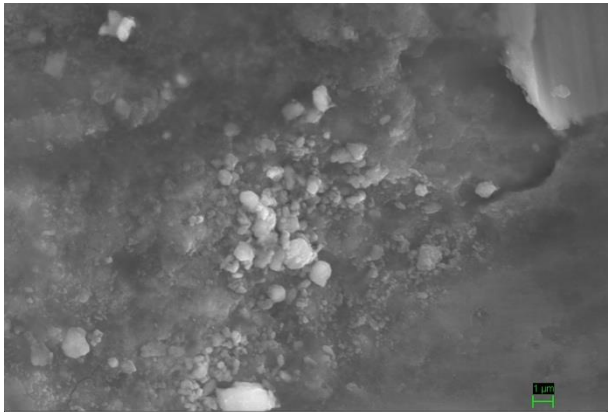

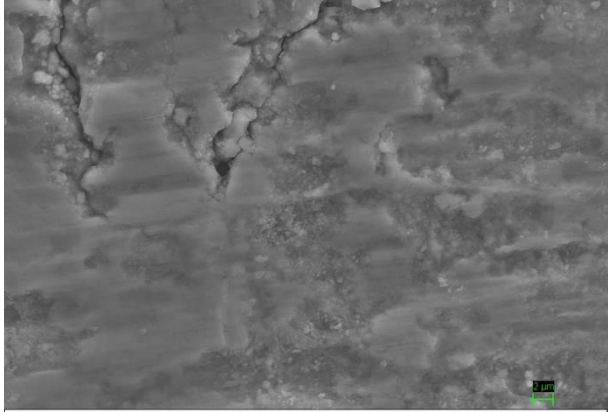
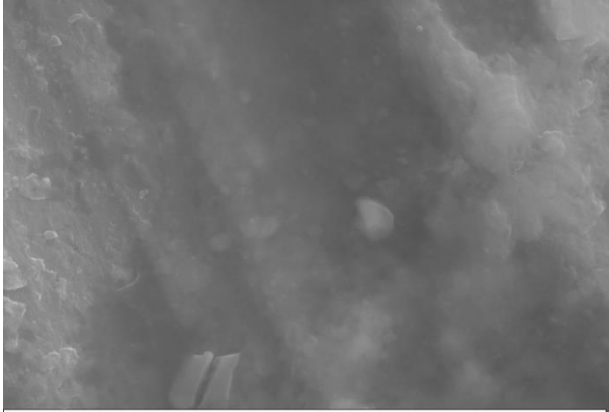
$$R_{\text{salive}} = \frac{1}{6,16 \cdot 10^{-3}} = \boxed{162 \Omega}$$

Annexe V - V Analyses des boucles de frottement issues des expérimentations de fretting-corrosion

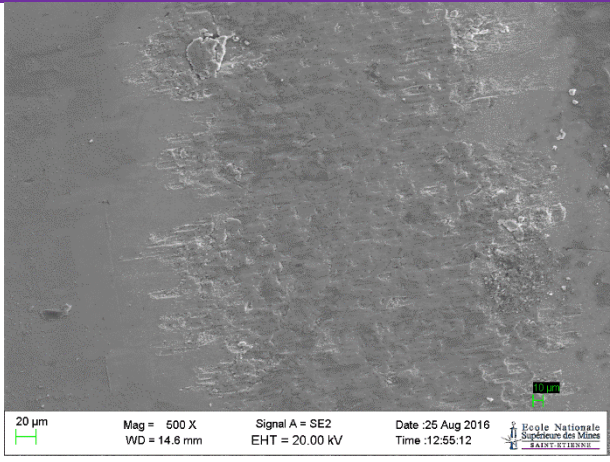
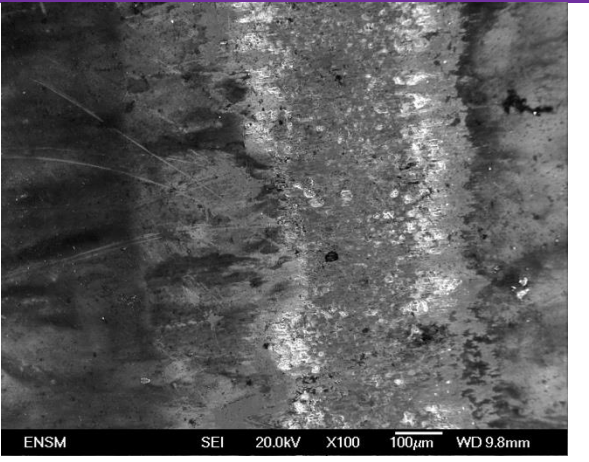
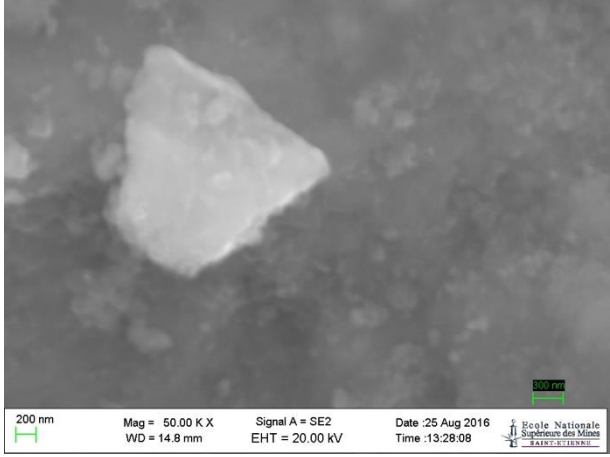
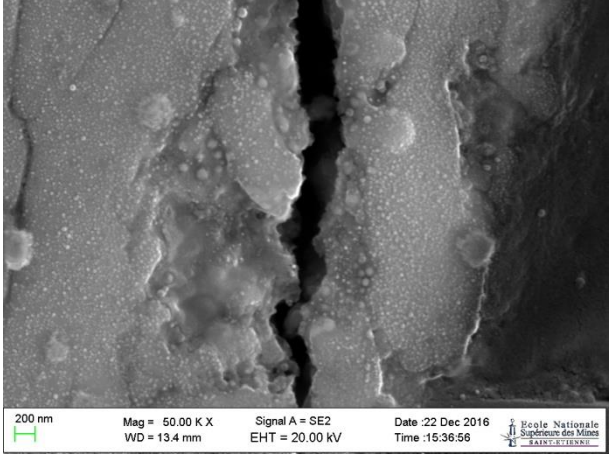
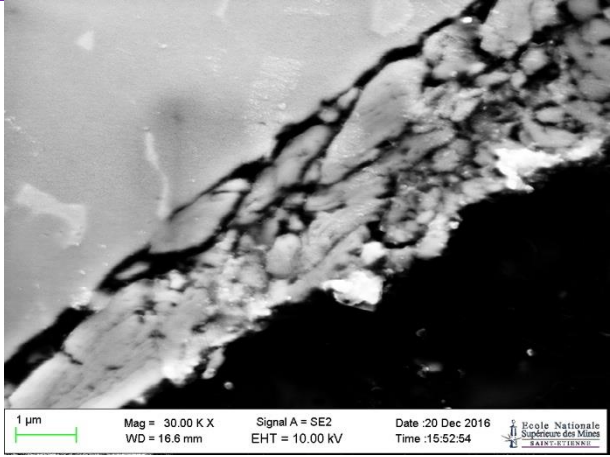
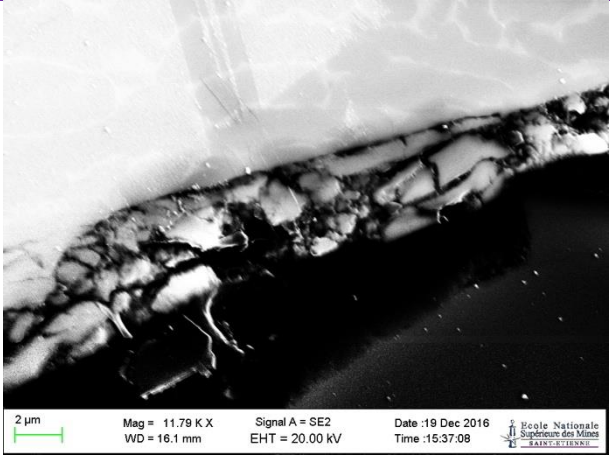




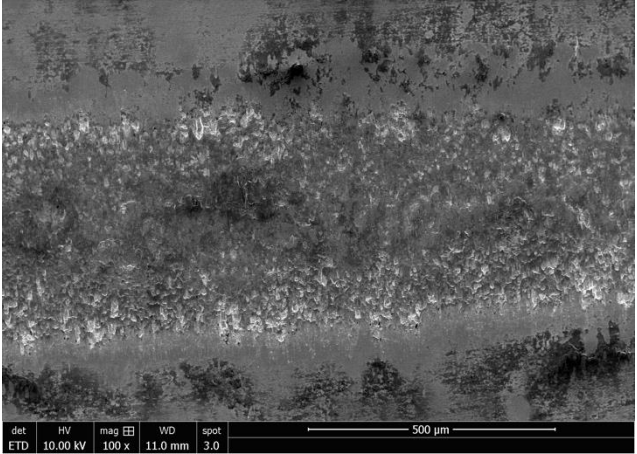
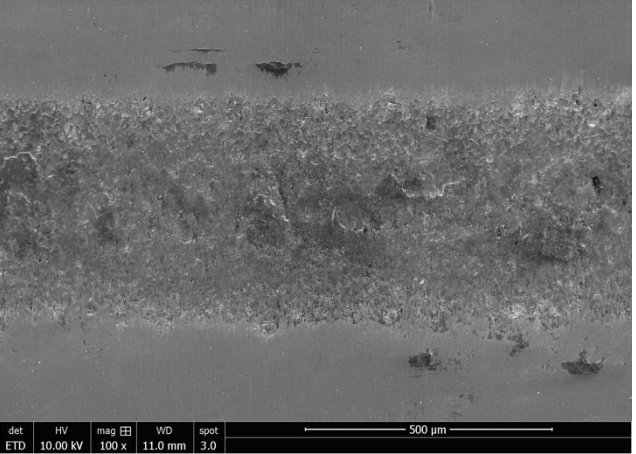
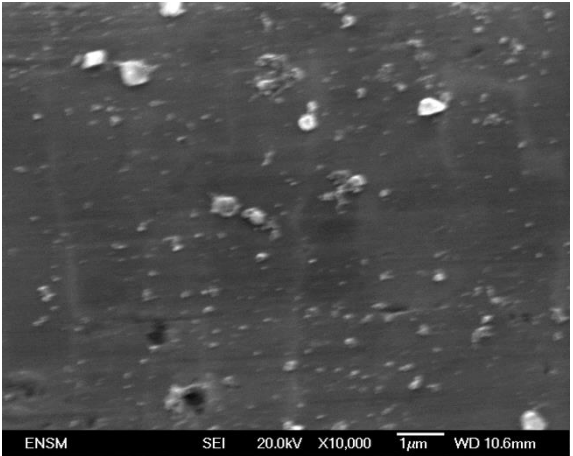
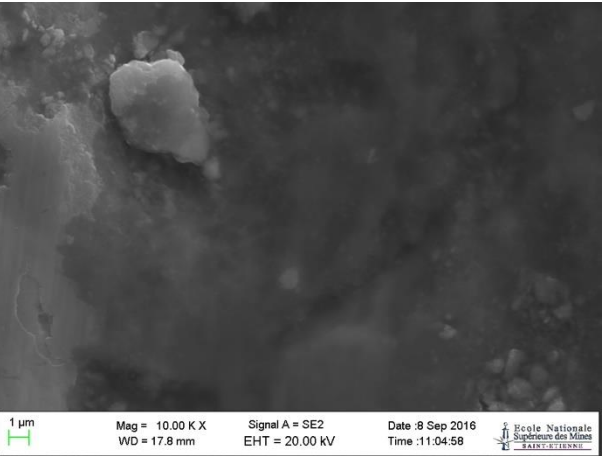
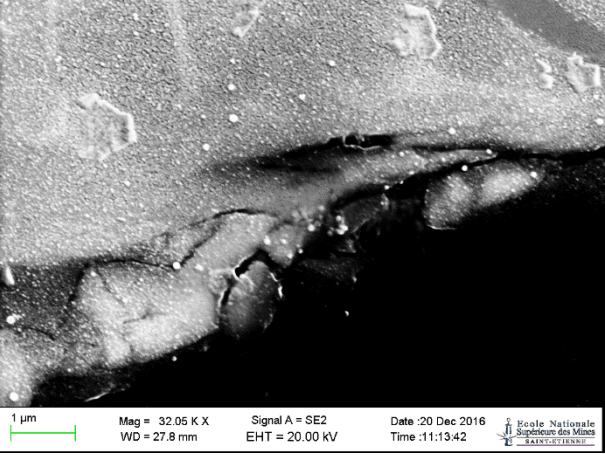
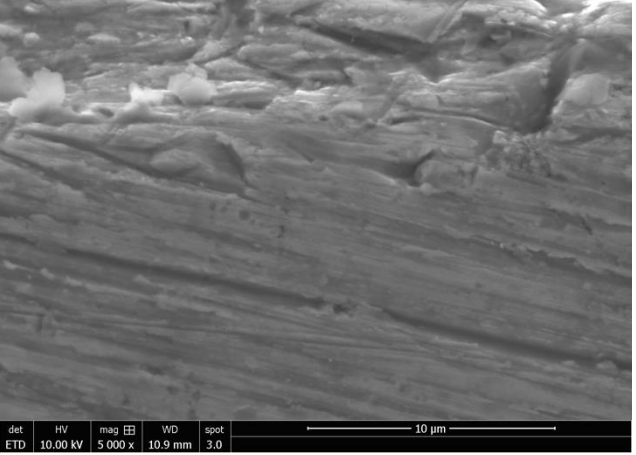
Annexe V - VI Images MEB Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V

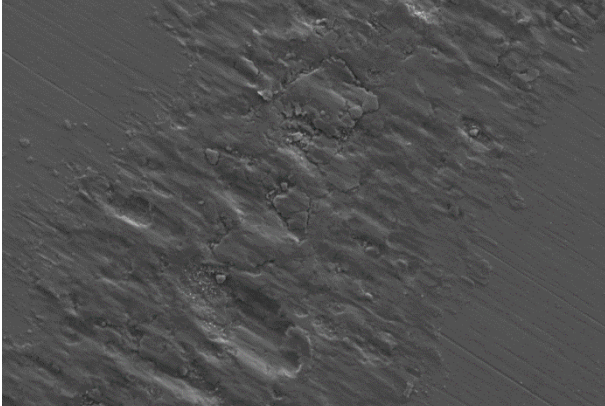
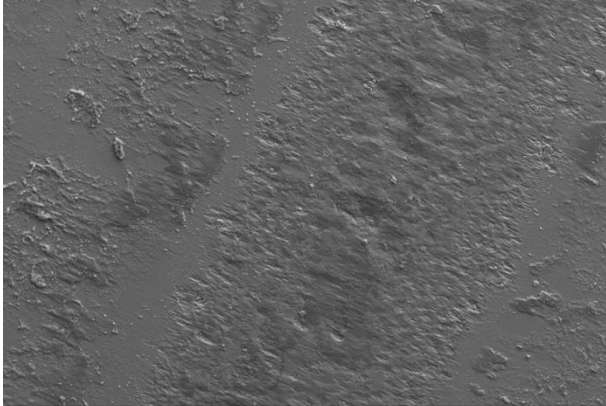
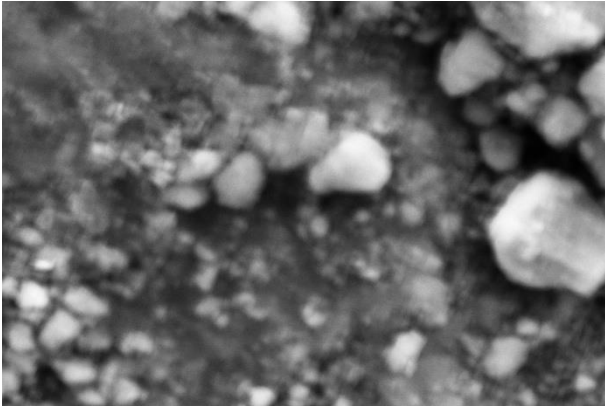
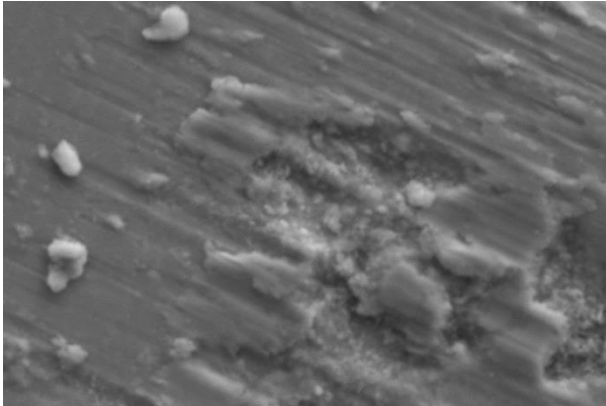
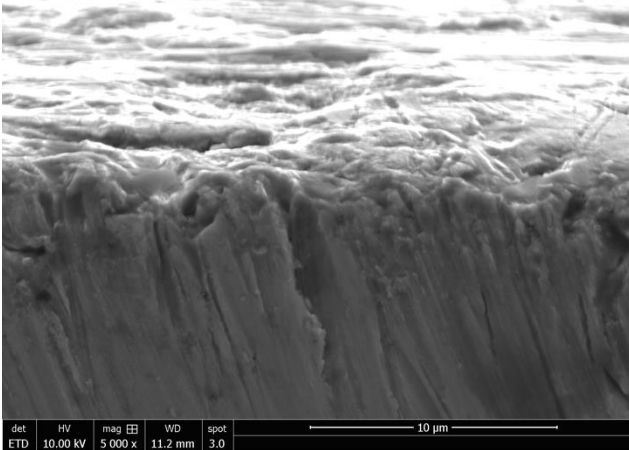
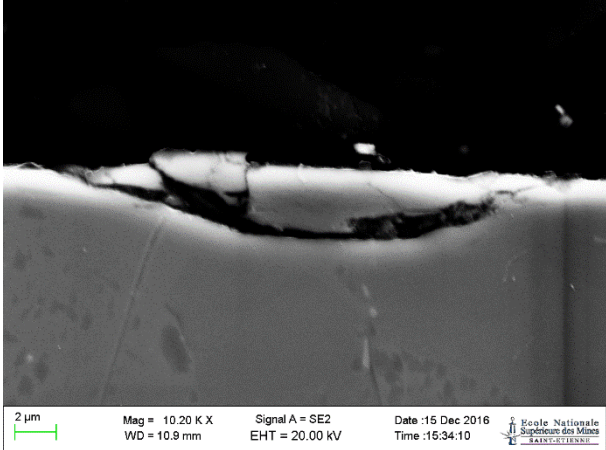
Essai 1		
	Ti-6-Al-4V (TiC7)	Ti-6-Al-4V (TiP4)
Zone usée	 <p>20 µm Mag = 599 X Signal A = SE2 Date :25 Aug 2016 WD = 14.3 mm EHT = 20.00 kV Time :11:45:53</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>20 µm Mag = 500 X Signal A = SE2 Date :25 Aug 2016 WD = 15.2 mm EHT = 20.00 kV Time :13:54:02</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>
Particules	 <p>1 µm Mag = 10.00 K X Signal A = SE2 Date :25 Aug 2016 WD = 14.3 mm EHT = 20.00 kV Time :12:25:15</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>1 µm Mag = 10.00 K X Signal A = SE2 Date :25 Aug 2016 WD = 15.0 mm EHT = 20.00 kV Time :14:14:39</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>
Bord	 <p>2 µm Mag = 5.00 K X Signal A = SE2 Date :25 Aug 2016 WD = 14.3 mm EHT = 20.00 kV Time :12:32:15</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>1 µm Mag = 25.00 K X Signal A = SE2 Date :8 Sep 2016 WD = 19.1 mm EHT = 20.00 kV Time :13:07:40</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>

Essai 2

	Ti-6-Al-4V (TiC8)	Ti-6-Al-4V (TiP5)
Zone usée	 <p>20 μm Mag = 500 X WD = 14.6 mm Signal A = SE2 EHT = 20.00 kV Date :25 Aug 2016 Time :12:55:12 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>ENSM SEI 20.0kV X100 100μm WVD 9.8mm</p>
Particules Cracks dans TTS	 <p>200 nm Mag = 50.00 K X WD = 14.8 mm Signal A = SE2 EHT = 20.00 kV Date :25 Aug 2016 Time :13:28:08 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>200 nm Mag = 50.00 K X WD = 13.4 mm Signal A = SE2 EHT = 20.00 kV Date :22 Dec 2016 Time :15:36:56 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>
TTS	 <p>1 μm Mag = 30.00 K X WD = 16.6 mm Signal A = SE2 EHT = 10.00 kV Date :20 Dec 2016 Time :15:52:54 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>2 μm Mag = 11.79 K X WD = 16.1 mm Signal A = SE2 EHT = 20.00 kV Date :19 Dec 2016 Time :15:37:08 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>

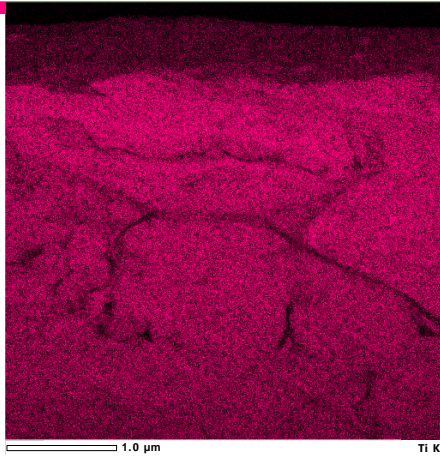
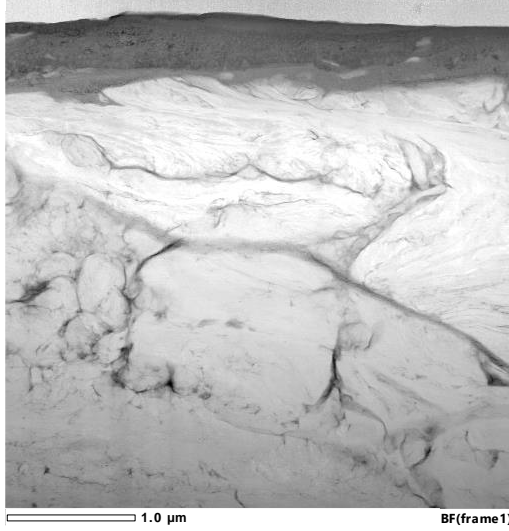
Annexe V - VII Images MEB Ti-6Al-4V/Ti

Essai 1		
	Ti-6-Al-4V (TiP1)	Ti (RO4)
Zone usée	 <p>det HV mag WD spot ETD 10.00 kV 100 x 11.0 mm 3.0</p> <p>500 μm</p>	 <p>det HV mag WD spot ETD 10.00 kV 100 x 11.0 mm 3.0</p> <p>500 μm</p>
Particules	 <p>ENSM SEI 20.0kV X10,000 1 μm WD 10.6mm</p>	 <p>1 μm Mag = 10.00 K X Signal A = SE2 Date :8 Sep 2016 WD = 17.8 mm EHT = 20.00 kV Time :11:04:58</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>
TTS	 <p>1 μm Mag = 32.05 K X Signal A = SE2 Date :20 Dec 2016 WD = 27.8 mm EHT = 20.00 kV Time :11:13:42</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>det HV mag WD spot ETD 10.00 kV 5 000 x 10.9 mm 3.0</p> <p>10 μm</p>

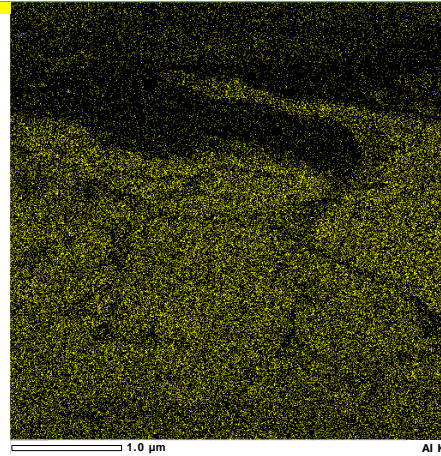
Essai 2		
	Ti-6-Al-4V (TiP2)	Ti (RO5)
Zone usée	 <p>10 µm Mag = 845 X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 9.4 mm EHT = 20.00 kV Time :10:36:24</p>	 <p>100 µm Mag = 302 X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 10.8 mm EHT = 20.00 kV Time :11:34:10</p>
Particules	 <p>1 µm Mag = 20.00 K X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 9.5 mm EHT = 15.00 kV Time :11:01:18</p>	 <p>2 µm Mag = 4.95 K X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 10.8 mm EHT = 20.00 kV Time :11:38:02</p>
TTS	 <p>det HV mag WD spot ETD 10.00 kV 5 000 x 11.2 mm 3.0</p> <p>10 µm</p>	 <p>2 µm Mag = 10.20 K X Signal A = SE2 Date :15 Dec 2016 WD = 10.9 mm EHT = 20.00 kV Time :15:34:10</p>

Annexe V - VIII Analyses MET Ti-6Al-4V/Ti

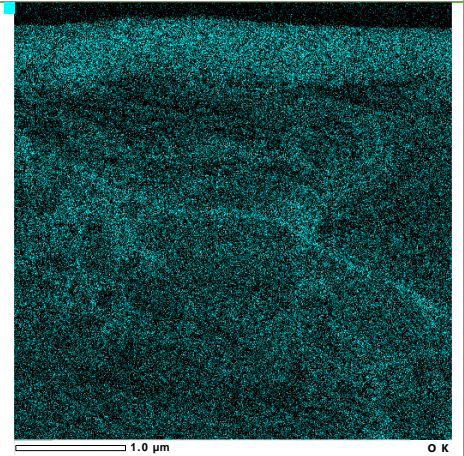
Ti-6Al-4V - cartographie



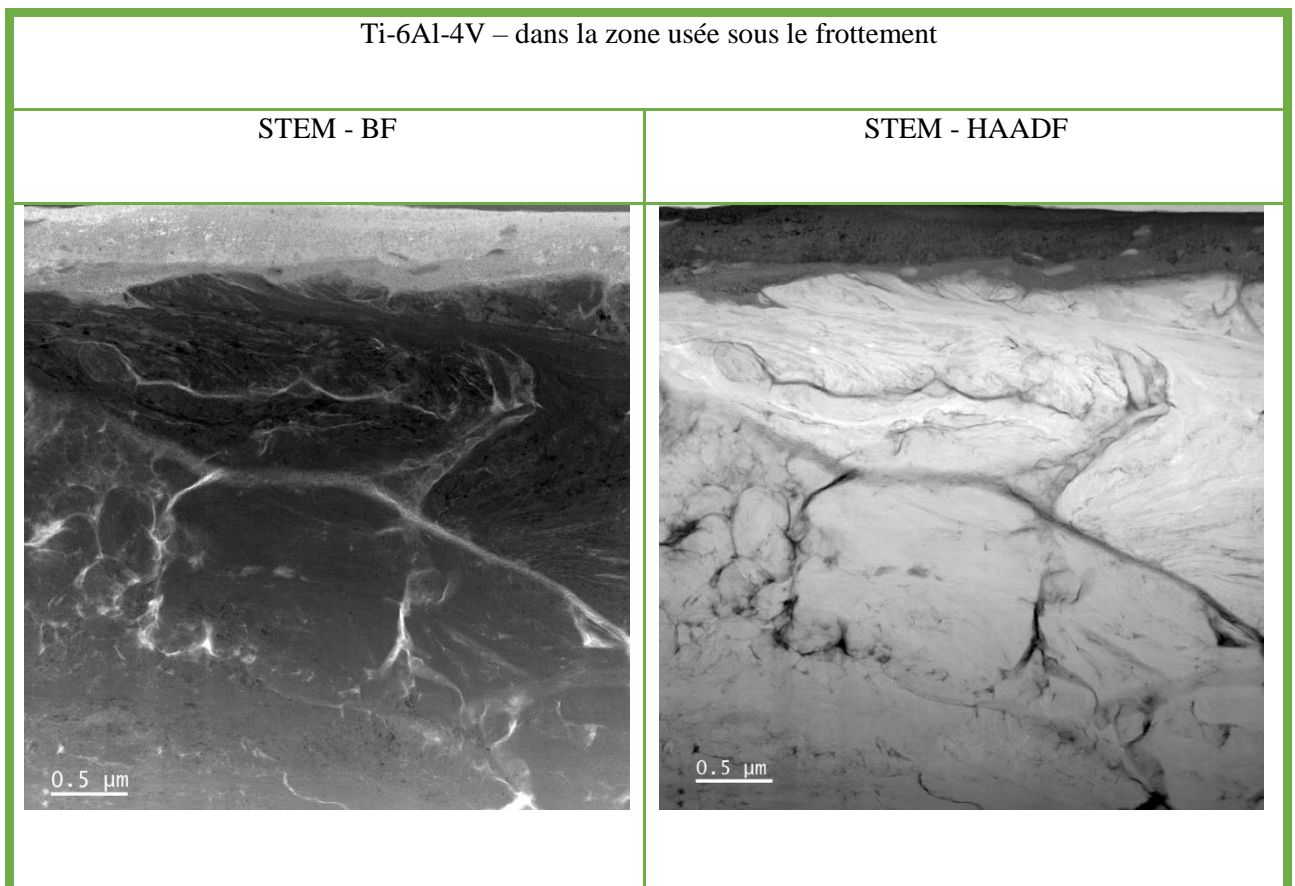
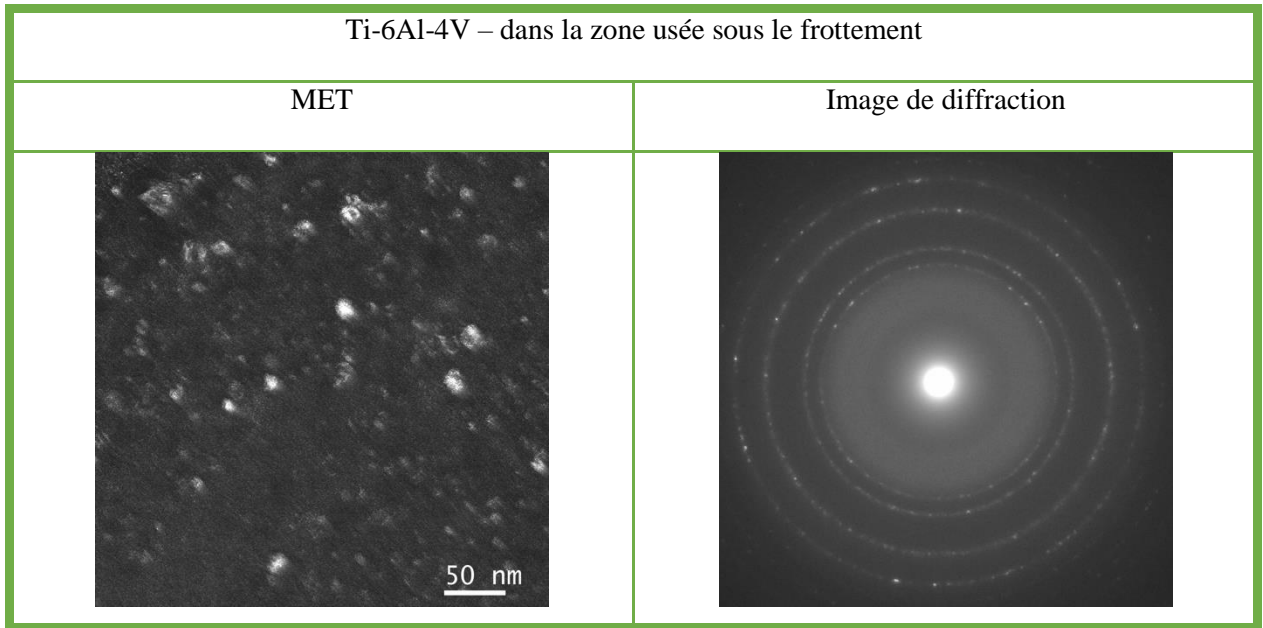
Titane



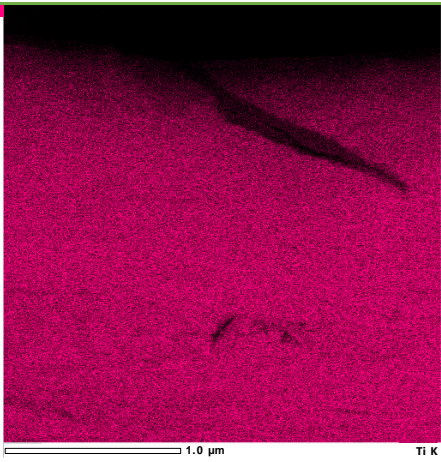
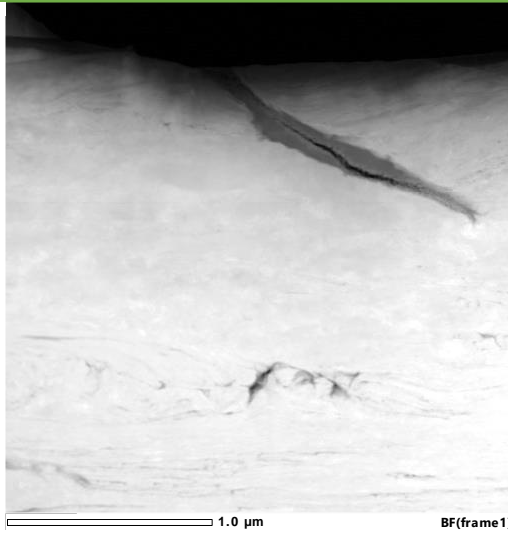
Aluminium



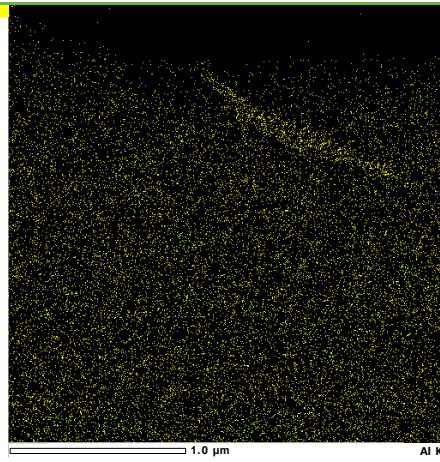
Oxygène



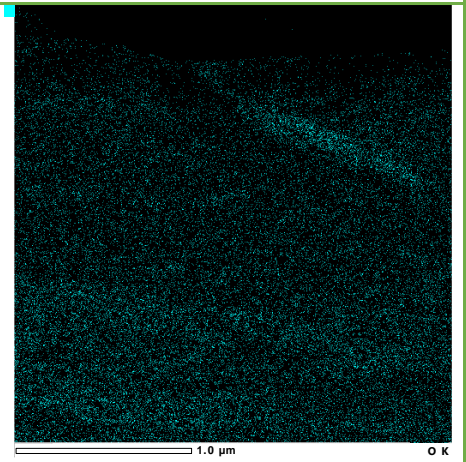
Ti - cartographie



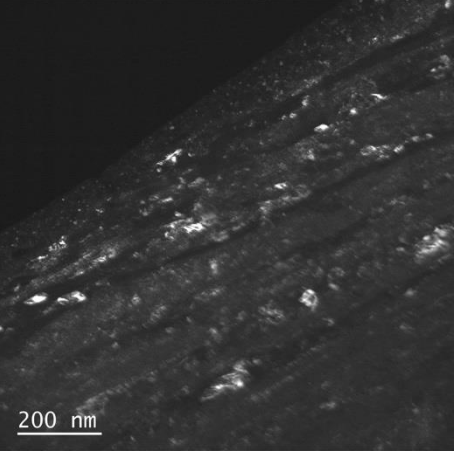
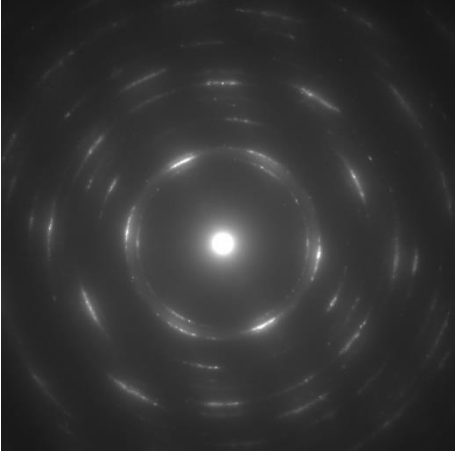
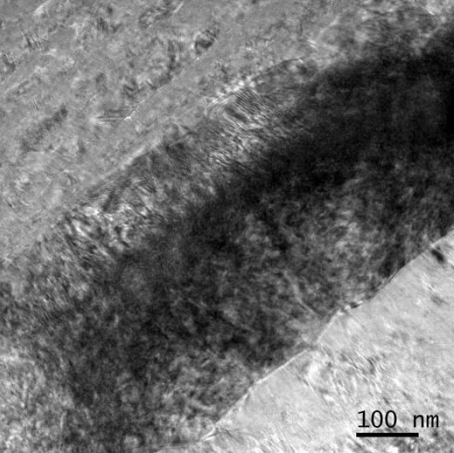
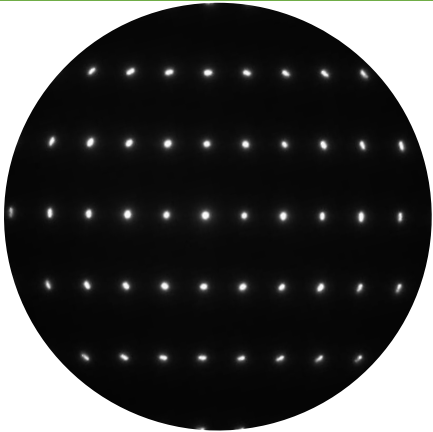
Titane



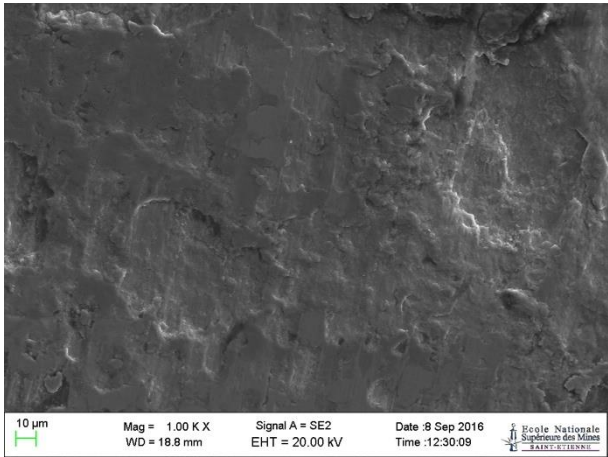
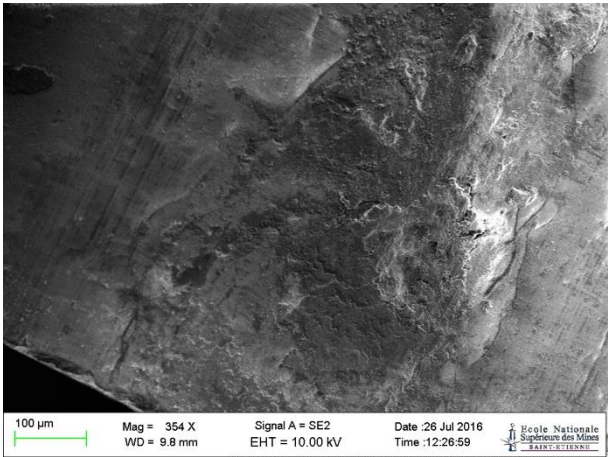
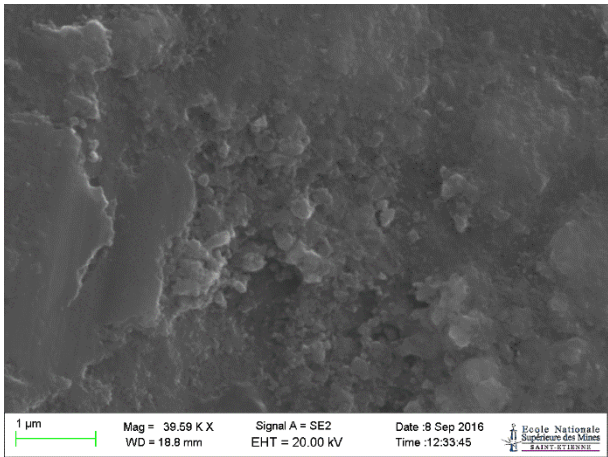
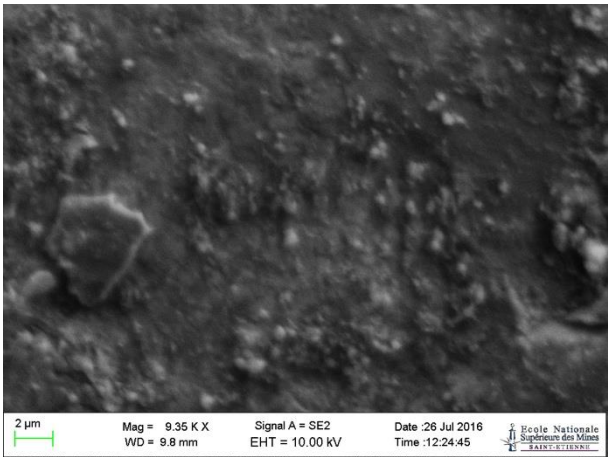
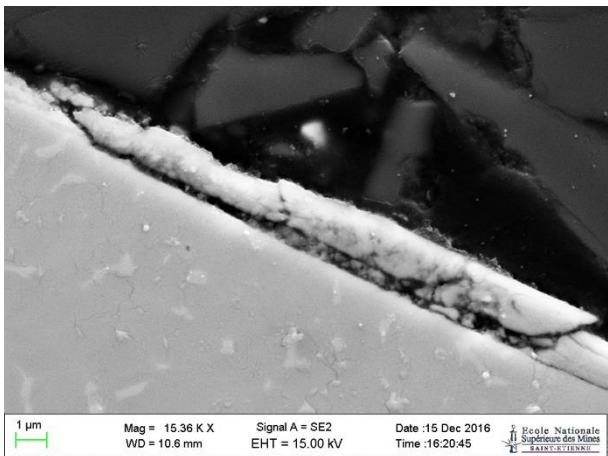
Aluminium



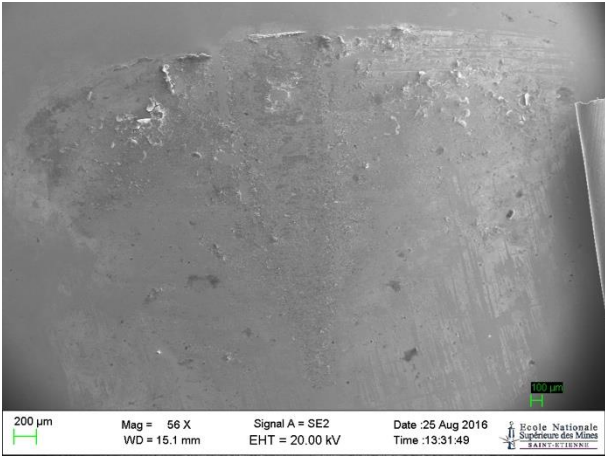
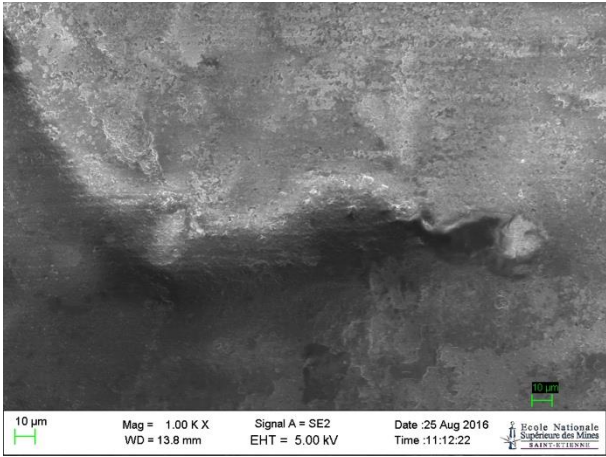
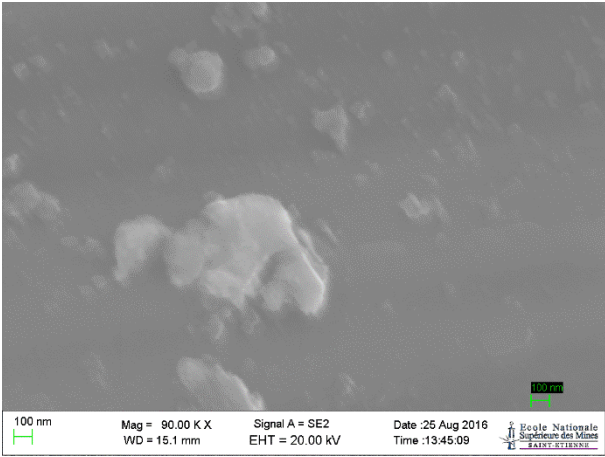
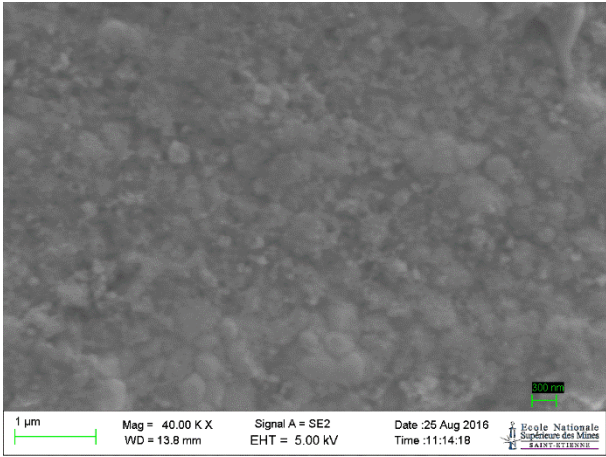
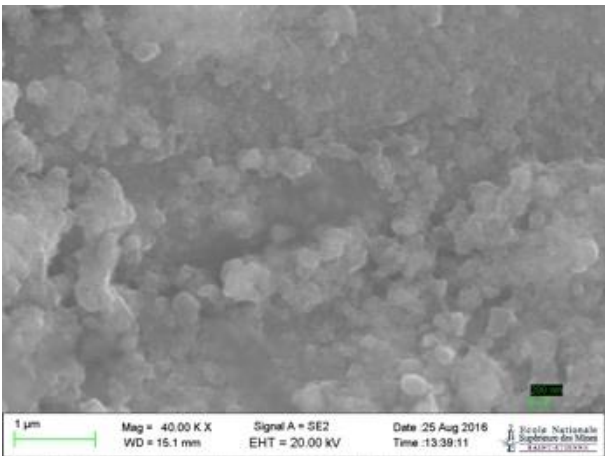
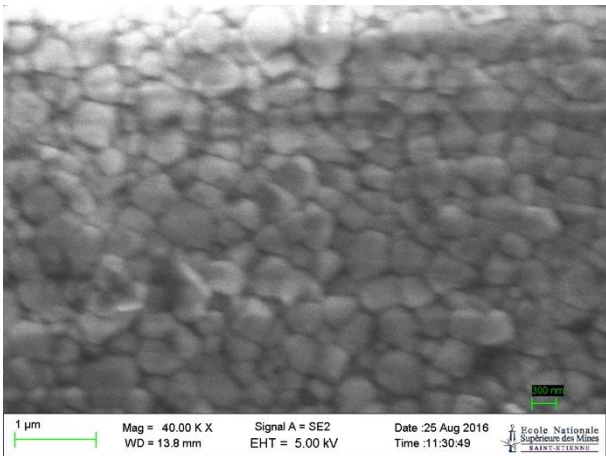
Oxygène

Titane pur	
MET	Image de diffraction
<p>Zone sous le frottement</p> 	<p>Zone sous le frottement</p> 
<p>Zone basse de la lame</p> 	<p>Zone basse de la lame</p> 

Annexe V - IX Images MEB Ti-6Al-4V/Y-TZP

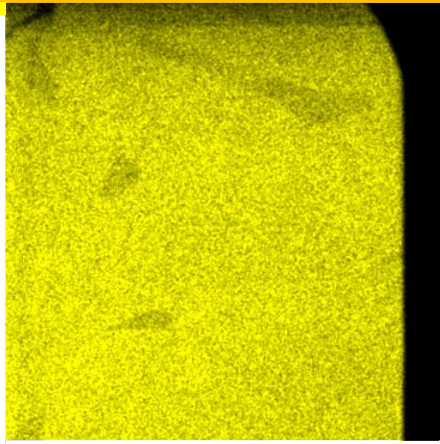
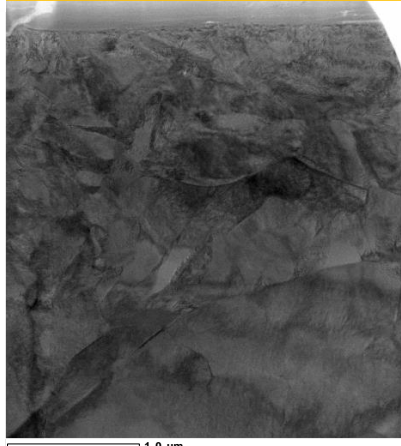
Essai 1		
	Ti-6-Al-4V (TiC5)	Y-TZP (Zi6)
Zone usée	 <p>10 µm Mag = 1.00 K X Signal A = SE2 Date :8 Sep 2016 WD = 18.8 mm EHT = 20.00 kV Time :12:30:09 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>100 µm Mag = 354 X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 9.8 mm EHT = 10.00 kV Time :12:26:59 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>
Particules	 <p>1 µm Mag = 39.59 K X Signal A = SE2 Date :8 Sep 2016 WD = 18.8 mm EHT = 20.00 kV Time :12:33:45 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	 <p>2 µm Mag = 9.35 K X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 9.8 mm EHT = 10.00 kV Time :12:24:45 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>
TTS	 <p>1 µm Mag = 15.36 K X Signal A = SE2 Date :15 Dec 2016 WD = 10.6 mm EHT = 15.00 kV Time :16:20:45 Ecole Nationale Supérieure des Mines SAINT-ETIENNE</p>	

Essai 2

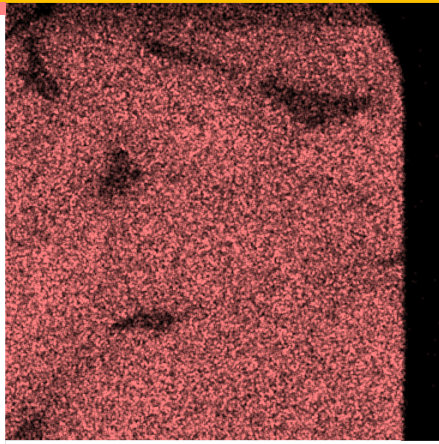
	Ti-6-Al-4V (TiC6)	Y-TZP (Zi7)
Zone usée		
Particules		
Bord		

Annexe V - X Analyses MET Ti-6Al-4V/Y-TZP

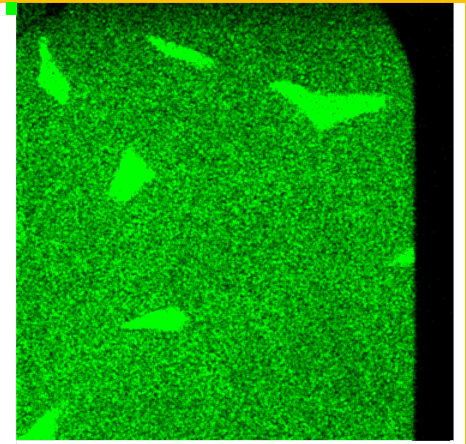
Ti-6Al-4V - cartographie



Titane



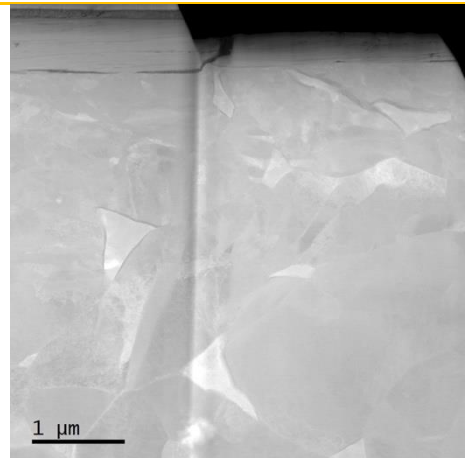
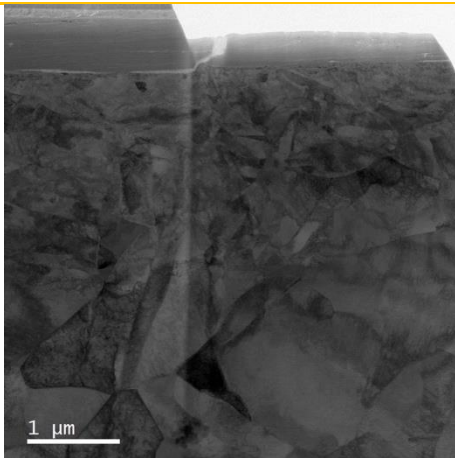
Aluminium



Vanadium

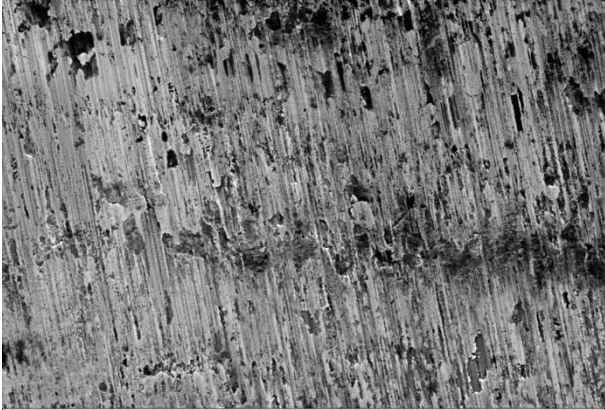

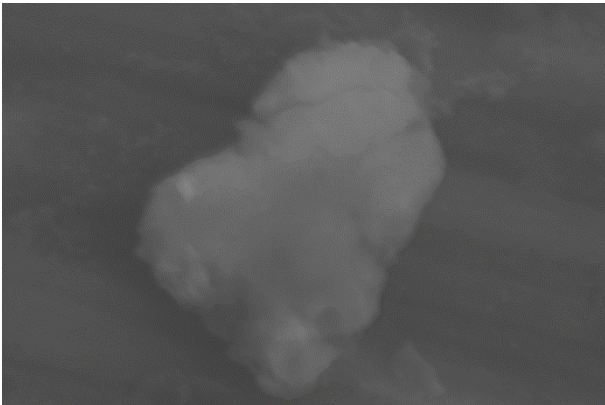
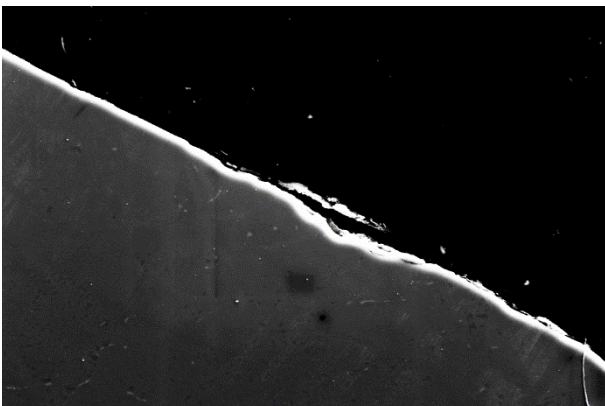

STEM - BF

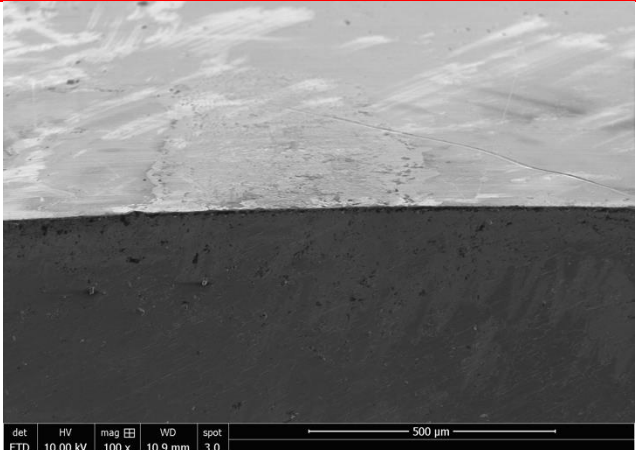
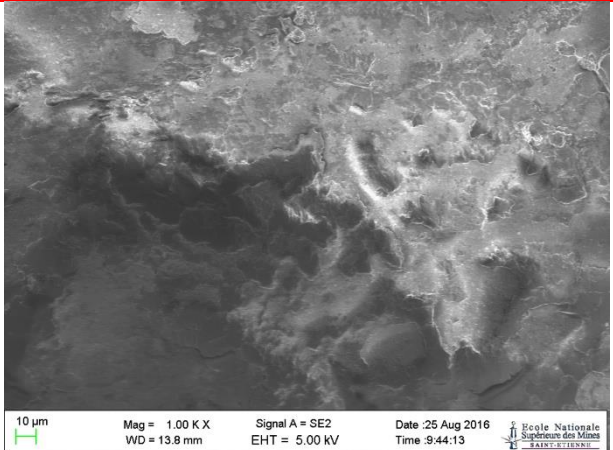
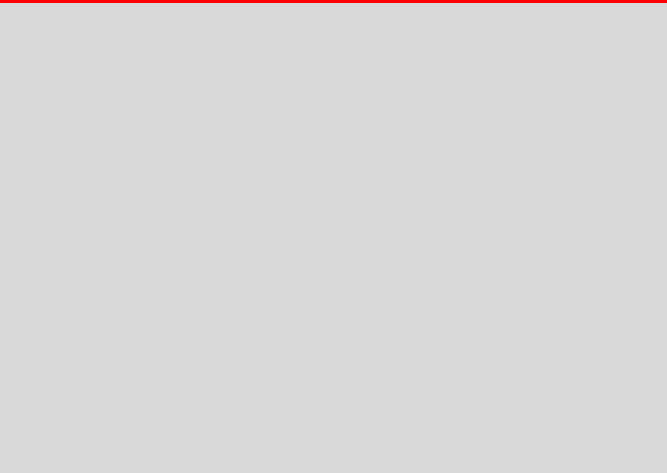
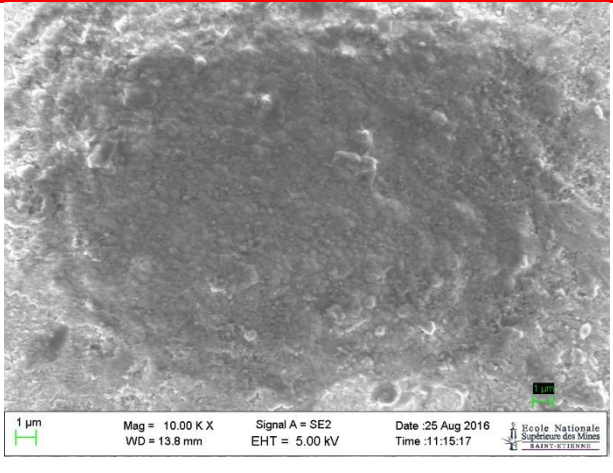
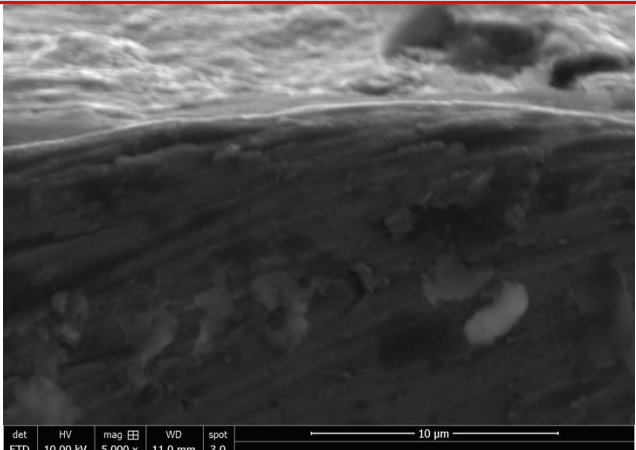
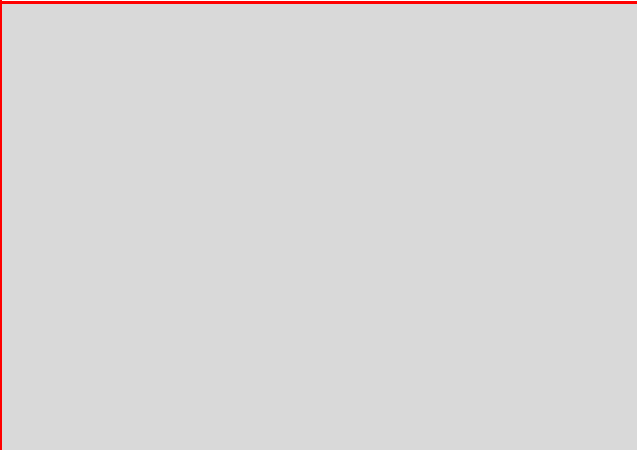
STEM - HAADF



Annexe V - XI Images MEB Ti/Y-TZP

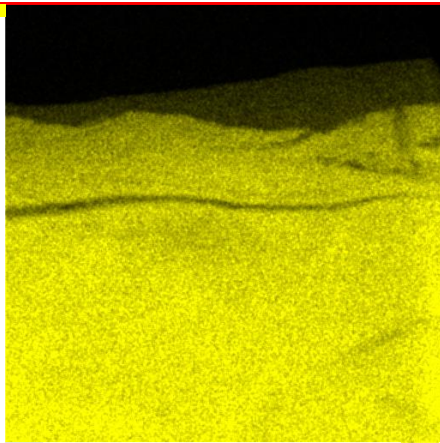
Essai 1

	Ti (RO1)	Y-TZP (Zi8)
Zone usée	 <p>10 µm Mag = 1.00 K X Signal A = SE2 Date :7 Sep 2016 WD = 45.7 mm EHT = 20.00 kV Time :14:23:42 Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne</p>	 <p>10 µm Mag = 3.00 K X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 10.2 mm EHT = 20.00 kV Time :9:32:26 Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne</p>
Particules	<p>Particule de Titane</p>  <p>1 µm Mag = 40.00 K X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 10.3 mm EHT = 20.00 kV Time :9:15:40 Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne</p>	
TTS et bord	 <p>10 µm Mag = 2.94 K X Signal A = SE2 Date :20 Dec 2016 WD = 24.4 mm EHT = 20.00 kV Time :10:08:10 Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne</p>	 <p>20 µm Mag = 1.09 K X Signal A = SE2 Date :26 Jul 2016 WD = 10.1 mm EHT = 20.00 kV Time :9:35:15 Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne</p>

Essai 2		
	Ti (RO3)	Y-TZP (Zi7)
Zone usée	 <p>det: ETD HV: 10.00 kV mag: 100 x WD: 10.9 mm spot: 3.0</p> <p>500 μm</p>	 <p>10 μm Mag = 1.00 K X Signal A = SE2 Date :25 Aug 2016 WD = 13.8 mm EHT = 5.00 kV Time :9:44:13</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines de SAINT-ETIENNE</p>
Particules		 <p>1 μm Mag = 10.00 K X Signal A = SE2 Date :25 Aug 2016 WD = 13.8 mm EHT = 5.00 kV Time :11:15:17</p> <p>École Nationale Supérieure des Mines de SAINT-ETIENNE</p>
TTS	 <p>det: ETD HV: 10.00 kV mag: 5 000 x WD: 11.0 mm spot: 3.0</p> <p>10 μm</p>	

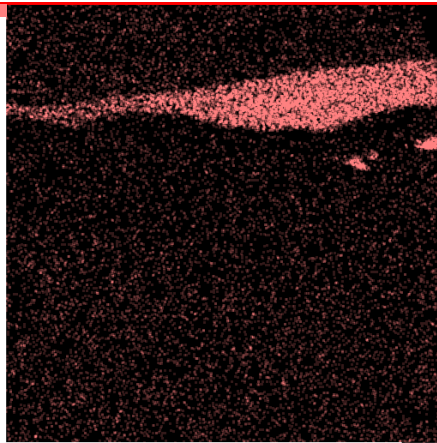
Annexe V - XII Analyses MET Ti/Y-TZP

Titane pur - cartographie

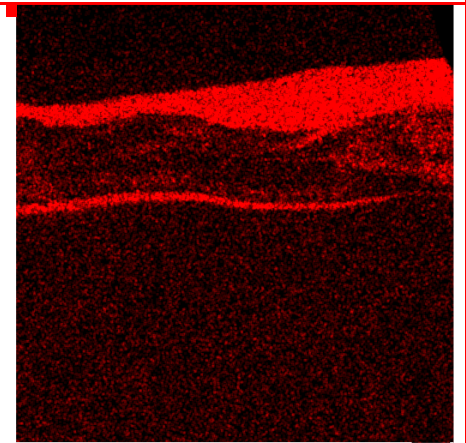


Titane

STEM - BF

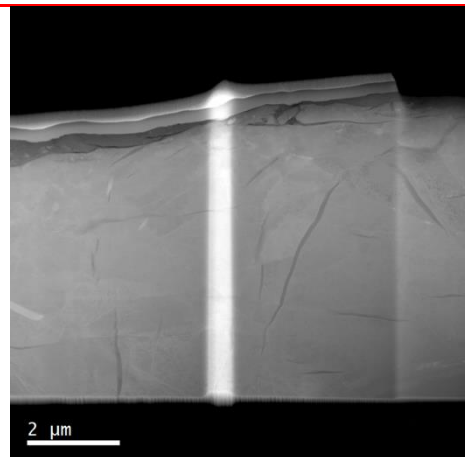
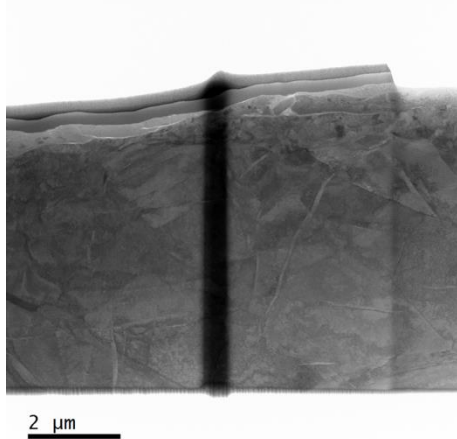


Zirconium



Oxygène

STEM - HAADF



Annexe A Publication

European Cells and Materials Vol. 30, Suppl. 5, 2015 (page 21)

ISSN 1473-2262

First investigation in fretting corrosion against dental implant and abutmentP Corne^{1,2}, A-S Vaillant-Corroy^{1,2}, A. Alsaabi³, F. Cleymand², P. De March^{1,2}, J. Geringer³¹ Care teaching and research dental center of Nancy, France. ² Research group Dolphin, Department N2EV, Institut Jean Lamour, UMR 7198, CNRS, Lorraine University, Nancy, France. ³ Mines Saint-Etienne, CIS, B2M, UMR, CNRS 5306, Saint-Etienne, France.

INTRODUCTION: Studying fretting corrosion related to dental implant connections is a new approach for understanding the degradation of mechanism between dental implant and abutment. Two combinations of materials have been investigated corresponding to two links in actual junctions. The behaviour of fretting corrosion between titanium alloy against titanium alloy and titanium alloy against zirconium in artificial saliva has been highlighted.

METHODS: The samples were pure titanium alloy (Ti-6Al-4V, grade V) like screw, implant or abutment and zirconia stabilized with Ytria like abutment. The friction observed was cylinder against plan in order to control contact. The experiments have been carried out thanks to a tribocorrosimeter (fretting) developed by Mines Saint-Etienne and Bose Company [1]. In this way, the sliding distance was sinusoidal of 80 µm during 4 hours. The contact stress was been estimated from the actual junction between implant and abutment (Astra™ TX4.5, Dentsply™/Atlantis™ titanium abutment). The average contact stress was of 130 MPa.

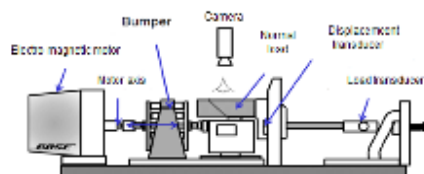


Fig. 1: Fretting-corrosion device [1].

The investigated solution was a Ringer solution added with bovine albumin [2]. Notwithstanding the ionic strength was the same than the one of the human saliva, i.e. is 0,154 mol.L⁻¹ [3-4]. The ionic strength was as following:

$$I = 1/2 \sum z_i C_i$$

Z_i : number of electrical charges for each ion; C_i : concentration (mol.L⁻¹)

Two types of experiments was been carried out: titanium alloy against titanium alloy and titanium alloy against zirconium, in order to reproduce the

friction between implant and abutment or abutment and screw.

RESULTS: The total average wear volume of zirconia against titanium alloy was higher than the one related to titanium alloy against titanium alloy. The Open Circuit Potential (OCP) evolution concerning both couples was as expected: decrease at the beginning (corrosion) and increase at the end of fretting phase. The values were the same at the beginning and at the end with combination of titanium alloys. However the OCP evolution of metal combined with zirconia showed that the end-value was lower, sign of corrosion of metal even after fretting test. Some investigations on Electrochemical Impedance Spectroscopy showed the same tendency. Further studies are in progress on this topic.

DISCUSSION & CONCLUSIONS: It seems that friction between zirconia and titanium alloy involves more damage and fragments than titanium alloy against titanium alloy. This alloy seems to be so insulating at the beginning. Under friction, due to OCP decrease, it involves oxides/metal dissolution. The potential goes back up at the end of the experiment because new oxides may appear and protect titanium samples. The experiment with zirconia shows a long and slow rise of potential. That might explain the higher wear volume due to active dissolution even after fretting stop.

REFERENCES: ¹J. Geringer, DD. Macdonald (2014) *Materials Letters* 134:152-7. ²J. Geringer, B. Forest, P. Combrade *Wear* 259:943-51. ³NN. Rehak, S.A. Cecco, et al. (2000) *Clin Chem Lab Med* 38,4:335-43. ⁴C. Pellerin, B. Pellat (1986) *Biochimie odonto-stomatologique* (eds. Masson).

ACKNOWLEDGEMENTS: The authors are grateful to the manufacturing lab of Mines Saint-Etienne and hospital of Saint-Etienne, CHU, Orthopedic service, Pr Farizon.

Annexe B Publications soumises

Soumis le 18 octobre 2018 dans Journal of the mechanical behavior of biomedical materials

ABSTRACT:

The dental implant is a common treatment in dentistry. Patients and practitioners would that the dental implant lifetime would be beyond twenty years. Unfortunately, the usual biomaterials undergo some damages over the time and this expectation is sometimes follow-up by a failure. Fretting-corrosion has been pointed out as failure mechanism in dental implants between the implant part and the abutment.

The behaviour of fretting corrosion of four combinations of materials have been highlighted: pure titanium (Ti-grade 4) against titanium alloy (Ti-6Al-4V); titanium alloy against it-self; pure titanium against zirconia, zirconia stabilized with Yttria (Y-TZP); and titanium alloy against zirconia (Y-TZP).

After 16 hours of fretting corrosion solicitations in Human saliva the best assembly is Ti (pure titanium-grade 4) against zirconia. Some Tribological Transformed structures on titanium material have been isolated as stir welding effect, STEM observations. The electrochemical behavior has been investigated: the OCP, open circuit potential, is recovering its initial value even during fretting corrosion solicitations, Ti or Ti-6Al-4V against zirconia. Both combinations of materials did highlight the highest resistance and the lowest capacitance (Equivalent Electrical Circuit): lowest electrical charges are generated during fretting corrosion solicitations.

KEYWORDS:

Dental implant; Human saliva; Fretting-corrosion; Titanium alloys, Y-TZP.

TEXT:

1. Introduction

Using dental implants dedicated to prosthetic rehabilitation is an usual and successful treatment option (Eliasson et al., 2006; Romeo and Storelli, 2012). Unfortunately, some complications are occurring like osseointegration failures, mechanical degradations or components fractures. Many couples of materials, the complex oral environment (presence of bacteria, acidic or basic fluid, etc.) and the mechanical stresses due to occlusion, mastication and parafunctional habits, are parameters that may explain these complications. The implant connection is subjected to micro-movements caused by chewing phase and the stresses of the oral environment (Vieira et al., 2006). This phenomenon worsens even more when the tightening torque is not accurate (Gratton et al., 2001).

Due to the small movements, order of magnitude of few microns, that takes place between the various elements, wear phenomenon in dental implant connection involves tribocorrosion or fretting-corrosion studies (Apaza-Bedoya et al., 2017; Mathew et al., 2014; Revathi et al., 2017; Rodrigues et al., 2013; Souza et al., 2012).

Branemark et al. (1983) showed that titanium material is the best material ever to use as implant, i.e. as biomaterial in dental area replacement. It is worth noting that titanium, Ti, or titanium alloy, Ti-6Al-4V, are nowadays well used as orthopedic implants due to their mechanical properties, moderate density and outstanding biocompatibility compared to other metals. Moreover Ti-6Al-4V, metallic alloy, got some benefits, in terms of Ultimate Tensile Strength (UTS), compared to pure titanium. Furthermore, the titanium alloy, Ti-6Al4V, highlights some additional benefits in terms of corrosion resistance: breakdown potential,

corrosion rate, degradation by pitting and crevice corrosion (Solar et al., 1974; Steinemann, 1980).

Recently the authors, Shemtov and Rittel (2015), highlighted that implants retrieval from oral cavity due to progressive bone loss, 60% presented some cracks and total embrittlement. One might notice that Ti-6Al-4V (grade5, sUTS from 897 to 1205 MPa [14]) alloy that highlights a higher ultimate tensile strength than the one related to pure titanium (grade 4, sUTS from 550 to 640 MPa (Cardarelli, 2008)), get the best crack resistance (Shemtov-Yona and Rittel, 2015). The tribological behavior between implant, screw and abutment is a fruitful approach in order to understand wear mechanisms in implant assembly. patient and practitioners, the expected life time, nowadays, is beyond twenty years. Unfortunately, these biomaterials undergo some damages over time (Shemtov-Yona and Rittel, 2015).

The wide variety of parameters that determine the behavior of the tribological system under these conditions is particularly complex to manage. Several authors (Celis et al., 2006; Fouvry and Kapsa, 2001; Fouvry et al., 1995, 1996, 1997, 2003, 2007; Geiringer et al., 2013; Mathew et al., 2012, 2014; Mischler, 2008; Mischler and Munoz, 2018; Mischler and Ponthiaux, 2001; Mischler et al., 1993a, 1993b; Ponthiaux et al., 2004) have been working on this theme and helped to understand the behavior of materials under fretting-corrosion conditions. They have studied the mechanisms taken into account for fretting-corrosion and highlighted the formation of debris that can explain some implants failure by chronic inflammatory reaction. Previous studies have been investigated in standardized solutions (Ringer solution, Hank solution, bovine serum) whose compositions differ from human saliva.

Objectives:

The tribocorrosion of pure titanium, titanium alloy and zirconia material, under fretting regime, in contact with human saliva solutions, will be investigated. In order to determine which is the best couple of materials under fretting-corrosion conditions.

Nul hypothesis: some difference in fretting-corrosion appears between different materials.

2. Materials & Methods

2.1 Materials

This *in vitro* study compared three materials, frequently used in dental implants connection, in fretting-corrosion experiment with human saliva. The investigated materials included pure titanium (Ti-grade 4) like implant or abutment; Titanium alloy (Ti-6Al-4V-grade 5), like implant, abutment or screw; and Yttria-Tetragonal Zirconia Phase (Y-TZP), like abutment.

The pure titanium, grade 4, and titanium alloy, grade 5 (Carpenter™, Philadelphia, USA). The zirconium with no-treatment color is distributed by Euromax™ (Monaco, France).

The friction was cylinder against plan in order to control the contact mechanics. The parallelepiped sample (9x9x15mm) were in pure Titanium (Ti) or in Ti-6Al-4V. The cylindrical sample were in Ti-6Al-4V (length of 15mm and radius of curvature of 10mm) or Zirconia (length of 10mm and radius of curvature of 10 mm). One of the parts of every sample, except zirconia was polished with diamond paste down to 1µm. The 3D roughness parameters were measured with a Wyko NT9100 (Bruker Nanoscope™, Massachusetts, USA). These others parts were covered with zircalloy plates and they were varnished to

insulate the metallic faces except the fretting-corrosion surface. To allow the formation of a stable surface film on the test sample, they were stored for about 24 hours in a desiccator.

Zirconia sample was machined by Euromax™ (Monaco, France) before sintering process like manufacturing process of zirconia abutment. No either modification after sintering process was conducted.

2.2 Solution

The investigated solution was conducted in non-stimulated human saliva. The collect of saliva was made, between meals, thanks to salivary cottons placed under the tongue for 5 to 10 minutes thanks to 40 persons (men or women, students in dentistry classes). This protocol was repeated several times. After, the salivary cottons were pressed thanks to plastic syringe and preserved in freezer. The saliva was gingerly tempered at room temperature (near 22 ± 1 °C) before experiment.

2.3 Fretting-corrosion device

The experiments have been carried out thanks to a tribocorrosimeter developed by Mines Saint-Etienne and Böse Company (TA instruments™, New Castle, USA) using an electromagnetic motor. A fretting-corrosion test last 16 hours, i.e. 57,600 cycles (1s is 1 cycle). The applied normal load, P, was 127.5 N or 85 N, function in tested couple, which correspond to the contact pressure (approx. 100 MPa) estimated on the screw head between implant (Astra™ Osseospeed TX4.5, Pennsylvania, USA) and abutment (Atlantis™, Dentsply Sirona™, Pennsylvania, USA). The tightening torque with zirconia abutment (15N.cm) or

titanium abutment (25 N.cm) differs and the dimensions of the samples being different, the normal load was adapted to the stresses in dental implant connection. The sinusoidal amplitude of micro-displacement was $\pm 40 \mu\text{m}$. As mentioned above, the frequency was of 1 Hz.

Figure 1: Fretting-corrosion device

Four types of experiments have been carried out: titanium alloy against titanium alloy (Ti-6Al-4V); titanium alloy against zirconia (Ti-6Al-4V, cylindrical shape/Y-TZP); pure titanium against titanium alloy (Ti/Ti-6Al-4V) and pure titanium against zirconia (Ti, cylindrical shape/Y-TZP) in order to reproduce the friction between implant and abutment or abutment and screw. Every couple of material was tested two times.

2.4 Data analysis

For Open Circuit Potential (OCP) measurements and the applied cathodic potential, a PARSTAT 2263 potentiostat with two-electrode for OCP and three-electrodes for applied potential setup were used. The working electrode was metallic sample, Ti or Ti-6Al-4V. The counter electrode was a platinum wire. The reference electrode was a Saturated Calomel Electrode (SCE, $E = +242\text{mV/SHE}$) at $T = 22^\circ\text{C}$. A typical electrochemical sequence has been applied (Celis et al., 2006). The sequence is as following:

1- cathodic polarization (-1V/SCE) during 5 minutes in order to stabilize the oxides formation;

2- OCP phase during 1 hour in order to promote the adsorption/desorption equilibrium;

3- Starting fretting during 16 hours, OCP measurement during 20 mins and EIS sequence;

4- Stopping fretting and OCP measurements.

Due to samples dimensions, the contact surface was of 0.9cm^2 .

EIS measurements were also investigated to understand the behavior of the passive layer in human saliva. They are explored from 10 5 Hz to 10-1 Hz at a rate of 10 mV. The analysis of electrical equivalent circuit was carried out thanks to EC lab software (Bio-Logic Science Instrument™, Seyssinet-Pariset, France).

The total wear volume and the wear track area profile were carried out with Bruker Nanoscope™ WYKO NT9100 optical profilometer. Measurements were carried out on five lengths of 2 mm and the total wear volume was thus extrapolated for the total wear track on one metallic sample per experiment. Measuring the wear volume on zirconia was unreachable. No wear was identified.

The scanning electron microscopy was performed thanks to JEOL™ 6400 (JEOL™, Tokyo, Japan), JEOL™ 6500 FEG (Field Emission Gun) and Quanta FEI™ 650 FEG (FEI™, Oregon, United States) with accelerating voltage between 10 to 15 kV.

The surface morphology and the debris were analyzed by using a Scanning Electron Microscopy (SEM), Zeiss™ Supra 55(Zeiss™, Oberkochen, Germany). The fretting area was analyzed by using Transmission Electron Microscopy (TEM/STEM), JEOL-ARM200F cold FEG (JEOL™, Tokyo, Japan) 200 kV equipped with probe and image correctors. The thin blade (foil) was performed thanks to Focused Ion Beam, Helios Nanolab 600i. EDS analyses

During the rubbing phase, the OCP is slightly constant without any recovering process. Except Ti/Y-TZP case, the OCP is recovering its initial value (the one before fretting), it worth noting that it is happening during the fretting phase, its initial value. Thus, both hypotheses may be ongoing: the titanium oxides layer may be recovered and the zirconia may play the role of coating when some zirconia debris are slightly recovering the titanium metal, avoiding an anodic current. The second hypothesis has to be included inside the third body theory (31). Some zirconia grains may be some intermediate materials, third body, in order to avoid the titanium dissolution. Concerning the three other combinations, the OCP was recovering its initial value. When friction was stopping, the OCP was increasing. It is worth noting that the OCP recovering of Ti-6Al-4V/Ti is lower than the one related to other couples of materials. The oxides layer formation is less efficient concerning the combination Ti-6Al-4V/Ti. To summarize concerning the OCP evolution, Ti/Y-TZP combination highlights a kind of protective effect during the fretting corrosion phase. On the contrary, the three other combinations are highlighting the usual decrease of OCP when the fretting is occurring and the usual increase when the fretting is stopping.

Some Electrochemical Impedance Spectroscopy, EIS, experiments have been investigated before, during and after the fretting phase in order to get some insights on the durability of the investigated materials couple.

3.1.2 Equivalent Electrical Circuit, EIS

Some EIS measurements have been investigated, as mentioned above, before, during and after the fretting phase. The Nyquist diagram, as shown on Figure 3, exhibits the evolution of the electrochemical behavior related to the working electrode.

were performed using Centurio spectrometer (ThermoFischer Scientific™, Massachusetts, USA).

3. Results and discussion

3.1 Electrochemical analysis

3.1.1 Open Circuit Potential

During every fretting corrosion experiment, the Open Circuit Potential was monitored.

The Figure 2 highlights the OCP evolution related to 4 couples of materials: Ti-6Al-4V/

Ti-6Al-4V; Ti-6Al-4V/Ti; Ti-6Al-4V/Y-TZP; Ti/Y-TZP.

Figure 2: OCP evolution of the metallic samples, couples Ti-6Al-4V/Y-TZP; Ti/Y-TZP, of the Ti-6Al-4V and the Ti respectively Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V and Ti/Ti-6Al-4V couples of materials

Unit: V vs. SCE reference electrode.

The OCP evolution is slightly usual: decrease when the fretting is starting and the OCP is recovering closely its initial value. At the starting point of fretting (friction), the OCP was decreasing. As a matter of fact, the passive film is destroyed due to friction, rubbing, and the potential is decreasing due to charges production (ions). It is worth noting that the more drastic OCP drop is related to Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V. The passive film of this alloy is well classified, after friction, as non-protective (Galliano et al., 2001).

Figure 3: the Nyquist diagram related to Ti-6Al-4V/Y-TZP couple. 1: before fretting; 33: after fretting; in between: during the fretting test.

The EIS loop (the imaginary part according to the real part) is changing according to the time. From Figure 3, the equivalent electrochemical, $R_s=(R_2/C_2)$, has been considered. R_s is considering as the solution resistance; R_2 , the resistance of the passive layer of the metal; C_2 , the capacitance of the passive layer. It is worth noting that the capacitance was considered as pseudo capacitance by testing with the equivalent circuit, $R_s-(R_2/Q_2)$ where Q_2 is the pseudo capacitance

$$\text{Eq.1} \quad Z = \frac{1}{Q} (j\omega)^{-\alpha} \quad [\Omega.s^\alpha.cm^{-2}]$$

Q: CPE, constant phase element / $[F.s^\alpha.cm^{-2}]$;

j: the imaginary number, pure unit;

ω : angular velocity / Rad.s^{-1}

The Figure 4 shows both equivalent electrical circuits: $R_s-(R_2/C_2)$, $R_s-(R_2/Q_2)$.

Figure 4: Equivalent electrical circuit related to $R_s-(R_2/C_2)$, A; $R_s-(R_2/Q_2)$, B. R_s : solution resistance (Ω); R_2 : resistance of the passive layer (Ω); C_2 : capacitance (F)

The Figure 5 shows the R_2 evolution related to the double layer on the metallic sample.

Figure 5: R_2 evolution according to the experiment duration; 4 couples of materials

Concerning the R_2 evolution, it is quite the same: the value was drastically decreasing from the fretting starting point. The sharp decrease corresponds to a better electrical conductivity due to the electrical charges coming from the metal dissolution, i.e. corrosion. The corrosion is due to the oxides layer destruction thanks to fretting. One might talk about corrosion enhanced by wear. Surprisingly, at the end of fretting, the OCP recovering is not starting from the first value of OCP at the beginning of fretting. As matter of fact, the R_2 value is not recovering the initial value, i.e. the one before friction. It is related to a lower passivity of the materials, probably due to less efficient oxides film. It is worth noting that the lowest R_2 decrease is related to the couple Ti/Y-TZP. One might suppose that zirconia oxides mixing with debris due to friction may play the role of a protective layer correlated to the highest R_2 value, red curve on the graph of Figure 4). Additionally, the same combination of materials, Ti/Y-TZP, was highlighting the sharper fall of R_2 than the one related to Ti-6Al-4V/Y-TZP at the beginning of fretting, from 329 k Ω , to 11 k Ω , Figure 5. This different behavior does correspond to the lower hardness of titanium than the one related to the titanium alloy (Ti-Al-4V). Thus the oxides layer destruction is enhanced thanks to zirconia.

On the Figure 6, the capacitance of the equivalent electrical circuit and the pseudo capacitance is represented according to the experiment duration. The first point is related to the values of C_2 and Q_2 . They are similar. As a matter of fact, the n coefficient that is related to the non-pure behavior of the capacitance is very close to 1; that is indicated that the behavior is close to an ideal behavior, n value is from 0.87 to 0.98. The surface state,

roughness, porosity (especially for ceramic material), adsorption of some proteins, etc. did originate this tiny modification.

Figure 6: C₂, a), and Q₂, b), evolutions according to the experiment duration; before, during and after the fretting phase.

The capacitance is the lowest one concerning the combination of materials related to Zirconia material. As it is an electrical insulating material, every charge (ions and complexes) produced from the metallic sample by corrosion is stocked on the top surface of this material.

According to the equation 2, considering a fixed tension (average value) during EIS measurement, if C is decreasing, q has to increase.

$$\text{Eq.2} \quad q = C \cdot U$$

q: electrical charge quantity / C

U: tension / V

C: capacitance / F.

At the beginning of the test, the capacitance, or pseudo capacitance is increasing due to the gradient of potential from the metallic surface to the solution. The charges flux is increasing due to the production of charges issued from corrosion. Thus, the accumulated charges number is decreasing and consequently the capacitance is increasing. Considering a fixed potential, this fact may be an explanation. It is worth noting that locally a fixed potential is difficult to reach.

During the fretting test, considering pseudo-stationary conditions, the capacitance is decreasing and it is lower concerning the combination with zirconia. The lowest capacitance is reached thanks to Y-TZP material as counter material. Thus, the highest quantity of electrical charges is accumulated on the metallic sample due to zirconia material. From the electrical point of view, because some charges are accumulated on the counter face material, Y-TZP / zirconia, the electrical field would be so high and the transportation of charges would be so difficult due to the high electrical field. Thus, one might expect that when some zirconia material is involved as counter face, the dissolution might be lower than the one related to metal/metal contact. One might expect that the wear volume of the metallic sample against zirconia material would be the lowest. The next sub section will be dedicated to the tribological analysis. The expected hypothesis will be discussed thanks to the tribological behavior.

3.2 Tribological analysis

First of all, the cumulated dissipated energy and the wear rate are going to be highlighted and discussed.

The Figure 7 shows the evolution of the cumulated dissipated energy according to wear rate.

Figure 7: Wear rate (mm³/N.m) vs Cumulated dissipated energy (mJ), 4 couples of materials.

The combination of Ti/Y-TZP materials does highlight the best promising outlook according to the tribological performances, lowest wear rate and lowest dissipated energy.

3.3 Wear track area

From some references (Büscher et al., 2005; Pourzal et al., 2009, 2011; Rainforth et al., 2012; Wimmer et al., 2010) related to some investigated couples, some stresses coming from the fretting corrosion solicitations were triggering some microstructural changes from the top surfaces till the bulk materials. This layer is well known as the tribological transformed structure (TTS). The thickness may be considered around 3-4 μm . The stresses that were generated during the fretting solicitations were involving some changes of the material structure, some grains refinement as an example. Moreover, the dissipated energy, during friction, is dedicated to produce some debris. Some SEM, Scanning Electron Microscope, emphasize this behavior.

One might suggest to start by the two metallic combinations: Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V and the Ti/Ti-6Al-4V.

3.3.1 Metallic combinations: Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V and Ti/Ti-6Al-4V.

The titanium alloy/titanium alloy combination exhibits a typical behavior.

The Figure 8) is showing: a) the total wear track area and b) a crack beneath the top surface provided by observing a cross section inside the wear track area. It sounds compromised to accurately localize the crack inside the wear track area because from the cross section many polishing steps have been practiced.

Figure 8: a) the wear track area corresponding to Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V; b) a cross section observation practiced inside the wear track area.

The Figure 8a) highlights some scratches, some ploughing area and some debris incrustated on the border of the wear track area. The Figure 8b) is highlighting a crack on the top surface. The crack width is about 200 nm. Because of total slip regime no crack has to be produced. Another interesting point is related to the presence of a third body layer compacted on some parts of the wear track area, Figure 9. The thickness of the third body layer on Figure 9a) is about 1 μm . It is worth noting that some metallic debris get an average diameter lower than 1 μm .

Figure 9: a) the wear track area corresponding to Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V; b) a cross section observation practiced inside the wear track area.

This compacted layer is promising right tribological benefits during the friction phase; however, concerning the biocompatibility one may suggest the toxicity of this kind of particles. The Figure 9b) is assessing the third body compaction. One may suggest that the adherence of this layer is efficient. After the polishing step, the debris were adherent on the metallic sample. Even the friction promotes the delamination, a compacted third debris layer is agglomerated on the top surface. The Figure 10 shows the image corresponding to a lamella issued from TEM microtome. Some dislocations are generated and the pristine microstructure is completely damaged. At that time, it is interesting to compare the pattern of figure 10a) with the one related to the titanium alloy that was rubbed against Y-TZP material. The pristine grains are well defined. No microstructure has been modified on the contrary of Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V. One may consider that due to adherence between Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V, the grain structure is altered and many dislocations have been created, 'black cloud' on the Figure 10a.

Figure 10: a) TEM analysis in the wear track area Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V, STEM HAADF; b) TEM analysis in the wear track area Ti-6Al-4V/Y-TZP, STEM HAADF

This image, both Figure 10(a) and 10(b), is related to stir welding modified structure on Ti-6Al-4V (Fall et al., 2016). The contact stresses are lower than the ones evoked in the cited reference. The temperature was around 1000°C in the publication, not the case in this study, it is in solution, room temperature, etc. About the contact stresses and the rotation speed, comparing the order of magnitude may be relevant: FSW case (Arora et al., 2012), it is a question of 40MPa and 3.5mm/s and; the investigated study, it is a question of 80 MPa and 0,008mm/s. It makes sense that the depth of the TTS (fretting corrosion-85N-80µm/s) is roughly 1000 times lower than the one of (stir welding-3000N-3.5mm/s).

Notwithstanding the experimental conditions were drastically different; the morphology related to the Tribological Transformed Structure is similar. Concerning the FSW, friction stir welding, between Titanium alloy against titanium alloy, the affected zone, depth, was around few millimeters. Concerning the affected zone of our study, the Ti-6Al-4V was modified due to fretting corrosion on a roughly depth of few micrometers, Figure 10. 3 orders of magnitude are concerned between both cases but the morphology is quite the same.

The Ti-6Al-4V/Ti got the same evolution of the morphology. The additional information is concerning the transfer of material from Ti-6Al-4V to Ti. The figure 11 is highlighting on MET observations, lamella, some EDS information. It is worth noting that Ti sample is containing some aluminium metal in the TTS. It is the clue to assess that there is some metallic transfer during fretting corrosion from Ti-6Al-4V to Ti. It might be called a kind of ‘fretting Stir Welding, ISW’.

Figure 11: a) TEM analysis in the wear track area of Ti sample in the contact with Ti-6Al-4V, STEM HAADF; b) EDS have been investigated (Aluminium).

3.3.2.Metal/Ceramic combinations: Ti-6Al-4V/Y-TZP and Ti/ Y-TZP against Y-TZP.

The counter material is quite ceramic material, Y-TZP in this section. The Figure 12 is highlighting some small particles in the wear track area of the Ti-6Al-4V. The small particles are slightly, it might be some zirconia particles. The most relevant point is the size, i.e. lower than 1µm, roughly few 100nm. No zirconia material has been found inside the Ti-6Al-4V; it means that there is no mixing process between both materials on the contrary of metal/metal contact. Thanks to Figure 12(b), some grains refinement was occurring by comparison some grains on the top, TTS, and some grains from the down part, bulk material.

Figure 12: a) SEM image on the wear track area; b) TEM analysis under the wear track area of Ti-6Al-4V sample in the contact with Y-TZP

The Figure 13 is quite informative. On the contrary of Ti-6Al-4V, the Ti top surface was modified thanks to fretting corrosion experiments. The grain size did change, refinement, and the most relevant is, on the Figure 13(b), some ceramic material is inserted in the TTS of the titanium sample. After fretting corrosion, there is a kind of welding phase by mixing materials, some zirconia was compacted on the top surface of Ti material. On Ti-6Al-4V, this

3.4.Fretting corrosion impact on dental assemblies

The implants that are not well polished, microscopic scale, do highlight some surface asperities (Apaza-Bedoya et al., 2017). During friction, the roughness is going to promote the materials degradation.

Thus, lifetime of dental prostheses is submitted to the influence of wear (Al Jabbari et al., 2012; Chaturvedi, 2009). Some titanium alloys and pure titanium are efficient against corrosion when the oxides layer is well established without friction or fretting solicitations (Revathi et al., 2017). Notwithstanding the oxides layer is off due to rubbing; the metal corrosion is starting; some metallic ions are generated from the bulk material. As well established the metallic ions are complexed thanks to water (solvent) and some protons are liberated due to acid-base equilibrium (Jolivet, 2016). Consequently, close to the metal, some acidification is enhancing; as a matter of fact, the metal dissolution is promoting (Ryu and Shrotriya, 2013). Thus, some metallic ions and some particles (debris due to wear) do originate some complications around dental implants (Mathew et al., 2014). As an example, the titanium ions do inhibit the hydroxyapatite growing; osteolysis is promoting and the implant may be lost, i.e. no fixation.

From Gurappa (2002), Ti-6Al-4V seems the best option, compared to pure Ti, in the field of implants restorations. It is originated from its high tensile strength, the efficient Young's modulus and its good resistance against pitting and crevice corrosion. Zirconia material is a ceramic material, no corrosion as titanium but harder material, from the mechanical point of view. From our results highlighted above, Ti/Y-TZP highlights an OCP recovering as Ti-6Al-4V, Figure 2. Moreover Ti/Y-TZP got the lowest dissipated energy and the wear volume. By using Ti-6Al-4V, the implants connections may be premature degraded as

insertion was not highlighted. Under stresses, the pure titanium is well accepted the zirconia material as third body, the tribological transformed structure is constituted by mixing both materials in contact, on the contrary of Ti-6Al-4V material. From the physical point of view, one may compare the thermal conductivity and the elongation related to grade 4 and grade 5.

Figure 13: a) TEM analysis in the wear track area of Ti sample in the contact with Y-TZP; STEM HAADF; b) EDS have been investigated (Zirconium).

	Unit	Grade 4	Grade 5
Thermal Conductivity	W/m.k	17,3	6,6
Elongation	%	23	18

Table 1: Thermal conductivity (W/m.K) and elongation (%) of pure titanium, grade 4 and titanium alloy, grade 5 (www.ife.no)

Because of the higher elongation and the thermal conductivity, Ti grade 4, pure titanium may get the ability by transferring more energy in the bulk material than titanium alloy, grade 5.

Titanium alloy is more dedicated to produce debris. On the other way, pure titanium is dedicated to easily build a TTS with the counter material even in solution. Some interesting results have been highlighted about materials science. It might be right to dedicate the materials facts to the dental implant, core of this work.

some additional species, as acidic molecules, fluoride ions, nicotine, lactic acid provided from cariogenic bacteria and extra cellular fluids are taking into account on corrosion of titanium material (Apaza-Bedoya et al., 2017).

Some tests on tribocorrosion, with some fluoride ions concentration (500-2500ppm), are highlighted that the wear was increasing due to fluoride ions, even the main characteristic of wear is mechanic (Licausi et al., 2013). Above a threshold concentration of 1000ppm of fluoride ions, the passive layer is quickly degraded by fluoride ions, thus leading to enhancement of inflammatory reactions via debris releasing (Souza et al., 2012). Another chemical species is playing a major role on the implant's degradation: nicotine. Some studies have been investigated by taking into account the pH influence artificial saliva (Royhman et al., 2015). From these experiments, nicotine has been enhanced to degrade the oxides passive film. Moreover, the corrosion is promoted when the nicotine concentration is increasing. Lastly the lipopolysaccharides, in saliva, by accumulating some biofilm (Apaza-Bedoya et al., 2017; Mathew et al., 2012), degrade the oxides layer and increase the sample roughness. Clinically, some patients, with dental implants, are submitted to some oral infections and the corrosion of those implants is promoted. The implants survival rate is well compromised (Apaza-Bedoya et al., 2017; Mathew et al., 2012; Sridhar et al., 2016). These last elements did emphasize that the solution constitution has a huge impact on the prosthetic behavior and the tribocorrosion interplay. Thus, it is worth noting that the results (ranking) and the conclusions are related to the stimulated human saliva investigated without any additive.

From the results highlighted inside this work, Ti/Y-TZP sounds the best couple of materials in terms of materials combination submitted to fretting corrosion in artificial human saliva. Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V and Ti-6Al-4V/Ti, that are well used, have the behavior in terms of wear.

compared with Ti materials. The SEM and TEM observations were showing that some cracks and materials transformations are occurring surely in the titanium material. There is some material accommodation, concerning Ti, against zirconia. The dissipated energy during fretting corrosion is accommodated thanks to grains refinement, some dislocations generation, some exchange of materials (some zirconia inside the titanium) as shown on Figure 13.

Abrasion wear is well established (Clavel and Bompard, 2009). As described on (Ryu and Shrotriya, 2013), the plastic deformation enhanced by fretting (some dislocations on Figure 10) and the corrosion are generating some debris.

About debris, they are different shapes and sizes. From SEM images, their size is from micrometrical scale till dozens of nanometers. By keeping in mind that gingiva fibroblast diameter is of 30 μm , the nanometric scale of debris may encounter some issues about the bone remodeling. These debris may enhance the phagocytosis by fibroblast and disrupted the usual cells functioning, leading enjoy to apoptosis. This debris misfit was well described in the literature (Mathew et al., 2014; Revathi et al., 2017; Sridhar et al., 2016). Some inflammation, some weird deceleration around implants, was identified around some implants, i.e. allergy (Chaturvedi, 2009). Moreover, due to debris, the osteoclasts differentiation is promoted; thus, the implant failure is ongoing. It is worth noting most of the time, some implants failures are attributed to the dental plaques (Persson and Renvert, 2014).

Due to debris when considering some dental implants, debris may account for implants failure, more than dental plaque (Apaza-Bedoya et al., 2017). It is well argued in the dental community.

The saliva and the related biofilm deteriorate the pure biomechanics behavior of the dental implants (Bordin et al., 2015). The fluid, i.e. saliva or gingival sulcular fluid, is the medium thanks to some corrosion, some pitting corrosion, etc., are triggered. It is worth noting that

4. Conclusion

From this study to mimic the *in vitro* degradation of some implants connections, the pure titanium (grade 4)-zirconia assembly is the best one considering fretting corrosion solicitations. Three other combinations were tested: Titanium alloy (Ti-6Al-4V) vs. zirconia (Y-TZP), Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V and Ti-6Al-4V/Ti. The titanium material is well transformed on the top surface. The tribological transformed structure was well characterized on the titanium material. It is worth noting that these conclusions are depending on the artificial human saliva medium.

Some further materials are nowadays investigated. One might notice that Benea et al. (Benea et al., 2015) made some improvements to enhance the durability of Ti-6Al-4V material as dental implant. Some nanotubes were investigated to enhance the electrochemical stability by promoting some promising osseointegration (Alves et al., 2017). The titanium alloy (titanium-tantalum) (Mareci et al., 2009) and Beta phase titanium alloy should present better corrosion resistance than usual titanium alloy, Ti-6Al-4V, some wear resistance (Cordeiro and Barão, 2017; Revathi et al., 2017). In odontology field, these materials may be a good way to develop some promising insights in that field.

Figure 1 :

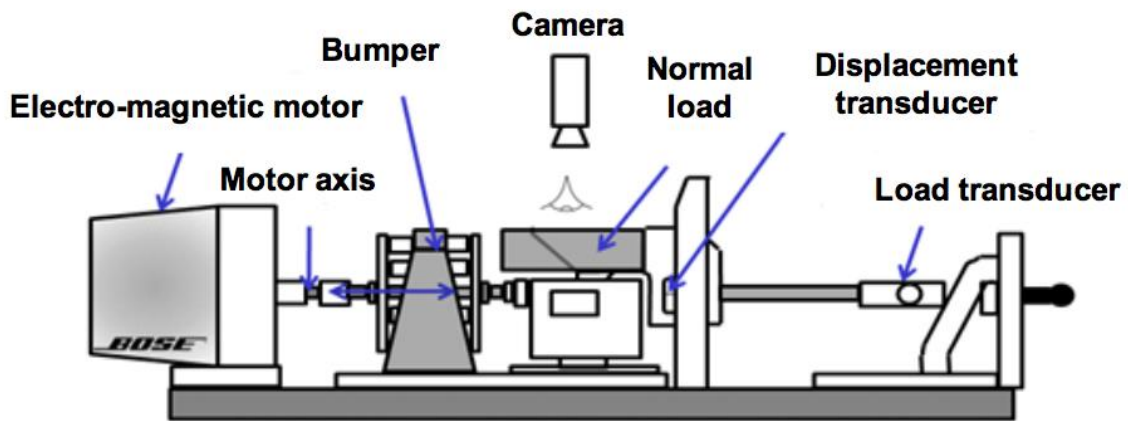


Figure 2 :

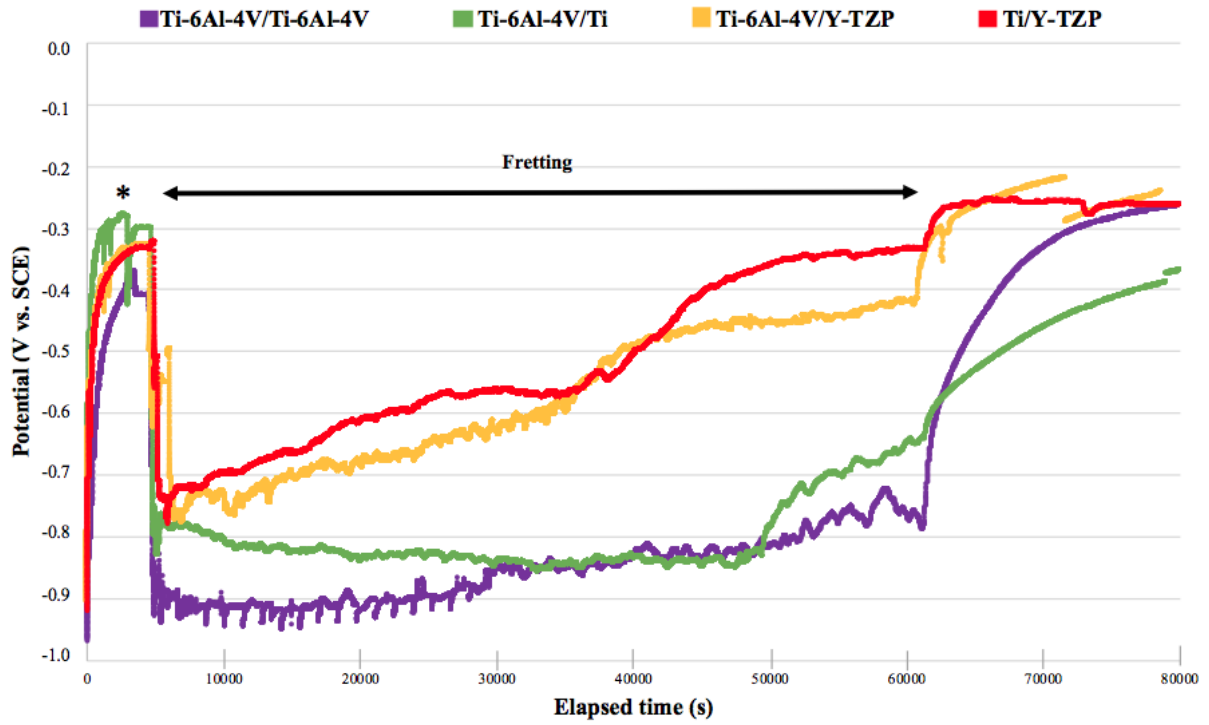


Figure 3 :

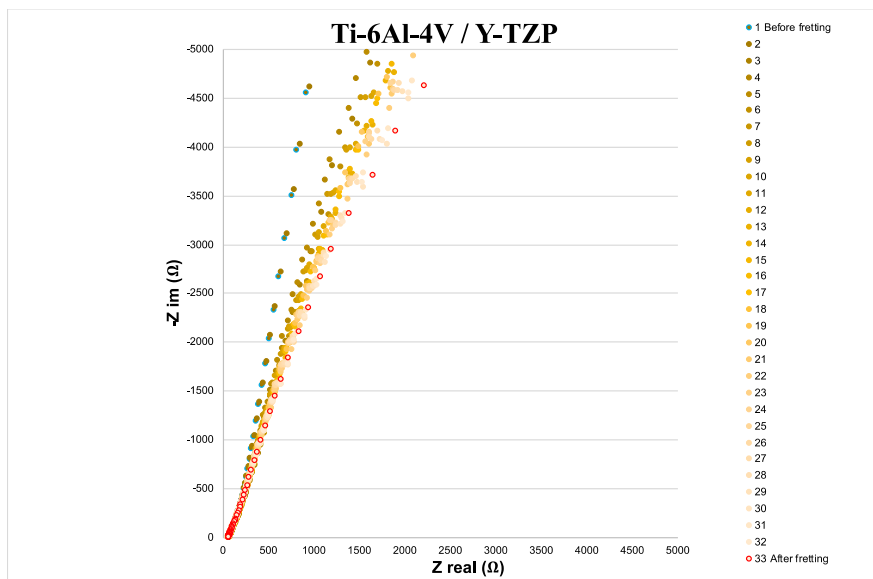


Figure 4 :

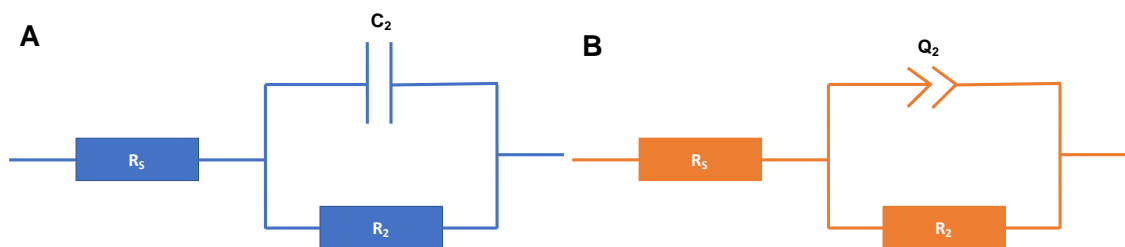


Figure 5 :

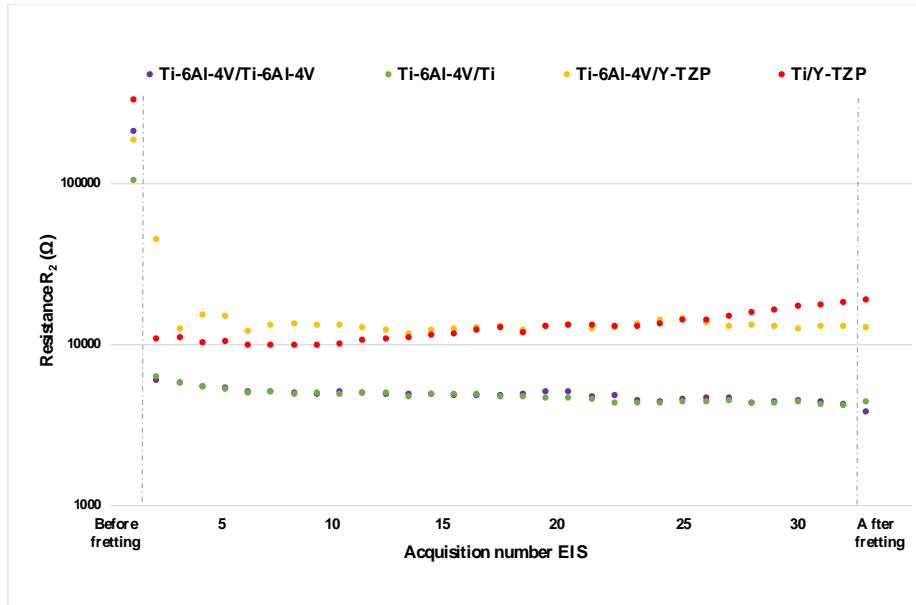


Figure 6 :

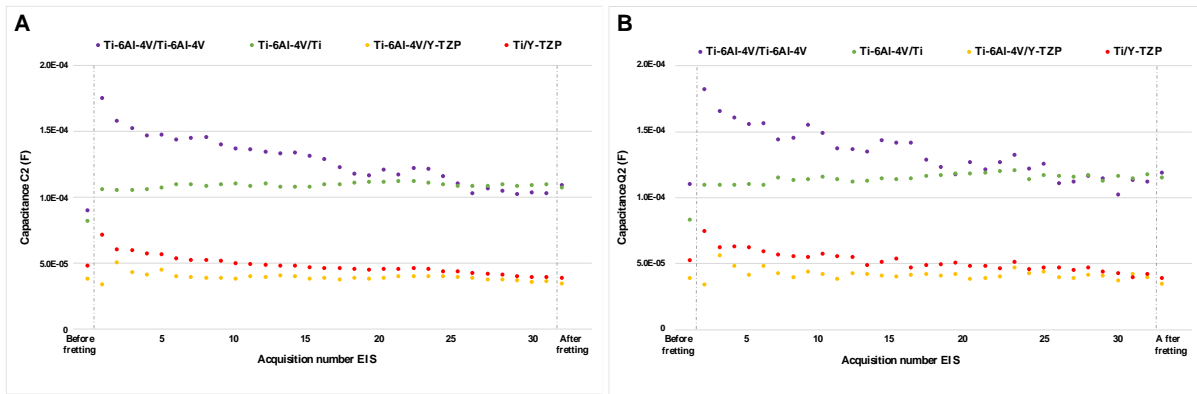


Figure 7 :

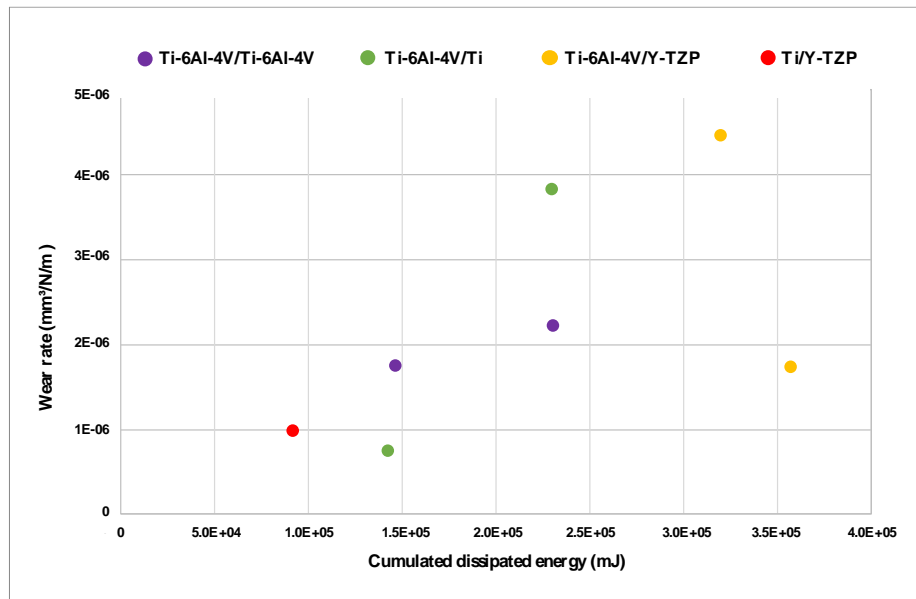


Figure 8 :

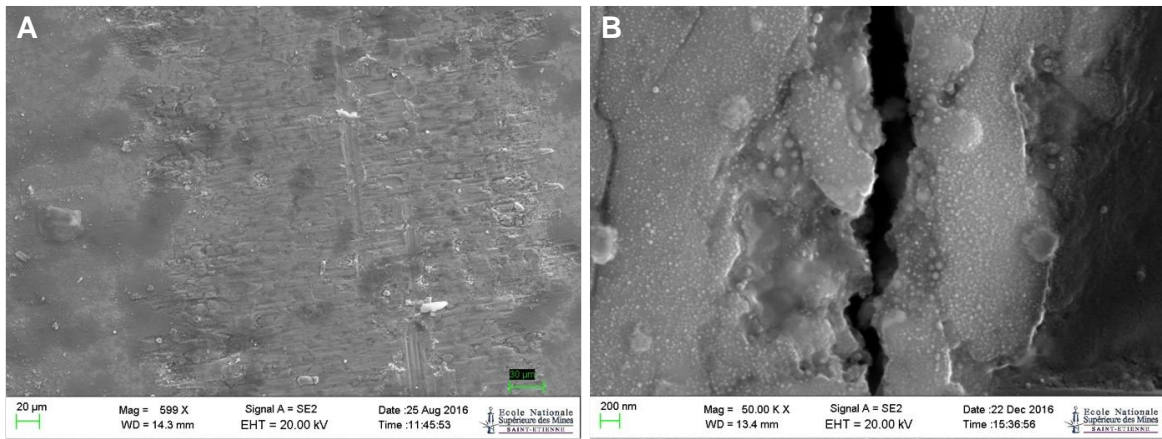


Figure 9 :

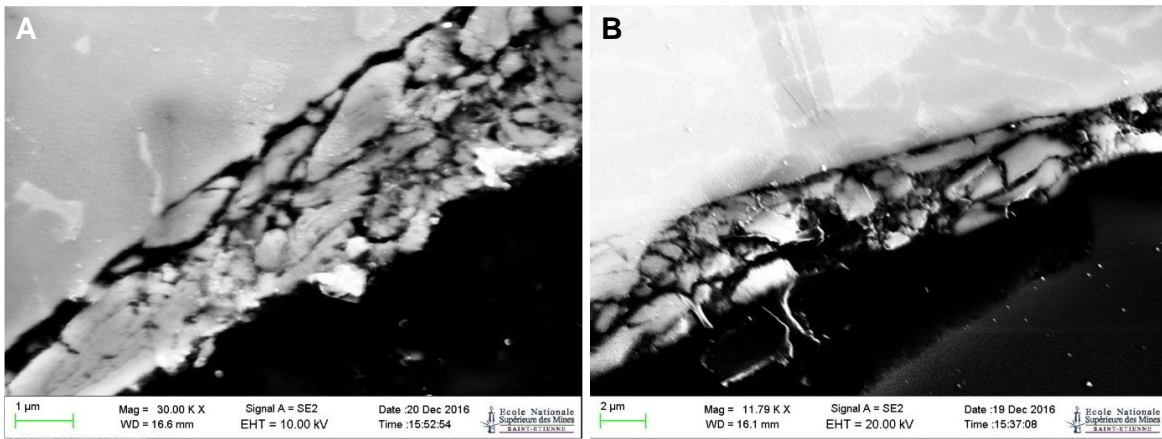


Figure 10 :

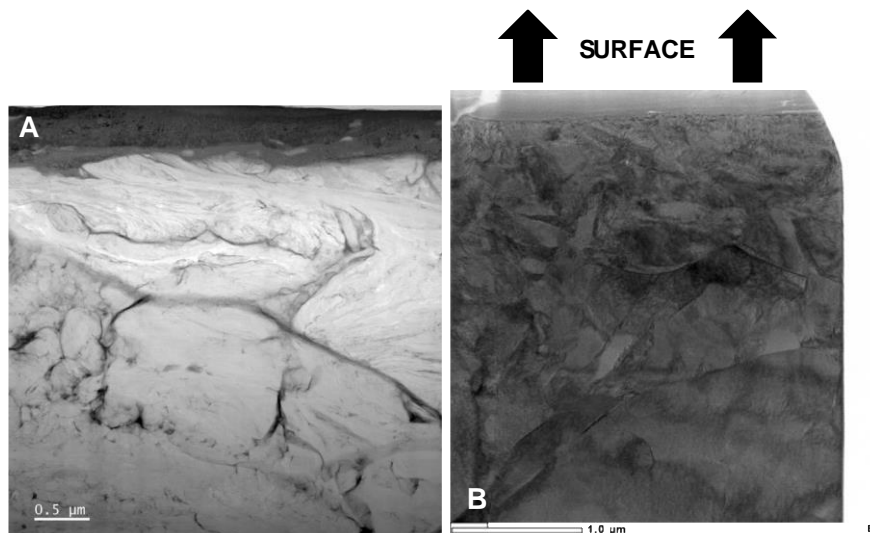


Figure 11 :

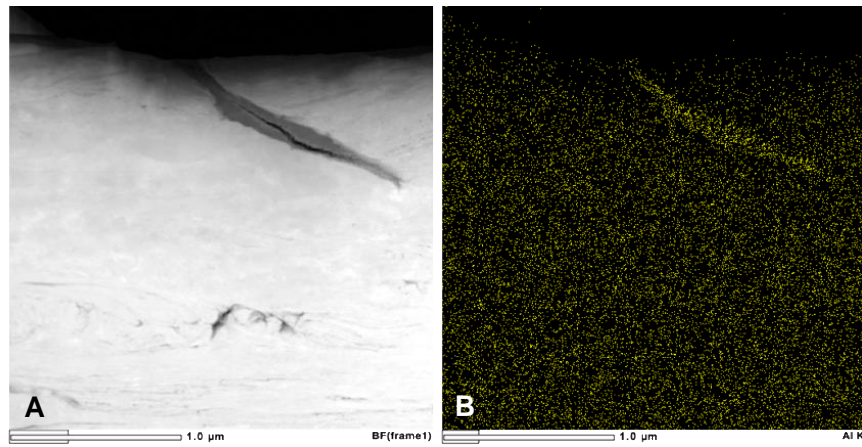


Figure 12 :

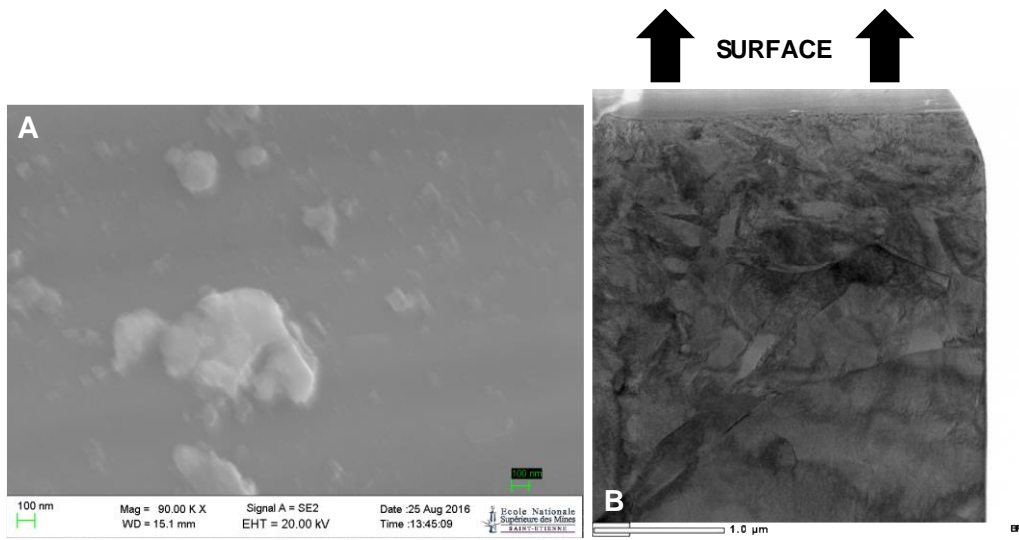
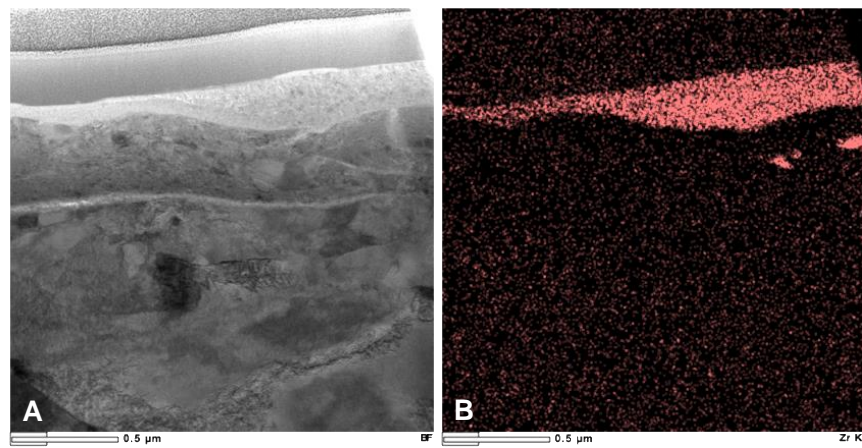


Figure 13 :



Annexe C Communications orales

Avril 2016 (Poitiers, France) - Congrès Plasticité

Étude des mécanismes de dégradation au sein des implants dentaires

P. Corne¹⁻², A. Al Saabi³, A-S Vaillant-Corroy¹⁻², J. Geringer³, F. Cleymand² et P. De March¹⁻²

¹Faculté d'Odontologie de Nancy, Université de Lorraine, France

²Equipe DOLPHIN, Nanomatériaux pour la vie, Département N2EV, Institut Jean Lamour, UMR 7198, CNRS, Université de Lorraine, France

³Mines Saint-Etienne, CIS, STBio, UMR, CNRS 5106, Saint-Etienne, France

La prothèse implantaire en Odontologie ne cesse de se développer et de se démocratiser depuis les travaux de Branemark¹ sur l'ostéointégration du titane pur au niveau des os maxillaires, il y a maintenant 40 ans.

Les prises en charge implantaire sont maintenant de plus en plus complexes et font appel à divers matériaux de reconstitution (titane, alliage de titane (Ti-6Al-4V), zircone yttrée) aux propriétés mécaniques multiples. Les différentes architectures de connexion et les différents couples de matériaux en présence entraînent au sein de la cavité buccale des mécanismes de dégradation responsables d'échecs mécaniques de plus en plus courant en prothèse implantaire allant jusqu'au dévissage voire sa fracture.²

L'étude des mécanismes de frottement, notamment en fretting-corrosion (frottement sous petits débattements), représente une nouvelle approche dans la compréhension des mécanismes de dégradation entre un implant, son pilier et sa vis. L'utilisation des techniques de tomographie 3D à rayons X permet de visualiser, sans destruction des échantillons, la connexion implantaire et de mieux comprendre les mécanismes de frottement qui s'opèrent aux interfaces. La mise en évidence des mécanismes élémentaires de dégradation de ces matériaux à l'aide de la Microscopie Optique, Microscopie Electronique à Balayage et de l'analyse par micro-raman permet de comprendre les relations entre les mécanismes de déformation et la tenue des implants en service.

1. Branemark P-I. Osseointegration and its experimental background. *J Prosthet Dent* 1983;50:399-410
2. Shemtov-Yona K, Rittel D. On the mechanical integrity of retrieved dental implants. *J Mech Behav Biomed Mater*. 2015;49:290-9

Septembre 2016 (Montpellier, France) - Congrès Eurocorr

Fretting Corrosion in Dental Implants

P. Corne¹⁻², P. De March¹⁻², F. Cleymand² et J. Geringer³

¹*Faculté d'Odontologie de Nancy, Université de Lorraine, France*

²*Equipe DOLPHIN, Nanomatériaux pour la vie, Département N2EV, Institut Jean Lamour, UMR 7198, CNRS, Université de Lorraine, France*

³*Mines Saint-Etienne, CIS, STBio, UMR, CNRS 5106, Saint-Etienne, France*

600,000 dental implants are implanted in France every year; it is a question of more than 1 million all over the world. The total implants lifetime is about 10 years nowadays. Unfortunately, during these 10 years 15-20% of implants did not succeed. Some combinations of biomaterials are available in order to mimic the anchorage process of teeth. A study based on fretting corrosion investigations has been performed. In order to be so close as possible to the actual conditions, some biomaterials used for manufacturing dental implants have been tested in human saliva. The targeted combination is around the dental implant and the abutment. Ti-6Al-4V, pure Ti, zirconia stabilized with Ytria, PEEK (PolyEtherEtherketone) are the studied materials.

The device is a Fretting corrosion machine that has been developed by Mines Saint-Etienne and Bose Company. The sliding conditions were: a sinusoidal displacement of 80µm during 16 and 4 hours. The contact stress has been estimated from the actual junction between implant and abutment (Astra™ TX4.5, Dentsply™/Atlantis™ titanium abutment) from modeling investigations (Finite elements). The average contact stress was considered of 130 MPa.

After tests, the total average wear volume of titanium was the highest against zirconia material. At the opposite the lowest titanium wear volume has been reached thanks to PEEK counter material. Thus the Open Circuit Potential (OCP) evolution has been precisely checked. The lowest decrease at the beginning of the fretting test has been highlighted by Ti-6Al-4V against PEEK material. Additionally, some investigations with SEM high resolution have been performed in order to show different wear mechanisms.

Avril 2017 (San Diego, États -Unis) – Congrès “International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films”

Fretting Corrosion of Biomaterials dedicated to Dental Implants: Quantitative and Qualitative Insights

P. Corne¹⁻², P. De March¹⁻², F. Cleymand² et J. Geringer³

¹Faculté d'Odontologie de Nancy, Université de Lorraine, France

²Equipe DOLPHIN, Nanomatériaux pour la vie, Département N2EV, Institut Jean Lamour, UMR 7198, CNRS, Université de Lorraine, France

³Mines Saint-Etienne, CIS, STBio, UMR, CNRS 5106, Saint-Etienne, France

600,000 dental implants are implanted in France every year; it is a question of more than 1 million all over the world. The total implants lifetime is about 10 years nowadays. Unfortunately, during these 10 years 15-20% of implants did not succeed. Some combinations of biomaterials are available in order to mimic the anchorage process of teeth. A study based on fretting corrosion investigations has been performed. In order to be so close as possible to the actual conditions, some biomaterials used for manufacturing dental implants have been tested in human saliva. The targeted combination is around the dental implant and the abutment. Ti-6Al-4V, pure Ti, zirconia stabilized with Ytria, PEEK (PolyEtherEtherketone) are the studied materials.

The device is a Fretting corrosion machine that has been developed by Mines Saint-Etienne and Bose Company. The sliding conditions were: a sinusoidal displacement of 80µm during 16 and 4 hours. The contact stress has been estimated from the actual junction between implant and abutment (Astra™ TX4.5, Dentsply™/Atlantis™ titanium abutment) from modeling investigations (Finite elements). The average contact stress was considered of 130 MPa.

After tests, the total average wear volume of titanium was the highest against zirconia material. At the opposite the lowest titanium wear volume has been reached thanks to PEEK counter material. Thus the Open Circuit Potential (OCP) evolution has been precisely checked. The lowest decrease at the beginning of the fretting test has been highlighted by Ti-6Al-4V against PEEK material. Additionally, some investigations with SEM high resolution have been performed in order to show different wear mechanisms.

Annexe D Communications affichées

Juillet 2015 (Paris, France) - Congrès de la Société Francophone des biomatériaux dentaires

First investigation in fretting corrosion against dental implant and abutment

P. Corne^{1,2}, A-S Vaillant-Corroy^{1,2}, A. Alsaabi³, F. Cleymand², P. De March^{1,2}, J. Geringer³

¹ Care teaching and research dental center of Nancy, France. ² Research group Dolphin, Department N2EV, Institut Jean Lamour, UMR 7198, CNRS, Lorraine University, France.

³ Mines Saint-Etienne, CIS, B2M, UMR, CNRS 5306, Saint-Etienne, France.

INTRODUCTION: Studying fretting corrosion related to dental implant connections is a new approach for understanding the degradation of mechanism between dental implant and abutment. Two combinations of materials have been investigated corresponding to two links in actual junctions. The behaviour of fretting corrosion between titanium alloy against titanium alloy and titanium alloy against zirconium in artificial saliva has been highlighted.

METHODS: The samples were pure titanium alloy (Ti-6Al-4V, grade V) like screw, implant or abutment and zirconia stabilized with Ytria like abutment. The friction observed was cylinder against plan in order to control contact. The experiments have been carried out thanks to a tribocorrosimeter (fretting) developed by Mines Saint-Etienne and Bose Company [1]. In this way, the sliding distance was sinusoidal of 80 µm during 4 hours. The contact stress was been estimated from the actual junction between implant and abutment (Astra™ TX4.5, Dentsply™/Atlantis™ titanium abutment). The average contact stress was of 130 MPa.

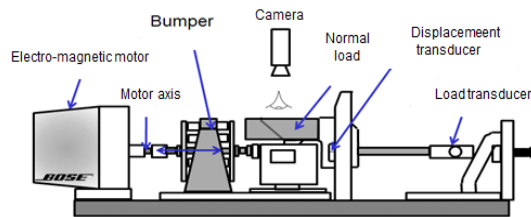


Fig. 1: Fretting-corrosion device [1].

The investigated solution was a Ringer solution added with bovine albumin [2]. Notwithstanding the ionic strength was the same than the one of the human saliva, i.e. is 0,154 mol.L⁻¹ [3-4]. The ionic strength was as following: $I = 1/2 \sum z_i \cdot C_i$ (Z_i : number of electrical charges for each ion; C_i : concentration (mol.L⁻¹))

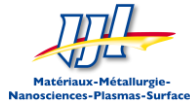
Two types of experiments were been carried out: titanium alloy against titanium alloy and titanium alloy against zirconium, in order to reproduce the friction between implant and abutment or abutment and screw.

RESULTS: The total average wear volume of zirconia against titanium alloy was higher that the one related to titanium alloy against titanium alloy. The Open Circuit Potential (OCP) evolution concerning both couples was as expected: decrease at the beginning (corrosion) and increase at the end of fretting phase. The values were the same at the beginning and at the end with combination of titanium alloys. However, the OCP evolution of metal combined with zirconia showed that the end-value was lower, sign of corrosion of metal even after fretting test. Some investigations on Electrochemical Impedance Spectroscopy showed the same tendency. Further studies are in progress on this topic.

DISCUSSION & CONCLUSIONS: It seems that friction between zirconia and titanium alloy involves more damage and fragments than titanium alloy against titanium alloy. This alloy seems to be so insulating at the beginning. Under friction, due to OCP decrease, it involves oxides/metal dissolution. The potential goes back up at the end of the experiment because new oxides may appear and protect titanium samples. The experiment with zirconia shows a long and slow rise of potential. That might explain the higher wear volume due to active dissolution even after fretting stop.

REFERENCES: ¹J. Geringer, D.D Macdonald (2014) *Materials Letters* **134**:152-7. ²J. Geringer, B. Forest, P. Combrade. *Wear* **259**:943-51. ³N.N. Rehak, S.A. Cecco, and G. Csako (2000) *Clin Chem Lab Med* **38**,4:335-43. ⁴C. Pellerin, B. Pellat (1986) *Biochimie odonto-stomatologique* (eds. Masson)

ACKNOWLEDGEMENTS: The authors are grateful to the manufacturing lab of Mines Saint-Etienne and hospital of Saint-Etienne, CHU, Orthopedic service, Pr Farizon.



étude par fretting-corrosion des mécanismes de dégradation de la connexion pilier implantaire/implant dentaire

P. CORNE^{1,3}, A. ALSAABI², A-S VAILLANT-CORROY^{1,3}, F. CLEYMAND¹, P. DE MARCHI^{1,3}, J. GERINGER²

¹ Equipe Dolphin, Département N2EV, Institut Jean Lamour, UMR CNRS 7198, Université de Lorraine, France.

² Ecole des Mines de Saint-Etienne, ClS B2M, UMR CNRS 5306, Saint-Etienne, France. ³ Centre de Soins Enseignement Recherche Dentaire de Nancy

INTRODUCTION: L'étude de la connexion implantaire par fretting-corrosion en milieu buccal simulé est une approche nouvelle permettant de mieux comprendre les phénomènes physico-chimiques de dégradation entre un implant dentaire et son pilier. Un système tribologique incluant des matériaux couramment employés en prothèse implantaire ont ainsi été étudiés en salive artificielle :

Ti-6Al-4V, grade V / Ti-6Al-4V, grade V et Ti-6Al-4V, grade V / ZrO₂-Y₂O₃.

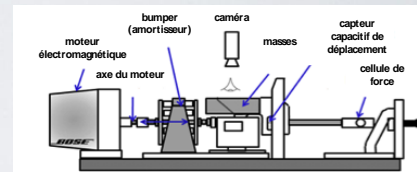
MATERIELSET METHODE :

Les matériaux utilisés :

- 1) **alliage de titane Ti-6Al-4V de grade V** employé dans les implants, vis et piliers implantaires
- 2) **zircone stabilisée à l'yttrium ZrO₂-Y₂O₃** employée dans les piliers implantaires

Études réalisées à l'aide d'un tribo-corrosimètre («fretting-corrosion») développé par l'École des Mines de Saint-Étienne en collaboration avec l'entreprise Bøse [1].

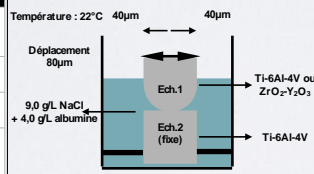
Schéma du dispositif de fretting-corrosion



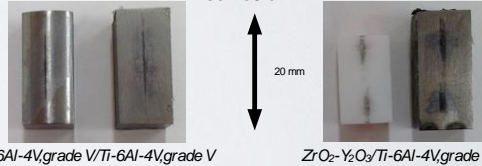
Protocole Opérateur : déplacement horizontal par translation de faible amplitude (80µm) en environnement simulé (salive artificielle)

Conditions Expérimentales	
Solution	9,0 g/L NaCl + 4,0 g/L albumine
Géométrie de contact	Cylindre/Plan
Pression de contact	130 MPa
Amplitude totale de déplacement	80 µm

Schéma du système tribologique



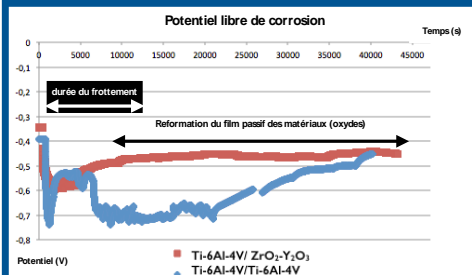
Observations optiques des surfaces des couples après fretting-corrosion



Ti-6Al-4V,grade V/Ti-6Al-4V,grade V

ZrO₂-Y₂O₃/Ti-6Al-4V,grade V

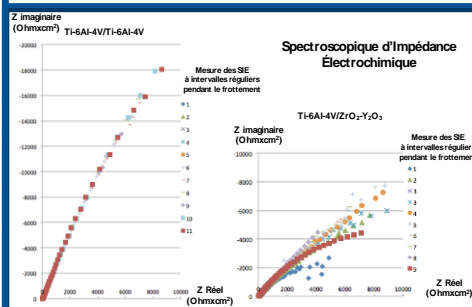
RESULTATS:



Chute du potentiel libre de corrosion au début du frottement => dépassement des matériaux

Ti-6Al-4V/ZrO₂-Y₂O₃ : Contact moins endommagé par le frottement

L'endommagement des matériaux continue après l'arrêt du frottement

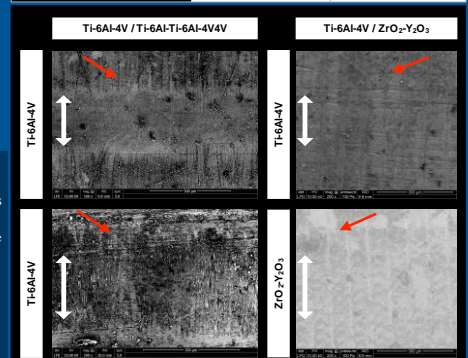


Conditions expérimentales : polarisation cathodique 1 Volt I_h de PLC pour équilibre des charges à la surface des matériaux mesure des SIE pendant toute la durée du frottement

Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V : pas de modification des courbes pendant le frottement, le matériau est tout le temps endommagé

Ti-6Al-4V/ZrO₂-Y₂O₃ : avec le frottement, le matériau est de moins en moins passif

Volume d'usure moyen (10 ³ µm ³)	Ti-6Al-4V,grade V / Ti-6Al-4V,grade V	Ti-6Al-4V,grade V / ZrO ₂ -Y ₂ O ₃
Echantillons plan (Ti-6Al-4V)	1,98 (+/-0,69)	5,51 (+/-2,00)
Echantillons cylindrique (Ti-6Al-4V/ZrO ₂ -Y ₂ O ₃)	4,53 (+/-1,00)	71,60 (+/-3,88)



Présence d'endommagement (fissures) en dehors de la zone de frottement => système de frottement non confiné

CONCLUSIONS & PERSPECTIVES :

Les mécanismes d'endommagement diffèrent entre chaque couple de matériaux

Il semblerait que la zircone ZrO₂-Y₂O₃ favorise un retour du film de passivation plus rapide sur le Ti-6Al-4V

Ces premières conclusions seront complétées par des études complémentaires notamment en environnement salivaire humain et pour les autres couples de matériaux présents dans les connexions implantaires.

REFERENCES: ¹J. Gerlinger, D.D Macdonald (2014) *Materials Letters* 134:152-7. ²J. Gerlinger, B. Forest, P. Combrade. *Wear* 259:943-51. ³N.N. Rehak, S.A. Cecco, and G. Csako (2000) *Clin Chem Lab Med* 38,4:335-43. ⁴C. Pellerin, B. Pellat (1986) *Biochimie odonto-stomatologique* (eds. Masson)

Contact : pascal.corne@univ-lorraine.fr

Juin 2017 (Nancy, France) – Congrès DocSciLor

Fretting corrosion of biomaterials dedicated to dental implants /poster

Pascale CORNE^a, Pascal De March^b, Franck Cleymand^c, Jean Geringer^d

a) Institut Jean Lamour, University of Lorraine, UMR CNRS 7198, Nancy, France.

b) Institut Jean Lamour, University of Lorraine, UMR CNRS 7198, Nancy, France.

c) Institut Jean Lamour, University of Lorraine, UMR CNRS 7198, Nancy, France.

d) Mines Saint Etienne, UMR CNRS 5306, Saint-Etienne, France.

Email : pascale.corne@univ-lorraine.fr

600,000 dental implants are implanted in France every year; it is a question of more than 1 million all over the world. Unfortunately, 15-20% of implants did not succeed for mechanical or biological reasons. Understand the reason to these failures and wear of these materials in implant life time is an important challenge for public health.

Some combinations of biomaterials are available in order to mimic the anchorage process of teeth. A study based on fretting corrosion investigations has been performed. In order to be so close as possible to the actual conditions, some biomaterials used for manufacturing dental implants have been tested in human saliva. The targeted combination is around the dental implant and the abutment. Ti-6Al-4V, pure Titanium, zirconia stabilized with Yttria and PEEK (PolyEtherEtherketone) are the studied materials. The device is a Fretting corrosion machine that has been developed by Mines Saint-Etienne and Bose Company. The sliding conditions were: a sinusoidal displacement of 80µm during 16 and 4 hours. The contact stress has been estimated from the actual junction between implant and abutment (Astra™ TX4.5, Dentsply™/Atlantis™ titanium abutment) from modeling investigations (Finite elements). The average contact stress was considered of 130 MPa.

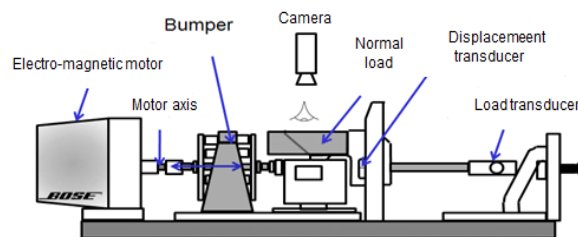


Fig. 1: Friction-corrosion diagram.

After tests, the total average wear volume of titanium was the highest against zirconia material. At the opposite the lowest titanium wear volume has been reached thanks to PEEK counter material. Thus the Open Circuit Potential (OCP) evolution has been precisely checked. The lowest decrease at the beginning of the fretting test has been highlighted by Ti-6Al-4V against PEEK material.



fretting-corrosion of biomaterials dedicated to dental implants in human saliva

P. CORNE¹, P. DE MARCHI¹, F. CLEYMAND¹, J. GERINGER²

¹ Equipe Dolphin, Département N2EV, Institut Jean Lamour, UMR CNRS 7198, Université de Lorraine, France.

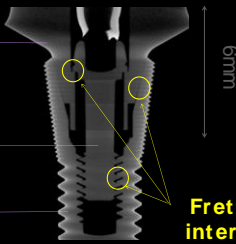
² Mines Saint-Etienne, C1S, B2M, INSERM U 1059, Saint-Etienne, France.

INTRODUCTION: About 600,000 dental implants are implanted in France every year. 15-20% of implants did not succeed for mechanical or biological reasons. Fretting-corrosion is explaining most of case some failures. What might be the best combination of materials in terms of lifetime under fretting-corrosion about dental implants?

Abutment:
Ti6Al4V
ZrO₂-Y₂O₃

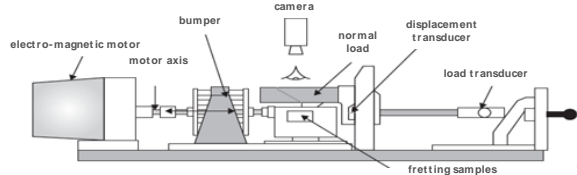
Screw:
Ti6Al4V

Dental implant:
Ti (grade 4)
Ti6Al4V



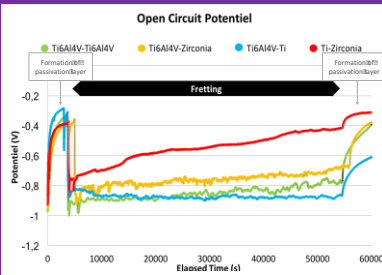
Fretting interface

MATERIAL and METHODS : Experimental system, performed thanks to Bose and Mines of Saint-Etienne[1].

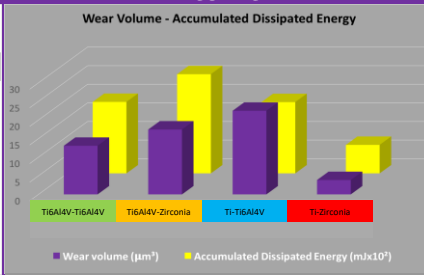


Device couple	Solution	Cycles	Time	Load	Displacement
Ti6Al4V-Ti6Al4V	Human saliva	57600	16h	127.5 N	+/- 40 µm
Ti6Al4V-Zirconia	Human saliva	57600	16h	85 N	+/- 40 µm
Ti-Ti6Al4V	Human saliva	57600	16h	127.5 N	+/- 40 µm
Ti-Zirconia	Human saliva	57600	16h	85 N	+/- 40 µm

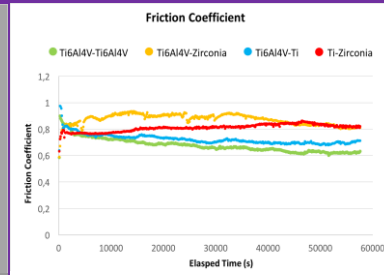
RESULTS:



At the beginning of fretting, every metallic material lost the passivation layer. Ti6Al4V-Ti is the couple most influenced by the fretting. Ti6Al4V-Zirconia highlights some protection against fretting, OCP increase.



Ti6Al4V-Ti highlights the higher wear volume, about 5 times higher than Ti-Zirconia. The accumulated dissipated energy is higher with Ti6Al4V-Zirconia, about 3 times higher than Ti-Zirconia.



The analysis of friction coefficient are in the same value between 0.6 and 1 for every couple of materials. The friction coefficient of Ti6Al4V-Ti6Al4V is slightly lower than the others ones.

	Ti6Al4V-Ti6Al4V	Ti6Al4V-Zirconia	Ti-Ti6Al4V	Ti-Zirconia
Scanning Electron Microscopy				
Fretting Area				
Particles				

All materials present some degradations in fretting area. In these conditions, fretting-corrosion leads to generation of particules about 3-4 µm, except with Ti6Al4V-Zirconia which presents smaller particules than other fretting couples.

CONCLUSIONS and OUTLOOK:

Ti6Al4V-Ti is the most couple used actually in dental implant connexion but is also the couple which shows the most degradation in fretting-corrosion.

More investigations are required to analyze degradations and wear mechanisms in dental implant assemblies.

The analyse of particules could explain some inflammatory process around implant².

REFERENCES: ¹ J. Gerlinger, D.D Macdonald (2014) *Materials Letters* 134:152-7.

² S. Bhandari, V. Rattan, N. Panda, K. Vaiphei, B. Rai mital (2016) *Journal of prosthetic dentistry* 115: 658-61.

Index des figures

FIGURE I-1 SCHEMA REPRESENTANT LES DIFFERENTS ELEMENTS COMPOSANTS UN SYSTEME IMPLANTO-PROTHETIQUE (RESTAURATION CORONO-PERIPHERIQUE SCLEE SUR PILIER TRANSVISSE)	11
FIGURE I-2 EXEMPLE DE VARIABILITES DE GEOMETRIE EXTERIEURE IMPLANTAIRE ¹⁻⁴	12
FIGURE I-3 VARIABILITE DE GEOMETRIE INTERNE IMPLANTAIRE.....	12
FIGURE I-4 UTILISATION D'UN PILIER IMPLANTAIRE NON NITRURE : A : PILIER IMPLANTAIRE ¹ B : EN SITUATION CLINIQUE (LES FLECHES INDIQUENT LES POSITIONS DES PILIERS)	13
FIGURE I-5 UTILISATION D'UN PILIER IMPLANTAIRE NITRURE : A : PILIER IMPLANTAIRE ¹ B : EN SITUATION CLINIQUE (LA FLECHE INDIQUE LA POSITION DU PILIER)	13
FIGURE I-6 UTILISATION D'UN PILIER IMPLANTAIRE EN ZIRCON YTRIEE : A : PILIER IMPLANTAIRE ¹ B : EN SITUATION CLINIQUE (LA FLECHE INDIQUE LA POSITION DU PILIER).....	13
FIGURE I-7 COURONNE UNITAIRE SUR IMPLANT	14
FIGURE I-8 PROTHESES PLURALES SUR IMPLANTS (COURTOISIE DR VAILLANT, MCU-PH NANCY)	14
FIGURE I-9 DIFFERENTS TYPES DE PROTHESE COMPLETE SUR IMPLANTS (DENSPTLY ⁴) : A : PROTHESE COMPLETE AMOVIBLE , B : RETENUE PAR 4 COIFFES TELESCOPES SUR IMPLANTS , C : RETENUE PAR UNE BARRE TRANSVISSEE SUR IMPLANTS	15
FIGURE I-10 CONNEXION EXTERNE : A : SCHEMA D'UNE COUPE TRANSVERSALE D'UN ASSEMBLAGE PROTHETICO-IMPLANTAIRE, B : IMPLANT AVEC CONNEXION EXTERNE(NOBEL BIOCARE ³)	16
FIGURE I-11 CONNEXION INTERNE : A : SCHEMA D'UNE COUPE TRANSVERSALE D'UN ASSEMBLAGE PROTHETICO-IMPLANTAIRE, B : IMPLANT AVEC CONNEXION INTERNE (NOBEL BIOCARE ³)	16
FIGURE I-12 PROTHESE TRANSVISSEE : A : SCHEMA D'UNE COUPE TRANSVERSALE D'UN ASSEMBLAGE PROTHETICO-IMPLANTAIRE, B : EXEMPLE D'UNE PROTHESE TRANSVISSEE UNITAIRE (SCIT ¹⁶)	17
FIGURE I-13 PROTHESE SCLEE : A : SCHEMA D'UNE COUPE TRANSVERSALE D'UN ASSEMBLAGE PROTHETICO-IMPLANTAIRE, B : IMAGE D'UNE CONCEPTION DE PROTHESE SCLEE (LOGICIEL CEREC TM)	18
FIGURE I-14 SCHEMA EXPLICATIF DU COMPORTEMENT DES ELEMENTS IMPLANTO-PROTHETIQUE LORS DU SERRAGE	19
FIGURE I-15 SCHEMA REPRESENTATIF DES DIFFERENTES ETAPES DU DESSERRAGE : DE LA PERTE DE LA PRECONTRAINTTE AU DEVISSAGE.....	25
FIGURE I-16 CLE DYNAMOMETRIQUE A DECLENCHEMENT : A : MISE EN PLACE DE LA CLE, B : APPLICATION DU TORQUE, C : CHOIX DU TORQUE DE SERRAGE	26
FIGURE I-17 CLE DYNAMOMETRIQUE A RESSORT : A : MISE EN PLACE DE LA CLE, B : APPLICATION DU TORQUE, C : CHOIX DU TORQUE DE SERRAGE.....	27
FIGURE I-18 IMAGERIE DE TOMOGRAPHIE 3D REVELANT LES DIFFERENCES D'ADAPTATION SUR UN IMPLANT STRAUMANN TM RC 4.1(STRAUMANN ⁴) : A : AVEC PILIER ORIGINAL STRAUMANN TM (1 : TETE DE VIS CONIQUE ; 2 : SURFACES DE CONTACT RADIALES ; 3 : INTERFACE IMPLANT/PILIER CONIQUE ; 4 : ENGRENEMENT PROFOND IMPLANT/PILIER) ; B : AVEC PILIER COMPATIBLE NOBELPROCERA TM ; C : AVEC PILIER COMPATIBLE ATLANTIS TM	29
FIGURE I-19 SCHEMA PRESENTANT DIFFERENTS DEGRES DE DEFAT D'AJUSTAGE UNILATERAL (ASSUNÇÃO ET AL. ⁸¹).....	29

FIGURE I-20 REPARTITION DES CONTRAINTES DANS LA CONNEXION IMPLANTAIRE EN CAS DE CONTRAINTES OBLIQUES, RESPONSABLE DE TORSIONS AU NIVEAU DU CORPS DE LA VIS POUVANT CONDUIRE A UNE FRACTURE	31
FIGURE I-21 PROTHESE TRANSVISSEE DE TYPE « ALL-ON-FOUR » (NOBEL BIO CARE ³)	32
FIGURE I-22 RESTAURATION PROTHETIQUE ESTHETIQUE TRANSVISSEE A L'AIDE D'UNE TI-BASE METALLIQUE ET UNE SUPRASTRUCTURE EN CERAMIQUE	33
FIGURE I-23. INTERFACES DE FROTTEMENT DANS UN IMPLANT DENTAIRE	36
FIGURE I-24 SCHEMA DEFINISSANT LA TRIBOCORROSION (D'APRES MATHEW ¹¹³)	37
FIGURE I-25 DIFFERENTS PARAMETRES MECANQUES, PHENOMENES ELECTROCHIMIQUES, ET CARACTERISTIQUES DU SYSTEME AUX INFLUENCES SIMULTANEEES A PRENDRE EN COMPTE EN TRIBOCORROSION (D'APRES PONTIAUX ¹¹⁴)	38
FIGURE I-26 IMAGE DE MICROSCOPIE ÉLECTRONIQUE A BALAYAGE MONTRANT DE LA PRESENCE D'UNE FISSURE SUR UN IMPLANT EX-VIVO (SHEMTOV-YONA ET AL. ¹⁴⁸)	43
FIGURE II-1 REPOSITIONNEMENT DU PILIER DANS L'IMPLANT GRACE A LA CLE.....	57
FIGURE II-2 A : CLE A DECLENCHEMENT CRESCO™, B : DISPOSITION DES ELEMENTS LORS DES SERRAGE.....	57
FIGURE II-3 UTILISATION DU COUPLEMETRE TOR11-D200X-00™	58
FIGURE II-4 PRINCIPALES CARACTERISTIQUES TECHNIQUES DES IMPLANTS (DENTSPLY ¹⁶)	60
FIGURE II-5 IMAGERIE DE MICROSCOPIE OPTIQUE D'UN IMPLANT A : VISUALISATION DU COL IMPLANTAIRE ; B : VISUALISATION DE LA ZONE D'INDEXATION DE LA CONNEXION	60
FIGURE II-6 CARACTERISTIQUES PRINCIPALES TECHNIQUES DES PILIERS ETUDIES (DENTSPLY ¹⁶).....	61
FIGURE II-7 IMAGERIE DE MICROSCOPIE OPTIQUE DE LA CONNEXION D'UN PILIER IMPLANTAIRE	61
FIGURE II-8 CARACTERISTIQUES PRINCIPALES DES VIS ETUDIEES (DENTSPLY ¹⁶)	62
FIGURE II-9 IMAGERIE MEB D'UNE VIS IMPLANTAIRE	62
FIGURE II-10 CREATION DES MODELES DE CAO DE L'IMPLANT, DU PILIER ET DE LA VIS A L'AIDE DU LOGICIEL SOLIDWORKS™	63
FIGURE II-11 REPRESENTATION DES PIECES IMPLANTAIRES APRES MAILLAGE SOUS ABAQUS™ : A : IMPLANT ; B : PILIER IMPLANTAIRE ; C : VIS IMPLANTAIRE	63
FIGURE II-12. TRIBOCORROSIMETRE	65
FIGURE II-13 ZONES OBSERVEES SUR L'IMPLANT AU MEB	74
FIGURE II-14 ZONES OBSERVEES SUR LE PILIER AU MEB	75
FIGURE II-15 ZONES OBSERVEES SUR LA VIS AU MEB : SCHEMA PRESENTANT LES DIFFERENTES PARTIES D'UNE VIS IMPLANTAIRE	75
FIGURE II-16 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES QUATRE GRANDS ORDRES D'UNE SURFACE	77
FIGURE II-17 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DU PARAMETRE S_A^{26}	80
FIGURE II-18 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DU PARAMETRE S_Q^{26}	81
FIGURE II-19 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DU PARAMETRE S_Z^{26}	81
FIGURE II-20 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DU PARAMETRE S_{SK}^{26}	82
FIGURE II-21 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DU PARAMETRE S_{KU}^{26}	83
FIGURE II-22 DELIMITATION DES ZONES ETUDIEES AU NIVEAU DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE A L'AIDE DU TOMOGRAPHE ET LOGICIEL IMAGEJ™	84

FIGURES II-23 IMAGERIES OBTENUES PAR TOMOGRAPHIE 3D COUPLE AU LOGICIEL IMAGEJ™ MONTRANT LES ZONES DE NON-CONTACT AU SEIN DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE : A : PARTIE HAUTE DE LA CONNEXION ; B : ZONE D'INDEXATION PILIER/IMPLANT ; C : ZONE DU PAS DE VIS	84
FIGURE II-24 REPRESENTATION SCHEMATIQUE DES PARAMETRES MATHEMATQUES MESURES POUR LE CALCUL DU VOLUME D'USURE	86
FIGURE II-25 COUPLEMETRE TOR11-D200X-00™	88
FIGURE II-26 MONTAGE A TROIS ELECTRODES UTILISE POUR LES MESURES ELECTROCHIMIQUE.....	89
FIGURE II-27 CYCLE DE LISSAJOUS.....	91
FIGURE II-28 DIAGRAMME DE NYQUIST	92
FIGURE II-29 CIRCUITS ELECTRIQUES EQUIVALENTS UTILISES POUR LE CALCUL DE R_s , R_2 , C_2 ET Q_2 : A : CIRCUIT $R_s + R_2 / C_2$; B : CIRCUIT $R_s + R_2 / Q_2$	93
FIGURE II-30 COURBE FORCE/DEPLACEMENT	94
FIGURE III-1 SPECTRE EDS OBTENU SUR UN IMPLANT DENTAIRE OSSEOSPEED™ (DENTSPLY IMPLANT™)	99
FIGURE III-2 SPECTRE EDS OBTENU SUR UN PILIER IMPLANTAIRE TiDESIGN™ (DENTSPLY IMPLANT™)	100
FIGURE III-3 SPECTRE EDS OBTENU SUR ECHANTILLON DE TITANE PUR	101
FIGURE III-4 SPECTROGRAMME REALISE SUR UN IMPLANT DENTAIRE OSSEOSPEED™ (DENTSPLY IMPLANT™)	102
FIGURE III-5 REPRESENTATION DU RESEAU DE BRAVAIS DU TITANE P63/MMC (D'APRES ³)	102
FIGURE III-6 SPECTROGRAMME REALISE SUR UN ECHANTILLON Ti	103
FIGURE III-7 IMAGERIE MEB DU TITANE DE GRADE 4 : A : IMPLANT OSSEOSPEED™ (DENTSPLY IMPLANT™) ; B : Ti	103
FIGURE III-8 DIAGRAMME DE PHASE DU TITANE.....	104
FIGURE III-9 IMAGERIE MET SUR UN ECHANTILLON Ti : A : IMAGE STEM-BF ; B : IMAGE DE DIFFRACTION CORRESPONDANTE	104
FIGURE III-10 SPECTRE EDS OBTENU SUR UNE VIS IMPLANTAIRE POUR PILIER TiDESIGN™ (DENTSPLY IMPLANT™).....	106
FIGURE III-11 SPECTRE EDS OBTENU SUR UN ECHANTILLON EN TITANE ALLIE	107
FIGURE III-12 SPECTROGRAMME REALISE SUR UN PILIER IMPLANTAIRE TiDESIGN™ (DENTSPLY IMPLANT™).....	109
FIGURE III-13 REPRESENTATION DU RESEAU DE BRAVAIS DU Ti-6Al-4V : A : STRUCTURE HEXAGONALE P63/MMC ; B : STRUCTURE CUBIQUE IM-3M (D'APRES ³).....	109
FIGURE III-14 SPECTROGRAMME REALISE SUR UNE VIS POUR PILIER IMPLANTAIRE TiDESIGN™ (DENTSPLY IMPLANT™)	110
FIGURE III-15 SPECTROGRAMME REALISE SUR ECHANTILLON Ti-6Al-4V	110
FIGURE III-16 IMAGERIE MEB DU TITANE DE GRADE 5 : A : PILIER IMPLANTAIRE TiDESIGN™ (DENTSPLY IMPLANT™) ; B : VIS IMPLANTAIRE (DENTSPLY IMPLANT™) ; C : ÉCHANTILLON Ti-6Al-4V.....	111
FIGURE III-17 DIAGRAMME DE PHASE TERNAIRE DU TITANE ALUMINIUM VANADIUM (LÜTJERING ET AL. ⁹).....	111
FIGURE III-18 IMAGERIE MET REALISEE SUR ECHANTILLON Ti-6Al-4V : A : MICROSTRUCTURE AU MET (STEM- BF) ; B : IMAGE DE DIFFRACTION REALISEE DANS UN GRAIN	114
FIGURE III-19 SPECTRE EDS OBTENU SUR UN ECHANTILLON DE ZIRCON.....	116
FIGURE III-20 SPECTROGRAMME REALISE SUR ECHANTILLON Y-TZP.....	117
FIGURE III-21 REPRESENTATION DU RESEAU DE BRAVAIS DE LA ZIRCON YTTREEE : A : OXYDE DE ZIRCONIUM TETRAGONAL P42/NMC ; B : OXYDE DE ZIRCONIUM MONOCLINIQUE P21/A (D'APRES ³).....	118
FIGURE III-22 DIAGRAMME DE PHASE DE ZrO_2 (LA PARTIE GRISEE INDIQUE LA ZONE DES TZP) ¹³	118
FIGURE III-23 MECANISME DU RENFORCEMENT DE LA ZIRCON YTTREEE Y-TZP	119

FIGURE III-24 IMAGE MEB PRESENTANT LA MICROSTRUCTURE D'UN ECHANTILLON Y-TZP	119
FIGURE IV-1 GRAPHIQUE PRESENTANT LES VALEURS DE DESSERRAGES OBSERVEES POUR LES GROUPES S25 ET S15 ENTRE LE 1 ^{ER} ET 40 ^E CYCLES DE DESSERRAGE (N=5).....	124
FIGURE IV-2 IMAGERIE MEB D'UNE VIS IMPLANTAIRE NEUVE.....	125
FIGURE IV-3 IMAGES MEB DU PAS DE VIS APRES 5 SERRAGES : A GROUPE S25 ; B : GROUPE S15.....	125
FIGURE IV-4 IMAGES MEB DU PAS DE VIS APRES 10 SERRAGES : A GROUPE S25 ; B : GROUPE S15	126
FIGURE IV-5 IMAGES MEB DU PAS DE VIS APRES 20 SERRAGES : A GROUPE S25 ; B : GROUPE S15	126
FIGURE IV-6 IMAGES MEB DU PAS DE VIS APRES 40 SERRAGES : A GROUPE S25 ; B : GROUPE S15	126
FIGURE IV-7 DEBRIS SUR LE FILETAGE DE LA VIS 1 A 25 SERRAGES : A : PRESENCE D'UNE ZONE DE MATAGE ; B : PRESENCE DE DEBRIS ET D'USURE PAR « PIQURE ».....	127
FIGURE IV-8 ENDOMMAGEMENT DU FILETAGE DE LA VIS 2 A 25 SERRAGES	127
FIGURE IV-9 IMAGES MEB DES COUPES TRANSVERSALES EFFECTUEES A 40 SERRAGES : A GROUPE S25 ; B : GROUPE S15.....	128
FIGURE IV-10 ÉVOLUTION DU VOLUME DE VIDE DANS LA ZONE DU PAS DE VIS EN FONCTION DU NOMBRE DE SERRAGES (ÉCHANTILLONS E ET Z)	128
FIGURE IV-11 PROFIL PRIMAIRE DE RUGOSITE OBTENU SUR LE FILETAGE D'UNE VIS A 15 SERRAGES	129
FIGURE IV-12 ÉVOLUTION DE W_A AU NIVEAU DU PAS VIS (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_A SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_A SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_A SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	130
FIGURE IV-13 ÉVOLUTION DE W_Q AU NIVEAU DU PAS DE VIS (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_Q SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_Q SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_Q SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	132
FIGURE IV-14 ÉVOLUTION DE W_{MAX} AU NIVEAU DU PAS DE VIS (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_{MAX} SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_{MAX} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_{MAX} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	133
FIGURE IV-15 ÉVOLUTION DE W_{SK} AU NIVEAU DU PAS DE VIS (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_{SK} SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_{SK} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_{SK} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	135
FIGURE IV-16 ÉVOLUTION DE W_{KU} AU NIVEAU DU PAS DE VIS (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_{KU} SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_{KU} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE S_{KU} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	136
FIGURE IV-17 IMAGES MEB SUR UN IMPLANT NEUF AU NIVEAU DE LA ZONE D'INDEXATION METTANT EN EVIDENCE LA PRESENCE DE DEBRIS D'USINAGE (FLECHE VERTE).....	139

FIGURE IV-18 IMAGES MEB D'IMPLANTS APRES 5 SERRAGES : A : CONNEXION INTERNE GROUPE S25 ; B : CONNEXION INTERNE GROUPE S15	140
FIGURE IV-19 IMAGES MEB D'IMPLANTS APRES 20 SERRAGES : A : CONNEXION INTERNE GROUPE S25 ; B : CONNEXION INTERNE GROUPE S15	140
FIGURE IV-20 IMAGES MEB D'IMPLANTS APRES 40 SERRAGES : A : CONNEXION INTERNE GROUPE S25 ; B : CONNEXION INTERNE GROUPE S15	140
FIGURE IV-21 IMAGE MEB D'UN PILIER IMPLANTAIRE NEUF AU NIVEAU DE LA ZONE D'INDEXATION	141
FIGURE IV-22 IMAGES MEB DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE AU NIVEAU D'UN PILIER IMPLANTAIRE APRES 5 SERRAGES : A : GROUPE S25 ; B : GROUPE S15	141
FIGURE IV-23 IMAGES MEB DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE AU NIVEAU D'UN PILIER IMPLANTAIRE APRES 10 SERRAGES : A : GROUPE S25 ; B : GROUPE S15	142
FIGURE IV-24 IMAGES MEB DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE AU NIVEAU D'UN PILIER IMPLANTAIRE APRES 20 SERRAGES : A : GROUPE S25 ; B : GROUPE S15	142
FIGURE IV-25 IMAGES MEB DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE AU NIVEAU D'UN PILIER IMPLANTAIRE APRES 40 SERRAGES : A : GROUPE S25 ; B : GROUPE S15	142
FIGURE IV-26 ÉVOLUTION DU VOLUME DE VIDE DANS LA ZONE D'INDEXATION DU PILIER A L'IMPLANT EN FONCTION DU NOMBRE DE SERRAGES (ÉCHANTILLONS E ET Z)	143
FIGURE IV-27 PROFIL PRIMAIRE DE RUGOSITE OBTENU SUR LE MEPLAT D'UN PILIER IMPLANTAIRE	144
FIGURE IV-28 ÉVOLUTION DE W_A AU NIVEAU D'UN MEPLAT DU PILIER (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_A SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_A SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_A SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	144
FIGURE IV-29 ÉVOLUTION DE W_Q AU NIVEAU D'UN MEPLAT DU PILIER (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_Q SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_Q SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_Q SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	146
FIGURE IV-30 ÉVOLUTION DE W_{MAX} AU NIVEAU D'UN MEPLAT DU PILIER (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_{MAX} SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_{MAX} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_{MAX} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	147
FIGURE IV-31 ÉVOLUTION DE W_{SK} AU NIVEAU D'UN MEPLAT DU PILIER (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_{SK} SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_{SK} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_{SK} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	149
FIGURE IV-32 ÉVOLUTION DE W_{KU} AU NIVEAU D'UN MEPLAT DU PILIER (N=5) : A : REPRESENTATION DE W_{KU} SELON LA MOYENNE ET COMPARAISON DE S25 ET S15 ; B : REPRESENTATION DE W_{KU} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S25 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE ; C : REPRESENTATION DE W_{KU} SELON LA MEDIANE ET COMPARAISON DE S15 PAR RAPPORT AU PROFIL AVANT SERRAGE	150

FIGURE IV-33 COURBES COMPARANT LES FRACTIONS RELAXEES DES CONTRAINTES D'ÉCOULEMENT DE DIFFERENTS TITANES (%) EN FONCTION DU TEMPS ¹⁵	152
FIGURE IV-34 IMAGES MEB SUR UN IMPLANT NEUF : A : COL IMPLANTAIRE ; B : PARTIE INTERNE DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE	153
FIGURE IV-35 IMAGES MEB D'IMPLANTS APRES 5 SERRAGES : A : COL IMPLANTAIRE GROUPE S25 ; B : COL IMPLANTAIRE GROUPE S15	154
FIGURE IV-36 IMAGES MEB D'IMPLANTS APRES 20 SERRAGES : A : COL IMPLANTAIRE GROUPE S25 ; B : COL IMPLANTAIRE GROUPE S15	154
FIGURE IV-37 IMAGES MEB D'IMPLANTS APRES 40 SERRAGES : A : CONNEXION INTERNE GROUPE S25 ; B : CONNEXION INTERNE GROUPE S15 ; C : COL IMPLANTAIRE GROUPE S25 ; D : COL IMPLANTAIRE GROUPE S15	154
FIGURE IV-38 AFFAISSEMENT DES STRIES D'USINAGE AU NIVEAU DE LA ZONE D'INDEXATION D'UN IMPLANT (GROUPE S15) APRES 15 CYCLES.....	155
FIGURE IV-39 DEBRIS GENERES SUR LES ECHANTILLONS IMPLANTAIRES : A : AU SEIN D'UNE RAYURE SUR LE COL IMPLANTAIRE ; B : AU SEIN DE STRIES D'USINAGE DANS LA PARTIE HAUTE DE LA CONNEXION	155
FIGURE IV-40 COUPES TRANSVERSALES AU MEB DES ECHANTILLONS A ET V APRES 40 SERRAGES METTANT EN EVIDENCE LA ZONE D'ÉTANCHEITE : A ET C : GROUPE S25 ; B ET D : GROUPE S15	156
FIGURE IV-41 ÉVOLUTION DU VOLUME DE VIDE DANS LA ZONE DE CONTACT IMPLANT/PILIER EN FONCTION DU NOMBRE DE SERRAGES (ÉCHANTILLONS E ET Z)	156
FIGURE IV-42 VISUALISATION DES CHAMPS DE CONTRAINTES DE VON MISES A L'AIDE DU LOGICIEL ABAQUS™ (COEFFICIENT DE FROTTEMENT =1) : A : A 15 N.CM ; B : 25 N.CM ; C : 88N.CM.....	160
FIGURE IV-43 COURBES PRESENTANT LES ENERGIES AU SEIN DU SYSTEME EN FONCTION DU COUPLE DE SERRAGE APPLIQUE	161
FIGURE IV-44 COURBES PRESENTANT LES CONTRAINTES EXERCEES SUR UNE MAILLE SITUEE AU DEBUT DU FILETAGE (PARTIE BASSE DE LA 1 ^{ERE} SPIRE) : A : COEFFICIENT DE FROTTEMENT DE 0,6 ; B : COEFFICIENT DE FROTTEMENT DE 0,8 ; C : COEFFICIENT DE FROTTEMENT DE 1,0 ; D : COEFFICIENT DE FROTTEMENT DE 1,2.....	163
FIGURE IV-45 IMAGES MEB D'UNE VIS (TYPE ALL-ON-FOUR) APRES UN AN DE MISE EN SERVICE : A/B : PAS DE VIS).....	165
FIGURE IV-46 IMAGES MEB D'UNE VIS APRES PLUSIEURS ANNEES DE MISE EN SERVICE : A : PAS DE VIS ; B : BORD INFERIEURE DU FILETAGE.....	166
FIGURE IV-47 IMAGES MEB D'UNE VIS NEUVE FRACTUREE LE JOUR DE L'INSERTION PROTHETIQUE : A : FACIES DE RUPTURE ; B : ZONES DE RUPTURE EN CISAILLEMENT.....	166
FIGURE IV-48 IMAGES MEB D'UN PILIER POUR CONNEXION INTERNE DESCELLE APRES QUELQUES MOIS DE MISE EN SERVICE : A : CONNEXION INTERNE ; B : MEPLAT.....	167
FIGURE IV-49 IMAGES MEB D'UN PILIER A POSITION UNIQUE (PILIER EV™) APRES QUELQUES MOIS DE SERVICE A : LANGUETTES DE REPOSITIONNEMENT ; B : ZONE D'INDEXATION.....	168
FIGURE IV-50 IMAGES MEB D'UN IMPLANT APRES PLUSIEURS ANNEES DE MISE EN SERVICE : A/B : COL IMPLANTAIRE ; C/D : CONNEXION INTERNE.....	169
FIGURE V-1 ÉVOLUTION DES POTENTIELS LIBRES DE CORROSIONS MOYENS DES DIFFERENTS COUPLES DE MATERIAUX ETUDIES.....	175
FIGURE V-2 GRAPHIQUES PRESENTANT LES EIS OBTENUS POUR UNE EXPERIMENTATION DE CHAQUE COUPLE ETUDIE.....	178

FIGURE V-3 ÉVOLUTION DES MOYENNES DE R_2 AVEC CIRCUIT ELECTRIQUE EQUIVALENT A EN FONCTION DES DIFFERENTS COUPLES ETUDIES (DE 0 A 200 000 Ω)	181
FIGURE V-4 ÉVOLUTION DES MOYENNES DE R_2 AVEC CIRCUIT ELECTRIQUE EQUIVALENT A EN FONCTION DES DIFFERENTS COUPLES ETUDIES (DE 0 A 20 000 Ω)	181
FIGURE V-5 ÉVOLUTION DES MOYENNES DE C_2 AVEC CIRCUIT EQUIVALENT A EN FONCTION DES DIFFERENTS COUPLES ETUDIES	182
FIGURE V-6 ÉVOLUTION DES MOYENNES DE Q_2 AVEC CIRCUIT EQUIVALENT B EN FONCTION DES DIFFERENTS COUPLES ETUDIES	183
FIGURE V-7 ÉVOLUTION DE L'EXPOSANT N AVEC CIRCUIT EQUIVALENT B EN FONCTION DES DIFFERENTS COUPLES ETUDIES	184
FIGURE V-8 EXEMPLE DU TYPE DE BOUCLES DE FROTTEMENT OBTENU POUR LE COUPLE Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V	185
FIGURE V-9 EXEMPLE DU TYPE DE BOUCLES DE FROTTEMENT OBTENU POUR LE COUPLE Ti-6Al-4V/Ti	185
FIGURE V-10 EXEMPLE DU TYPE DE BOUCLES DE FROTTEMENT OBTENU POUR LE COUPLE Ti-6Al-4V/Y-TZP	185
FIGURE V-11 EXEMPLE DU TYPE DE BOUCLES DE FROTTEMENT OBTENU POUR LE COUPLE Ti/Y-TZP	186
FIGURE V-12 TAUX D'USURE EN FONCTION DES ENERGIES DISSIPÉES ACCUMULÉES DES DIFFERENTS COUPLES ETUDIES.....	187
FIGURE V-13 IMAGERIE DE LA ZONE USEE AU MEB : A : ASPECT GENERAL DE LA ZONE ENDOMMAGÉE ; B : TTS ; C : PRESENCE DE FISSURE DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE ; D : FISSURE DANS LA ZONE DE FROTTEMENT.....	190
FIGURE V-14 IMAGERIE DE LA ZONE USEE AU MEB : A : ASPECT GENERAL DE LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR Ti-6Al-4V ; B : TTS SUR Ti ; C : PRESENCE DE FISSURES DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR Ti-6Al-4V ; D : BORDURE EXTERNE DE LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR Ti	191
FIGURE V-15 IMAGE STEM-HAADF DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE : A : Ti-6Al-4V ; B : Ti.....	192
FIGURE V-16 IMAGERIE DE LA ZONE USEE AU MEB : A : ASPECT GENERAL DE LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR Ti-6Al-4V ; B : ASPECT GENERAL DE LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR Y-TZP ; C : TTS SUR Ti-6Al-4V ; D : ZONE ENDOMMAGÉE SUR Y-TZP	193
FIGURE V-17 IMAGERIE STEM -BF DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR UN ECHANTILLON Ti-6Al-4V.....	194
FIGURE V-18 IMAGERIE DE LA ZONE USEE AU MEB : A : ASPECT GENERAL DE LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR Ti ; B : ASPECT GENERAL DE LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR Y-TZP ; C : PRESENCE DE FISSURES SUR Ti ; D : ZONE ENDOMMAGÉE SUR Ti.....	194
FIGURE V-19 IMAGERIE STEM -BF DANS LA ZONE USEE SUR UN ECHANTILLON Ti	195
FIGURE V-20 IMAGERIE MEB DES DEBRIS POUR LE COUPLE Ti-6Al-4V/Ti-6Al-4V RETROUVES DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE :A : DISPARITE DES DEBRIS, B : DEBRIS	197
FIGURE V-21 IMAGERIE DES DEBRIS POUR LE COUPLE Ti-6Al-4V/Ti RETROUVES DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR ECHANTILLON Ti : A : DISPARITE DES DEBRIS, B : DEBRIS	197
FIGURE V-22 IMAGERIE DES DEBRIS POUR LE COUPLE Ti-6Al-4V/Y-TZP RETROUVES DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE SUR ECHANTILLON Ti-6Al-4V :A : DISPARITE DES DEBRIS, B : DEBRIS	198
FIGURE V-23 IMAGERIE DES DEBRIS POUR LE COUPLE Ti/Y-TZP RETROUVES DANS LA ZONE ENDOMMAGÉE :A : DISPARITE DES DEBRIS SUR ECHANTILLON Y-TZP, B : DEBRIS SUR ECHANTILLON Ti	198
FIGURE V-24 IMAGES MEB DE DEBRIS RETROUVES SUR LE COL IMPLANTAIRE LORS DES EXPERIMENTATIONS DE SERRAGE/DESSERRAGE : A : GROUPE S25 A 30 SERRAGES ; B : GROUPE S15 A 30 SERRAGES.....	200
FIGURE V-25 IMAGES MEB D'UN PILIER EN ZIRCON FRACTURE APRES UN MOIS DE MISE EN SERVICE : A : FACIES DE RUPTURE ; B : ZONE DE SUR-CONSTRAINTES ; C : PRESENCE DE FISSURE ; D : TRAIT DE FRACTURE.....	203

Index des tableaux

TABLEAU I-1 PRINCIPALES CARACTERISTIQUES MECANIQUES DES MATERIAUX DES VIS IMPLANTAIRES	21
TABLEAU I-2 NOMBRE MINIMUM DE CYCLES DE VISSAGE/DEVISSAGE NECESSAIRE A L'ELABORATION D'UNE PROTHESE UNITAIRE SUR IMPLANT	39
TABLEAU I-3 PRINCIPALES CARACTERISTIQUES MECANIQUES DES MATERIAUX UTILISES DANS UNE CONNEXION IMPLANTAIRE	42
TABLEAU II-1 REPARTITION DES ECHANTILLONS ET DES ELEMENTS ETUDIES EN FONCTION DES COUPLES DE SERRAGE	58
TABLEAU II-2 TABLEAU DE SYNTHESE DES EXPERIMENTATIONS MENEES.....	59
TABLEAU II-3 SYNTHESE DES CONDITIONS EXPERIMENTALES EN FRETTING-CORROSION	68
TABLEAU II-4 DIFFERENTES ETAPES D'ACQUISITION DES DONNEES DE POTENTIEL LIBRE DE CORROSION LORS D'UN ESSAI DE FRETTING-CORROSION	90
TABLEAU II-5 DIFFERENTES ETAPES D'ACQUISITION DES DONNEES LORS D'UN ESSAI DE FRETTING-CORROSION	92
TABLEAU II-6 IMPEDANCES DES COMPOSANTS ELECTRIQUES ELEMENTAIRES.....	92
TABLEAU III-1 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR UN IMPLANT DENTAIRE OSSEOSPEED™ (DENTSPLY IMPLANT™) ...	99
TABLEAU III-2 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR UN PILIER IMPLANTAIRE TiDESIGN™ (DENTSPLY IMPLANT™)	100
TABLEAU III-3 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR UN ECHANTILLON DE TITANE PUR	101
TABLEAU III-4 COMPARAISON DES MESURES EFFECTUEES SUR L'IMAGE DE DIFFRACTION REALISEE SUR Ti EN FONCTION DES MESURES THEORIQUES ET RESEAU (HKL) CORRESPONDANT	104
TABLEAU III-5 PRINCIPALES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DU TITANE DE GRADE 4 (LES DONNEES PRESENTEES SONT ISSUES DE LA LITTERATURE ET ONT ETE MESUREES SUR DES ECHANTILLONS AUX MICROSTRUCTURES DIFFERENTES)	105
TABLEAU III-6 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR UNE VIS IMPLANTAIRE POUR PILIER TiDESIGN™ (DENTSPLY IMPLANT™)	107
TABLEAU III-7 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR UN ECHANTILLON EN TITANE ALLIE	108
TABLEAU III-8 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR LE TITANE DE GRADE 5 DANS LA PHASE FONCEE.....	112
TABLEAU III-9 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR LE TITANE DE GRADE 5 DANS LA PHASE CLAIRE	113
TABLEAU III-10 COMPARAISON DES MESURES EFFECTUEES SUR L'IMAGE DE DIFFRACTION REALISEE SUR Ti-6AL-4V EN FONCTION DES MESURES THEORIQUES ET RESEAU (HKL) CORRESPONDANT	114
TABLEAU III-11 PRINCIPALES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DU TITANE DE GRADE 5 (LES DONNEES PRESENTEES SONT ISSUES DE LA LITTERATURE ET ONT ETE MESUREES SUR DES ECHANTILLONS AUX MICROSTRUCTURES DIFFERENTES)	115
TABLEAU III-12 SYNTHESE DES RESULTATS OBTENUS PAR EDS SUR UN ECHANTILLON DE ZIRCON	117
TABLEAU III-13 PRINCIPALES CARACTERISTIQUES PHYSIQUES DE LA ZIRCON YTTRIEE	120
TABLEAU ANNEXES-1 TABLEAU PRESENTANT LES PRINCIPAUX IONS CONTENUS DANS LA SALIVE HUMAINE	229

TABLE DES MATIERES

SOMMAIRE.....	3
ABREVIATIONS.....	6
INTRODUCTION.....	7
I . ÉTAT DES CONNAISSANCES SUR LES CONNEXIONS IMPLANTAIRES ET PROBLEMATIQUE DE L'ENDOMMAGEMENT.....	10
I.1 DESCRIPTION DES SYSTEMES IMPLANTO-PROTHETIQUES	11
I.1.1 Implant dentaire	11
I.1.2 Pilier implantaire	12
I.1.3 Vis implantaire	14
I.1.4 Restauration prothétique	14
I.1.5 Types de connexions implantaires	15
I.1.5.A Au niveau implantaire	15
I.1.5.A.a Connexion externe	15
I.1.5.A.b Connexion interne.....	16
I.1.5.B Au niveau prothétique	17
I.1.5.B.a Prothèse transvissée	17
I.1.5.B.b Prothèse scellée.....	18
I.2 ASSEMBLAGE DES ELEMENTS IMPLANTO-PROTHETIQUES	19
I.2.1 Couple de serrage	20
I.2.2 Influence du frottement	21
I.2.2.A Revêtement des vis implantaires	22
I.2.2.B Utilisation d'un lubrifiant	23
I.3 ÉCHECS EN PROTHESE IMPLANTAIRE	24
I.3.1 Étapes du dévissage	24
I.3.2 Optimisation de la valeur de précontrainte initiale	26
I.3.3 Influence de l'ajustage des éléments implanto-prothétiques sur la précontrainte	28
I.3.4 Influence de l'occlusion sur la précontrainte	30
I.3.5 Influence du type de connexion implantaire sur la précontrainte	31
I.3.5.A Au niveau implantaire : connexion externe et connexion interne.....	31
I.3.5.B Au niveau prothétique : prothèse scellée et prothèse transvissée	33
I.4 PROBLEMATIQUES	35
I.4.1 Tribologie au sein de la connexion implantaire	36
I.4.2 Usure des vis implantaires	38
I.4.3 Usure des implants et des piliers	42
I.5 CE QU'IL FAUT RETENIR	44
BIBLIOGRAPHIE :	45

WEBOGRAPHIE :	52
II . MATERIELS ET METHODES.....	55
II.1 PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	56
II.1.1 Étude de l'endommagement de la connexion implantaire lié au vissage/dévisage	56
II.1.1.A Étude in-vitro	56
II.1.1.A.a Dispositif expérimental	56
II.1.1.A.b Présentation des échantillons	60
II.1.1.A.b.1 Implants.....	60
II.1.1.A.b.2 Pilier implantaire	61
II.1.1.A.b.3 Vis implantaire	61
II.1.1.B Étude par élément finis	62
II.1.1.B.a Conception numérique des échantillons.....	63
II.1.1.B.b Conditions aux limites	64
II.1.1.B.c L'assemblage des éléments.....	64
II.1.1.B.d Loi de comportement des matériaux	64
II.1.1.B.e Simulations étudiées	64
II.1.2 Étude de l'endommagement de la connexion implantaire dans le temps par fretting-corrosion	64
II.1.2.A Dispositif expérimental.....	65
II.1.2.B Matériaux étudiés et conditions expérimentales	66
II.1.2.B.a Titane de grade 4.....	66
II.1.2.B.b Alliage de titane de grade 5.....	67
II.1.2.B.c Zircone yttrée.....	67
II.1.2.B.d Conditions expérimentales.....	67
II.1.2.C Solution : Salive humaine	68
II.1.3 Observations de l'endommagement sur des échantillons ex-vivo	69
II.2 METHODES EXPERIMENTALES	71
II.2.1 Caractérisation des matériaux avant endommagement	71
II.2.1.A Microscopie Électronique à Balayage.....	71
II.2.1.A.a Échantillons métalliques	71
II.2.1.A.b Échantillons céramiques	72
II.2.1.B Microscopie Électronique en Transmission.....	72
II.2.1.C Diffraction des rayons X.....	73
II.2.2 Observations des surfaces endommagées par Microscopie	73
II.2.2.A Microscopie Électronique à Balayage.....	74
II.2.2.A.a Étude de l'endommagement de la connexion implantaire par vissage/dévisage.....	74
II.2.2.A.b Étude de l'endommagement de la connexion implantaire dans le temps par fretting- corrosion	75
II.2.2.B Microscopie Électronique en Transmission (MET).....	76
II.2.3 Analyse de l'endommagement par étude de la topographie de surface	76
II.2.3.A Microscope confocal.....	78

II.2.3.B	Interféromètre laser.....	79
II.2.3.C	Paramètres de rugosité étudiés.....	79
II.2.4	Analyse du volume d'usure.....	83
II.2.4.A	Tomographie 3D à rayons X.....	83
II.2.4.B	Profilomètre optique.....	85
II.2.4.C	Calcul du taux d'usure.....	87
II.2.5	Analyse du couple de desserrage.....	87
II.2.6	Analyses physico-chimiques en fretting-corrosion.....	89
II.2.6.A	Potentiel libre de corrosion.....	89
II.2.6.B	Spectroscopie d'impédance électrochimique.....	90
II.2.6.C	Boucles de frottement.....	94
II.2.6.D	Énergie dissipée.....	94
BIBLIOGRAPHIE :		95
WEBOGRAPHIE :		96
III	. CARACTERISATION DES MATERIAUX.....	97
III.1	TITANE PUR (GRADE 4).....	98
III.1.1	Composition chimique.....	98
III.1.1.A	Implants dentaires.....	98
III.1.1.B	Piliers implantaires.....	99
III.1.1.C	Échantillons de titane pur pour expérimentation de fretting-corrosion.....	101
III.1.2	Structure cristallographique.....	102
III.1.2.A	Implants.....	102
III.1.2.B	Échantillons Ti pour expérimentation de fretting-corrosion.....	103
III.1.3	Microstructure.....	103
III.1.4	Propriétés mécaniques.....	105
III.2	ALLIAGE DE TITANE (GRADE 5).....	106
III.2.1	Composition chimique.....	106
III.2.1.A	Vis implantaires.....	106
III.2.1.B	Échantillons de titane allié pour expérimentation de fretting-corrosion.....	107
III.2.2	Structure cristallographique.....	108
III.2.2.A	Piliers implantaires.....	108
III.2.2.B	Vis implantaires.....	109
III.2.2.C	Échantillons Ti-6Al-4V pour expérimentation de fretting-corrosion.....	110
III.2.3	Microstructure.....	111
III.2.4	Propriétés mécaniques.....	115
III.3	ZIRCON YTTRIEE.....	116
III.2.5	Composition chimique.....	116
III.2.6	Structure cristallographique.....	117
III.2.7	Microstructure.....	119
III.2.8	Propriétés mécaniques.....	120

III.3	CE QU'IL FAUT RETENIR...	121
	BIBLIOGRAPHIE :	122
	WEBOGRAPHIE :	122
IV	. ENDOMMAGEMENTS DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE PAR VISSAGE/DEVISSAGE	122
IV.1	ENDOMMAGEMENT DU PAS DE VIS	123
IV.1.1	Évolution de la précontrainte (Annexe IV - 1)	123
IV.1.2	Observation MEB (Annexe IV - 2)	125
IV.1.3	Tomographie 3D	128
IV.1.4	Évolution de la topographie de surface (Annexe IV - 3)	129
IV.1.5	Discussion	136
IV.2	ENDOMMAGEMENT DE LA ZONE D'INDEXATION	139
IV.2.1	Observations MEB	139
IV.2.2	Tomographie 3D	142
IV.2.3	Analyse de la topographie de surface par microscopie confocale (Annexe IV - 6)	143
IV.2.4	Discussion	151
IV.3	ENDOMMAGEMENT DE LA ZONE D'ÉTANCHEITE	153
IV.3.1	Observations MEB	153
IV.3.2	Tomographie 3D	156
IV.3.3	Discussion	157
IV.4	ÉTUDE PRELIMINAIRE DE L'ENDOMMAGEMENT DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE LORS DU SERRAGE PAR ELEMENTS FINIS	159
IV.4.1	Répartition des contraintes de Von Mises dans le système	159
IV.4.2	Évolution des énergies dans le système	160
IV.4.3	Évolution des contraintes au début du filetage	162
IV.4.4	Limites et perspectives	164
IV.5	OBSERVATION DES ENDOMMAGEMENTS IN-VIVO DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE	165
IV.5.1	Au niveau de la vis implantaire	165
IV.5.2	Au niveau du pilier implantaire	167
IV.5.3	Au niveau implantaire	168
IV.6	CE QU'IL FAUT RETENIR	170
	BIBLIOGRAPHIE :	172
V	. ENDOMMAGEMENTS DE LA CONNEXION IMPLANTAIRE DANS LE TEMPS PAR FRETTEMENT-CORROSION.....	174
V.1	USURE DES DIFFERENTS COUPLES DE MATERIAUX ETUDIES	175
V.1.1	Analyse des potentiels libres de corrosion (Annexe V - I)	175
V.1.2	Analyse des spectroscopies d'impédance (Annexe V - II)	178
V.1.3	Analyse des circuits électriques équivalents (Annexe V - III)	179
V.1.4	Analyse des boucles de frottement (Annexe V - V)	184
V.1.5	Analyse des énergies dissipées accumulées et des volumes d'usure	186

V.1.6	Synthèse des résultats et discussion	187
V.2	ANALYSE DE LA STRUCTURE TRIBOLOGIQUEMENT TRANSFORMEE	190
V.2.1	Ti-6Al-4V – Ti-6Al-4V (Annexe V - VI)	190
V.2.2	Ti-6Al-4V – Ti (Annexe V - VII et Annexe V - VIII)	191
V.2.3	Ti-6Al-4V – Y-TZP (Annexe V - IX et Annexe V - X)	192
V.2.4	Ti – Y-TZP (Annexe V - XI et Annexe V - XII)	194
V.2.5	Synthèse des résultats et discussion	195
V.3	ANALYSE DES DEBRIS	197
V.4	INFLUENCE DE LA SALIVE HUMAINE ET DE SON ENVIRONNEMENT	201
V.5	PERSPECTIVES	202
V.6	CE QU’IL FAUT RETENIR...	204
	BIBLIOGRAPHIE :	206
	CONCLUSION.....	208
	ANNEXES	211
	INDEX DES FIGURES	270
	INDEX DES TABLEAUX.....	277

Résumé:

Cette recherche est basée sur l'étude de deux niveaux d'endommagements de la connexion implantaire : en premier lieu, l'usure liée aux différents cycles d'insertion/désinsertion nécessaire à l'élaboration d'une prothèse sur des échantillons implantaires ; et d'autre part, les endommagements au cours du temps, réalisés à l'aide d'une étude par fretting-corrosion en salive humaine.

La première partie s'est concentrée sur une rapide présentation des connexions implantaires et sur l'état des connaissances des endommagements de cette dernière, et la mise en place de la problématique étudiée.

La deuxième partie développe les différents protocoles expérimentaux qui ont été mis en place ainsi que les techniques d'analyse utilisées dans cette recherche.

Ce travail s'est ainsi basé sur l'analyse de trois matériaux fréquemment employés en prothèse implantaire : le titane pur (grade 4), l'alliage de titane (grade 5) et la zircone yttrée (Y-TZP). Une troisième partie a ainsi consisté à la caractérisation de ces différents matériaux au niveau de leur composition, structure et microstructure pour mieux appréhender les endommagements après usure.

Les expérimentations de serrage/desserrages ont permis de mettre en évidence que ces cycles sont à l'origine d'une usure par matage des différents composants. La baisse des valeurs de précontrainte observée avec le nombre de serrages peut être liée à la formation des débris. Cliniquement, ces résultats montrent la nécessité d'utiliser des vis de laboratoire lors des essayages et une vis neuve pour le serrage d'usage. Au-delà de 20 cycles, la vis implantaire a subi de nombreux endommagements et conduit à une diminution significative de la précontrainte. Une étude préliminaire par élément finis a permis de mettre en évidence des zones d'endommagements plus importants sur la vis notamment sur le haut du filetage au sein de la connexion implantaire lors du serrage. L'observation d'échantillons ex-vivo montrent des résultats concordants avec nos expérimentations réalisées lors du serrage/desserrage.

L'étude par fretting-corrosion a permis de constater que sous l'effet du frottement, l'ensemble des différents couples observés se dégradent. Les échantillons en titane, perdent ainsi leur couche protectrice d'oxydes (TiO_2) dès le début du frottement. Cet endommagement perdure même après l'arrêt de ce dernier pour les couples purement métalliques. Les charges libérées dans la solution, nuisent alors à la reformation du film passif. On observe ainsi une synergie des endommagements par tribocorrosion. La TTS subit des modifications de microstructure. En présence de Ti-6Al-4V, les grains se fragmentent sous la contrainte et la microstructure est totalement désorganisée. Le titane pur, lui accommode les contraintes, par la fabrication d'une nouvelle « entité » à sa surface en emmagasinant du contre-matériau.

Ces études ont permis de mettre en évidence des différences de comportements entre les différents matériaux. Initialement, cette dernière a été développée pour des connexion purement métallique. L'avènement de nouveaux matériaux n'a pas entraîné de modification de sa géométrie. Ainsi, malgré les résultats prometteurs de la zircone yttrée en fretting-corrosion, on observe des échecs en clinique. Ceci est lié au fait que les connexions ne sont pas adaptées à ces nouveaux matériaux qui ne possèdent pas les caractéristiques physico-mécaniques du titane. Les études par éléments finis pourraient ainsi aider à l'élaboration de nouvelles formes de connexion qui seraient mieux adaptées à leurs caractéristiques.

Abstract:

This research aims at investigating two levels of damages in the implant connection: on the first hand, the wear associated with the repeating torque for the manufacturing of the prostheses; and on the second hand, the damage over time, carried out using a fretting-corrosion study of dental materials in Human Saliva.

The first part focused on a presentation of implant connection and the state of art of damages and the statement of the issue.

The second part concerns the different experimental protocols that have been studied and the experimental techniques.

These works were based on the analysis of three frequently used implant prosthesis materials: pure titanium (grade 4), titanium alloy (grade 5) and zirconia (Y-TZP). The third part described the characterization of these different materials in terms of their composition, structure, and microstructure to better understand the damage after wear.

The tightening/loosening cycles highlight: wear is originated from matting of the components. The decrease of the preload values is linked with the number of cycles and it may be a consequence of the debris production. These results highlight the required procedure to use laboratory screws during trying stages. Finally, a new screw is going to be impacted at the final stage. Beyond 20 cycles, the implant screw highlighted many damages and leads to a significant decrease of the preload value. A preliminary study, FEM (Finite Element Modeling) highlights some zones of more damages on the screw, particularly on the top of the threading during tightening. The observation of *ex vivo* samples show results that are consistent with these experiments performed during tightening/loosening cycles.

The fretting-corrosion study showed that, under friction, every material is damaged. The protective layer of titanium samples (TiO_2) removed from the beginning of the friction. This material embrittlement (corrosive wear) was ongoing after the end of fretting sequence for purely metallic couples. The charges released in the solution, then harm the rebuilding of the passive film. Thus, the synergy of some damages from tribocorrosion has been highlighted and detailed through these investigations. The TTS (Tribological Transformed Structure) undergoes microstructure modifications. In the presence of Ti-6Al-4V, the grains fragment under stresses and the microstructure is totally disorganized. Pure titanium accommodates the stresses; a TTS is produced on the surface by storing counter-material and generating some cracks.

These studies highlighted differences in behavior between different materials. Initially, the implant connection was developed for purely metallic materials. The advent of new materials has not led to a change of geometry. Thus, despite the promising results of zirconia in the fretting-corrosion experiment, clinical failures are observed. This is due to the fact that the connections are not suitable for different physical and mechanical characteristics. Finite Element Modelling studies may help to design new connection's geometry with better-suited characteristics.

CONTRIBUTION A L'ÉTUDE DE L'ENDOMMAGEMENT DES CONNEXIONS IMPLANTAIRES EN ODONTOLOGIE PROTHETIQUE

Résumé :

Cette recherche est basée sur l'étude de deux niveaux d'endommagements de la connexion implantaire : en premier lieu, l'usure liée aux différents cycles d'insertion/désinsertion nécessaire à l'élaboration d'une prothèse sur des échantillons implantaires ; et d'autre part, les endommagements au cours du temps, réalisés à l'aide d'une étude par fretting-corrosion en salive humaine.

Lors des différents cycles de serrage/desserrage, des endommagements sur l'ensemble des composants sont présents. La vis implantaire, qui concentre la majorité des complications thérapeutiques, doit être renouvelée après 20 cycles de serrage maximum. L'utilisation de vis de laboratoire permet ainsi de limiter les dégradations sur cette dernière et d'optimiser la valeur de précontrainte lors du serrage d'usage.

Lorsque la prothèse est mise en service, les endommagements sont principalement liés à des usures par tribocorrosion. Ce phénomène est à l'origine d'usure synergique et engendre une modification de la microstructure en regard des surfaces frottée.

Mots-clés : Implant dentaire ; Pilier implantaire ; Vis implantaire ; Usure ; Tribocorrosion

CONTRIBUTION TO THE STUDY OF THE DAMAGE IN DENTAL IMPLANT CONNECTION

Abstract:

This research based on the study of two levels of damage focused on the implant connection: firstly, the wear associated with the opening/closing cycle dedicated to the manufacturing process; secondly, the damage over the time, that is a fretting-corrosion study of dental implants in human saliva.

During the tightening/loosening cycles, damage to all the components is present. The screws that include the majority of the complications have to be changed after 20 tightening cycles. The use of laboratory screws limits the damage and optimizes the preload value.

When the prosthesis and the implant are assemblies, the damage appears thanks to fretting/corrosion (tribocorrosion) behavior. This phenomenon does involve synergistic wear and a modification of the microstructure on the fretting surfaces.

Keywords : Dental implant ; Abutment ; Screw ; Wear ; Tribocorrosion