الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
المدرسة الوطنية العليا للتكنولوجيات المتقدمة
Ecole Nationale Supérieure des Technologies Avancées

Département Génie des procédés

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme

Master

-Filière-

Procédés

-Spécialité -

Procédés organiques

- Thème –

Impact de la modification de la surface par anodisation sur les propriétés mécaniques de titane et ses alliages

Réalisé par

Nom et Prénom : ABAR Rania.

Les membres de Jury :

BERKACHE Kamel	Président	MCA
CHEGGOU Rabéa	Promoteur	MCA
FERHAH Kamila	Examinatrice	MCB

Alger, le 27 /06 /2024

Année universitaire 2023 –2024

Avant-propos

‘’ Dans la vie rien n’est à craindre tout est à comprendre ‘’

-Marie curie

Dédicace

À mes chers parents, que ce travail soit pour vous la récompense d'amour et de reconnaissance pour tout ce que vous avez fait pour moi,

À mes frères et sœurs, Merci pour votre amour, soutien et votre présence à mes côtés.

À mes nièces Sérine et Yasmine, ainsi qu'à mon neveu Mohamed Amine, que ce travail soit un témoignage de mon admiration pour vos sourires innocents et votre joie contagieuse. Puissiez-vous grandir en santé et en bonheur, en sachant que vous êtes une source infinie de lumière dans nos vies.

À mon binôme, qui est bien plus qu'une collègue, merci d'être une amie proche, une confidente et une complice précieuse.

À ma chère Hanane, avec qui j'ai partagé ce chemin, merci pour tous les moments passés ensemble, dans les rires comme dans les pleurs.

À ma chère Yousra, merci d'être ma confidente et d'être toujours présente pour moi.

À tous mes professeurs, depuis mes premiers jours à l'école primaire jusqu'à aujourd'hui, pour leur enseignement et leur guidance qui ont façonné mon parcours.

Et enfin, à toutes les personnes que j'aime et qui ont contribué, de près ou de loin, à mon chemin et à la réalisation de ce travail.

Résumé

Ce mémoire explore le rôle important de la modification de surface dans l'amélioration des performances des implants et prothèses dentaires à base de titane. Les biomatériaux, essentiels pour augmenter ou remplacer les tissus défectueux du corps humain, doivent répondre à des critères rigoureux de biocompatibilité, de résistance mécanique, et d'ostéointégration. Le titane et ses alliages se distinguent par leurs propriétés physico-chimiques remarquables telles que la biocompatibilité, la résistance à la corrosion et leur faible densité. L'accent est mis sur l'impact positif de la nanostructuration de surface par anodisation, qui améliore significativement l'interaction biomécanique et biochimique entre les implants et les tissus osseux adjacents. Ce travail met l'accent sur les bénéfices de la nanostructuration de surface par anodisation, qui optimise l'interaction biomécanique et biochimique entre les implants et les tissus osseux adjacents. En utilisant des méthodes avancées de caractérisation comme la nanoindentation, la microscopie à force atomique et la spectroscopie d'impédance électrochimique,

Mots clé : Modification de surface, implants dentaires, titane, anodisation, biocompatibilité, ostéointégration, nanoindentation, microscopie à force atomique, spectroscopie d'impédance électrochimique.

ملخص

تستكشف هذه الأطروحة الدور المهم لتعديل السطح في تحسين أداء الغرسات وأطقم الأسنان القائمة على التيتانيوم. يجب أن تفي المواد الحيوية، الضرورية لزيادة أو استبدال الأنسجة المعيبة في جسم الإنسان، بمعايير صارمة للتوافق الحيوي والقوة الميكانيكية والاندماج العظمي. يتميز التيتانيوم وسبائكه بخصائصها الفيزيائية الكيميائية الرائعة مثل التوافق الحيوي ومقاومة التآكل وانخفاض الكثافة. ينصب التركيز على التأثير الإيجابي للهياكل النانوية السطحية عن طريق الأنودة، مما يحسن بشكل كبير التفاعل الميكانيكي الحيوي والكيميائي الحيوي بين الغرسات وأنسجة العظام المجاورة. يركز هذا العمل على فوائد البنية النانوية السطحية عن طريق الأنودة، مما يحسن التفاعل الميكانيكي الحيوي والكيميائي الحيوي بين

الغرسات وأنسجة العظام المجاورة. باستخدام طرق توصيف متقدمة مثل النانو، والفحص المجهري للقوة الذرية والتحليل الطيفي للمعاوقة الكهروكيميائية،

الكلمات المفتاحية: تعديل السطح، غرسات التيتانيوم، الأطقم السنية، التوافق الحيوي، القوة الميكانيكية، الاندماج العظمي، البنية النانوية، الأنودة، التفاعل البيوميكانيكي، التفاعل الكيميائي الحيوي.

Abstract

his thesis explores the significant role of surface modification in enhancing the performance of titanium-based dental implants and prostheses. Biomaterials, crucial for augmenting or replacing defective human tissues, must meet stringent criteria for biocompatibility, mechanical strength, and osseointegration. Titanium and its alloys stand out due to their remarkable physicochemical properties such as biocompatibility, corrosion resistance, and low density. Emphasis is placed on the positive impact of surface nanostructuring through anodization, significantly improving the biomechanical and biochemical interaction between implants and adjacent bone tissues. This work highlights the benefits of surface nanostructuring through anodization, optimizing the biomechanical and biochemical interaction between implants and adjacent bone tissues. By employing advanced characterization methods such as nanoindentation, atomic force microscopy, and electrochemical impedance spectroscopy.

Keywords : Surface modification, Titanium implants, Dental prostheses, Biocompatibility, Mechanical strength, Osseointegration, Nanostructuring, Anodization, Biomechanical interaction, Biochemical interaction, Advanced characterization.

Table des matières

Avant-propos..... ii

Dédicace..... iii

Résumé.....iv

ملخص.....iv

Table des matières vi

Liste des abréviations..... viii

Liste des tableaux.....ix

Liste des figures x

Introduction Générale 1

Chapitre 1 : Biomatériaux et Implants dentaires à Base de Titane.....4

1.1 Biomatériaux 4

1.1.1 Définition 4

1.1.2 Propriétés des biomatériaux 4

1.2 Le titane et ses alliages pour les implants et prothèses dentaires.....6

1.2.1 Généralité.....6

1.2.2 Propriétés mécaniques de Titane pur pour les implants et les prothèses dentaires.....6

1.2.3 Propriétés mécaniques de TiA6V pour les implants et les prothèses dentaires.....7

1.2.4 Impact de la modification de la surface par anodisation sur les propriétés mécaniques de Ti et ses alliages 8

Chapitre 2 : Méthodes de caractérisation des nanotubes de TiO_2 pour les implants et prothèses dentaires 12

2.1 Caractérisation mécanique 12

2.1.1 Nanoindentation 12

2.1.2 Microscopie a force atomique 14

2.2 Caractérisation physico-chimique 15

2.2.1 Microscopie Électronique à Balayage (MEB) 15

2.3 Caractérisation électrochimique 16

2.3.1 Potentiel de circuit ouvert (OCP) 16

2.3.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) 17

Conclusion générale 20

Bibliographie 21

Liste des abréviations

TiO_2 : Dioxyde de titane

AFM : la microscopie à force atomique

MEB : La microscopie électronique à balayage

EDS : La spectroscopie à dispersion d'énergie

SIE : Spectroscopie d'impédance électrochimique

OCP : le potentiel en circuit ouvert

Liste des tableaux

Tableau 1.1 *: Propriétés mécaniques et critères des matériaux pour implants dentaires* 5

Tableau 1.2 : *Comparaison des propriétés mécaniques du titane pur (Ti), de l'alliage Ti-6Al-4V et de l'os humain* [3] 8

Liste des figures

Figure 1 : *Remplacement des dents par des implants en titane*[3] 7

Figure 2 : *Une image de l'implant dentaire recouvert de nanotubes de TiO_2* 9

Figure 3 : *Nanostructuration contrôlée des nanotubes de TiO_2 par anodisation électrochimique*.....10

Figure 4: *Exemple d'images MEB des impressions d'indentation à (a) faible et (b) hauts grossissements laissés par un indenteur Berkovich. (c)–(e) Schémas d'un indenteur Berkovich pénétrant dans un réseau de nanotubes de TiO_2* [7].....13

Figure 5 : *Schéma présente le prince et l'équipement de AFM* [8] 14

Figure 6 : *Exemples d'images AFM. a) et b) Images AFM en 2D du titane non traité, et c) et d) Images AFM en 3D des réseaux de nanotubes de dioxyde de titane* [10].....15

Représentation de Nyquist : Cette représentation consiste à tracer l'opposé de la partie imaginaire de l'impédance (-Z") en fonction de la partie réelle (Z'). Elle permet d'évaluer la nature impédance du système, de distinguer un comportement capacitif d'un comportement capacito-résistif, et de déterminer les résistances de l'électrolyte (R_e) et de polarisation (R_p) (Figure 7) [11] 17

Figure 8 *: Exemple de diagramme de Nyquist pour le titane non traité et les réseaux de nanotubes de dioxyde de titane, montrant les propriétés impédantes du système* [10]...18

Figure 9 : *Exemple de diagramme de Nyquist pour le titane non traité et les réseaux de nanotubes de dioxyde de titane, montrant les propriétés impédantes du système*[10]....19

Introduction Générale

Les implants dentaires en titane et ses alliages jouent un rôle crucial dans la restauration des fonctions bucco-dentaires, offrant une solution durable et biocompatible pour remplacer les dents perdues. L'évolution des matériaux biomédicaux a conduit à une exploration approfondie des propriétés de ces implants, avec un intérêt particulier pour l'amélioration de leur intégration osseuse, un processus essentiel à leur succès clinique.

Le titane est largement choisi en raison de ses propriétés physico-chimiques remarquables, telles que sa biocompatibilité élevée, sa résistance à la corrosion et sa faible densité, qui favorisent une interaction harmonieuse avec le tissu osseux environnant. Pour optimiser cette interaction, plusieurs techniques de modification de surface ont été étudiées, visant à améliorer l'ostéointégration et à prolonger la durabilité des implants.

Parmi ces techniques, l'anodisation électrochimique émerge comme une méthode prometteuse pour nanostructurer la surface des implants en titane. En formant des nanotubes de dioxyde de titane (TiO_2) à la surface, l'anodisation peut moduler les propriétés physico-chimiques du matériau, telles que la rugosité de surface et la réactivité biochimique, influençant ainsi son comportement biologique.

Cette thèse se concentre sur une exploration bibliographique approfondie des effets de l'anodisation électrochimique sur les propriétés mécaniques des implants dentaires en titane et ses alliages. En examinant les recherches antérieures et en intégrant les connaissances actuelles dans le domaine, cette étude vise à fournir une analyse critique des avantages potentiels de cette technique pour améliorer les performances cliniques des implants dentaires.

Le chapitre 1 explore les fondements des biomatériaux utilisés en odontologie, en mettant l'accent sur les propriétés mécaniques du titane pur et de l'alliage Ti-6Al-4V, les plus couramment utilisés pour les implants dentaires. Une attention particulière est portée sur l'impact de la modification de la surface par anodisation sur ces propriétés mécaniques, crucial pour comprendre les effets de cette technique sur la performance clinique des implants.

Le chapitre 2 se concentre sur les méthodes avancées de caractérisation des nanotubes de dioxyde de titane (TiO_2) formés par anodisation, essentiels pour évaluer et comprendre les propriétés physico-chimiques et mécaniques des surfaces d'implants. Les techniques discutées incluent la nanoindentation pour la mesure de la dureté et de la résistance des matériaux, la microscopie à force atomique pour la visualisation à l'échelle nanométrique, ainsi que la caractérisation électrochimique comme la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE),

Chapitre 1

Biomatériaux et Implants dentaires à Base de Titane

Chapitre 1 : Biomatériaux et Implants dentaires à Base de Titane

1.1 Biomatériaux

1.1.1 Définition

Les biomatériaux sont des matériaux utilisés pour construire des organes artificiels, des dispositifs de réhabilitation ou des implants qui peuvent être en contact étroit ou direct avec le corps pour augmenter ou remplacer des tissus défectueux. En général, les biomatériaux peuvent être classés en matériaux vivants ou ayant été vivants, ce qui correspond à la description de l'ingénierie tissulaire, ainsi qu'en matériaux synthétiques. Ce concept s'étend aux matériaux utilisés dans les systèmes de libération de médicaments, les biosenseurs ou les dispositifs fonctionnant à l'extérieur du corps mais en communication avec lui, comme les systèmes de cœur artificiel l[1] ,les implants et les prothèses dentaires.

1.1.2 Propriétés des biomatériaux

Le biomatériau doit avoir la principale propriété de ne pas provoquer de réaction tissulaire indésirables qui pourraient entraîner une défaillance de l'implant lorsqu'il est mis en service. Cela implique qu'il doit respecter différents critères[2] ***Tableau 1.1*** :

Propriétés des biomatériaux	Critères
La biocompatibilité	Les matériaux doivent être non toxiques, non cancérogènes et ne doivent pas provoquer de réactions inflammatoires ou allergiques pouvant entraîner la mort cellulaire ou altérer les fonctions cellulaires ou tissulaires. Le succès dépend de la réaction du corps à l'implant [1].
Les propriétés mécanique	Les matériaux doivent posséder des propriétés telles que la dureté, la résistance à la traction, le module de Young et l'allongement. Ils doivent avoir des caractéristiques mécaniques semblables à celles de l'os pour éviter les fractures dues à des défaillances mécaniques [2].
Ostéointégration	Les alliages métalliques doivent avoir la capacité de se lier à l'os et aux autres tissus. L'implant doit être correctement intégré à l'os pour garantir sa sécurité et son efficacité. La rugosité de surface et les traitements de surface peuvent améliorer l'ostéointégration [2].
Haute résistance à la corrosion	Les alliages implantés doivent résister à la corrosion due aux ions chlorure et aux protéines présentes dans le fluide corporel. La résistance à la corrosion est influencée par le film passif formé à la surface de l'alliage et par les éléments d'alliage présents [2].
Résistance a l'usure	Les matériaux des implants articulaires et dentaires doivent résister à l'usure due au mouvement. Dans les articulations artificielles, cette usure est accentuée par une lubrification mixte, tandis que les implants dentaires dépendent partiellement de la salive pour réduire la friction. L'usure génère des particules qui peuvent provoquer des réactions indésirables et l'ostéolyse. Des combinaisons de matériaux et des traitements de surface sont utilisés pour réduire l'usure [2] .

***Tableau 1.1** : Propriétés mécaniques et critères des matériaux pour implants dentaires*

1.2 Le titane et ses alliages pour les implants et prothèses dentaires

1.2.1 Généralité

Le titane a été découvert en 1791 par William Gregor en Angleterre lors de son analyse chimique des minéraux de Cornouailles. En étudiant l'ilménite ($FeTiO_3$) de la vallée de Manaccan, Gregor a isolé une substance métallique inconnue à l'époque, qu'il a nommée manaccanite. En 1795, Martin Heinrich Klaproth a redécouvert ce métal dans le minéral rutile et lui a donné le nom de titane [1].

Depuis sa découverte, le titane et ses alliages présentent des propriétés physico-chimiques remarquables telles que la biocompatibilité, la légèreté, la faible densité, l'excellente résistance à la corrosion et le faible module d'élasticité, ce qui en fait un matériau particulièrement attrayant pour diverses applications technologiques et médicales [3].

Le titane est largement utilisé dans plusieurs secteurs industriels, notamment dans les implants et prothèses dentaires, ainsi que dans les turboréacteurs, turbines à gaz, réacteurs chimiques, moteurs de véhicules de sport, articles de sport, horlogerie, lunetterie et construction [3].

1.2.2 Propriétés mécaniques de Titane pur pour les implants et les prothèses dentaires

Le titane, en tant que matériau pur, présente des propriétés mécaniques remarquables qui en font un choix attrayant pour les implants endo-osseux. Sa faible densité, sa biocompatibilité, sa bonne résistance à la corrosion et son module de young inférieur le rend plus avantageux que d'autres matériaux utilisés comme implants et prothèses dentaires, tels que l'acier inoxydable 316 L et l'alliage Cr-Co [4].

Le module d'élasticité (E) est une propriété qui affecte directement la stabilité de l'implant. Il est souhaitable que le module d'élasticité métallique soit aussi proche que possible de celui de l'os (environ 30 GPa pour l'os cortical), car des différences plus faibles entre les valeurs de E conduisent à un meilleur transfert de contraintes, évitant ainsi l'effet de blindage des contraintes. Étant un métal de valve, le titane forme spontanément une couche d'oxyde auto-formée qui empêche la libération d'ions lorsqu'il est implanté, ce qui conduit à la

biocompatibilité. Cependant, cette mince couche d'oxyde ne favorise pas les liaisons chimiques avec les tissus vivants, il est donc nécessaire d'effectuer un traitement de surface pour améliorer leurs propriétés de surface à la recherche d'une ostéointégration optimisée [4] .



Figure 1 : *Remplacement des dents par des implants en titane*[3]

1.2.3 Propriétés mécaniques de TiA6V pour les implants et les prothèses dentaires

L'alliage Ti-6Al-4V, bien qu'initialement développé pour des applications aérospatiales, a trouvé une place importante dans le domaine biomédical en raison de ses excellentes propriétés. Il présente une résistance exceptionnelle à la corrosion et une biocompatibilité élevée, ce qui le rend idéal pour diverses applications médicales[1]. Son module de Young est inférieur à celui du titane pur ***Tableau 1.2***, améliorant ainsi le transfert de contraintes.

En matière de implants dentaires, l'alliage Ti-6Al-4V est utilisé pour les implants subpériostés, transosseux et endo-osseux, chacun ayant des applications spécifiques en fonction de leur position et forme. Les implants endo-osseux, en particulier, sont les plus couramment utilisés et peuvent être appliqués dans presque toutes les situations cliniques, offrant des solutions robustes et durables pour le remplacement des dents manquantes[1].

Matériau	Module d'élasticité (GPa)	Résistance à la rupture (MPa)	Limite élastique (MPa)
Ti	105	692	785
Ti-6Al-4V	110	850-900	960-970
Os humain	0-30	-	90-140

Tableau 1.2 : *Comparaison des propriétés mécaniques du titane pur (Ti), de l'alliage Ti-6Al-4V et de l'os humain* [3]

1.2.4 Impact de la modification de la surface par anodisation sur les propriétés mécaniques de Ti et ses alliages

1.2.4.1 Processus d'anodisation et modification de surface

L'anodisation est un processus électrochimique qui modifie la surface du titane en créant une couche d'oxyde de titane (TiO_2) poreuse. Ce processus augmente la rugosité de la surface de manière contrôlée, améliorant ainsi les interactions mécaniques et biochimiques entre l'implant et le tissu osseux.

Lors de l'anodisation, l'implant en titane est immergé dans un électrolyte composé d'acides forts tels que H_2SO_4, H_3PO_4, HNO_3, et HF. L'application d'un potentiel électrique induit un transport ionique à travers la cellule électrochimique, provoquant une dissolution partielle de la couche d'oxyde existante et une croissance de nouvelles couches dans certaines régions, formant ainsi des micro- et nanopores [5] .



Figure 2 : *Une image de l'implant dentaire recouvert de nanotubes de TiO_2*

1.2.4.2 Nanostructuration de la surface par anodisation

L'anodisation ne modifie pas seulement la topographie de la surface mais permet également une nanostructuration contrôlée, notamment par la formation de nanotubes de TiO_2. Ce processus électrochimique permet de créer une architecture en trois dimensions qui peut être ajustée en fonction des paramètres électrochimiques tels que le potentiel de l'électrode de travail, la composition de l'électrolyte (***Figure 3***). En ajustant ces paramètres, il est possible de contrôler l'épaisseur et la porosité de la couche d'oxyde, influençant ainsi les propriétés mécaniques et biologiques des matériaux [5].

Les études ont montré que les implants en titane anodisé présentent des taux de succès clinique plus élevés par rapport aux implants à surface lisse, en raison de la meilleure intégration mécanique et biochimique avec le tissu osseux environnant. La structure en nanotubes de TiO_2 offre une meilleure adhésion cellulaire et une stabilité mécanique accrue, améliorant ainsi l'efficacité des implants médicaux [5].

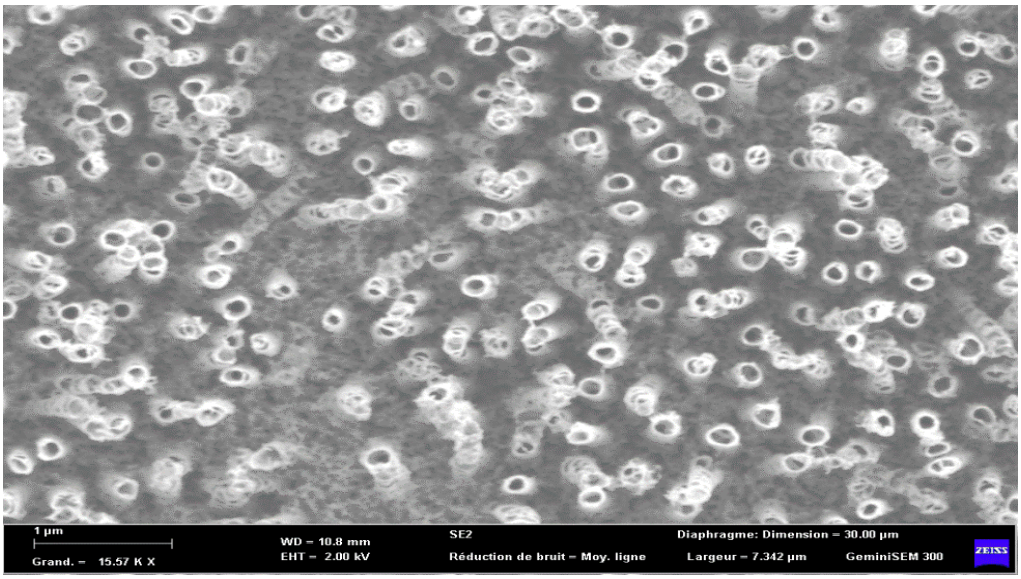


Figure 3 : *Nanostructuration contrôlée des nanotubes de TiO_2 par anodisation électrochimique*

Chapitre 02

Méthodes de caractérisation des nanotubes de TiO_2 pour les implants et prothèses dentaires

Chapitre 2 : Méthodes de caractérisation des nanotubes de TiO_2 pour les implants et prothèses dentaires

2.1 Caractérisation mécanique

De nombreuses informations sur la structure et l'applicabilité des matériaux peuvent être obtenues par des essais mécaniques. Il existe diverses techniques bien établies à l'échelle macro et microscopique, telles que les essais de traction, les essais de dureté ou l'analyse mécanique dynamique [6]. Cependant, pour caractériser et tester les matériaux de taille nanométrique et nanostructurés, des techniques avec une résolution nanométrique doivent être utilisées. La nanoindentation et la microscopie à force atomique (AFM) possèdent une telle résolution [6]. Ces techniques sont essentielles pour étudier les propriétés mécaniques des nanotubes de TiO_2

2.1.1 Nanoindentation

- **Principe :** En nanoindentation, également connue sous le nom de test d'indentation instrumenté, un indenteur est pressé avec une force connue sur la surface de l'échantillon et le déplacement de l'indenteur est enregistré. Lorsque l'indenteur est en contact avec l'échantillon, son déplacement équivaut à la déformation de l'échantillon. À partir des courbes de force-déplacement mesurées [6], plusieurs paramètres matériels peuvent être calculés pour caractériser les propriétés mécaniques des nanotubes TiO_2 notamment le module réduit (Er) et la dureté (H) [7]. Ces paramètres sont évalués à partir des équations suivantes [7] :

$$Er = 0.5 \times \left(\frac{dP}{dh}\right) \times \left(\frac{\sqrt{P}}{\sqrt{A_c}}\right) \qquad \textit{Équation 1}$$

$$\mathrm{H} = \frac{P_{max}}{A_c} \quad \textit{Équation 2}$$

Où $\left(\frac{dP}{dh}\right)$ est la raideur de contact, P_{max} est la charge maximale appliquée et A_c est la zone de contact entre l'indenteur et l'échantillon.

L'indenteur est généralement en diamant, mais d'autres matériaux durs tels que le saphir ou le carbure de tungstène sont également utilisés. Plusieurs géométries d'indenteurs sont couramment employées, telles que l'indenteur Vickers (pyramide à quatre côtés) et l'indenteur Berkovich (pyramide à trois côtés) (***Figure 4***). Les indenteurs avec des pointes aussi aiguës engendrent non seulement des déformations élastiques mais aussi plastiques lors de l'indentation. Avec des indenteurs sphériques, il est possible de déformer le matériau uniquement de manière élastique [6].

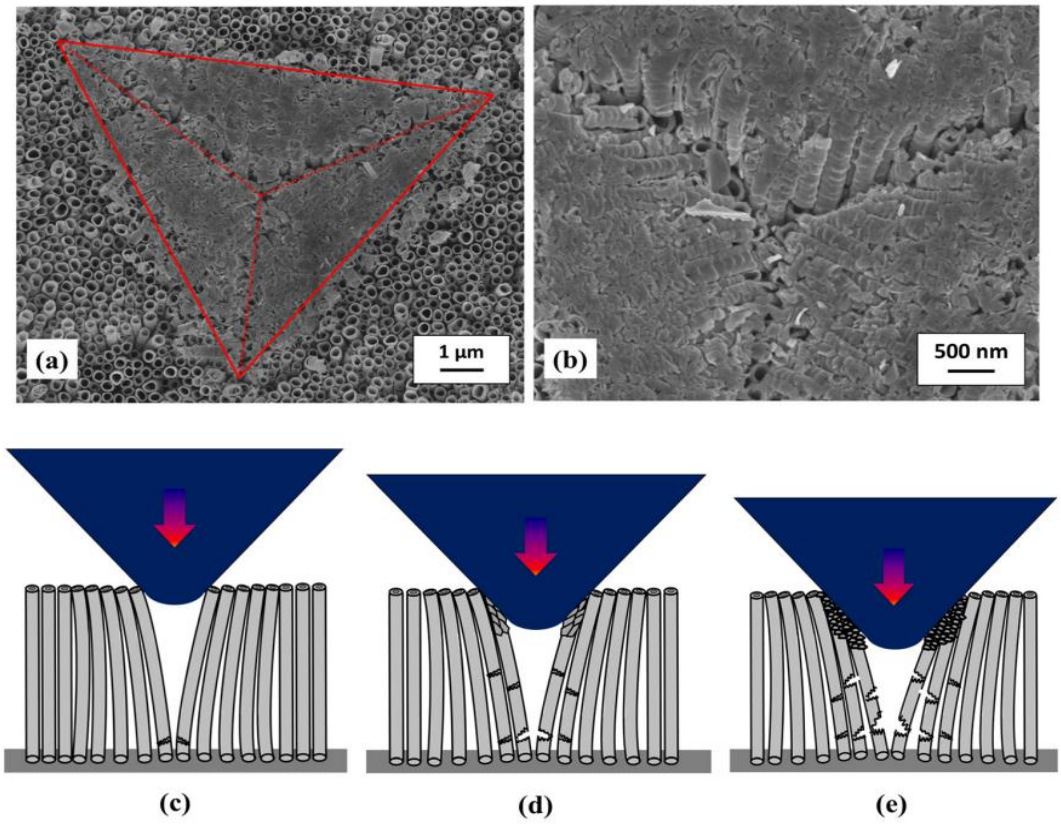


Figure 4: *Exemple d'images MEB des impressions d'indentation à (a) faible et (b) hauts grossissements laissés par un indenteur Berkovich. (c)–(e) Schémas d'un indenteur Berkovich pénétrant dans un réseau de nanotubes de TiO_2* [7]

2.1.2 Microscopie a force atomique

- **Principe :** Le microscope à force atomique (AFM) est un outil utilisé pour explorer la surface des échantillons à l'échelle nanométrique.

  Il repose sur l'utilisation d'une pointe extrêmement fine, généralement en nitrure de silicium (SiN_3), fixée à l'extrémité d'un levier flexible appelé cantilever (***Figure 5)***. En approchant cette pointe de la surface de l'échantillon, la déviation du cantilever due aux aspérités de la surface est détectée et contrôlée pour maintenir une distance et une force constantes entre la pointe et l'échantillon. Trois types d'images peuvent être obtenus : des images topographiques, des images de déviation révélant les détails de la surface, et des images de friction résultant de la torsion du cantilever. Pour éviter d'endommager les échantillons biologiques, un mode opératoire alternatif appelé "mode oscillant avec contact" est parfois utilisé. L'AFM présente des limites en termes de taille et de forme des objets analysés, avec une amplitude verticale maximale d'environ 7 à 10 µm et une taille de balayage limitée à environ 100 µm dans le plan [8]. De plus, l'AFM permet également la mesure de la rugosité de surface, un paramètre essentiel pour caractériser les propriétés des échantillons. Cette mesure de rugosité est obtenue en explorant la surface de l'échantillon avec la pointe de l'AFM, et en analysant les variations de hauteur à l'échelle nanométrique[9]

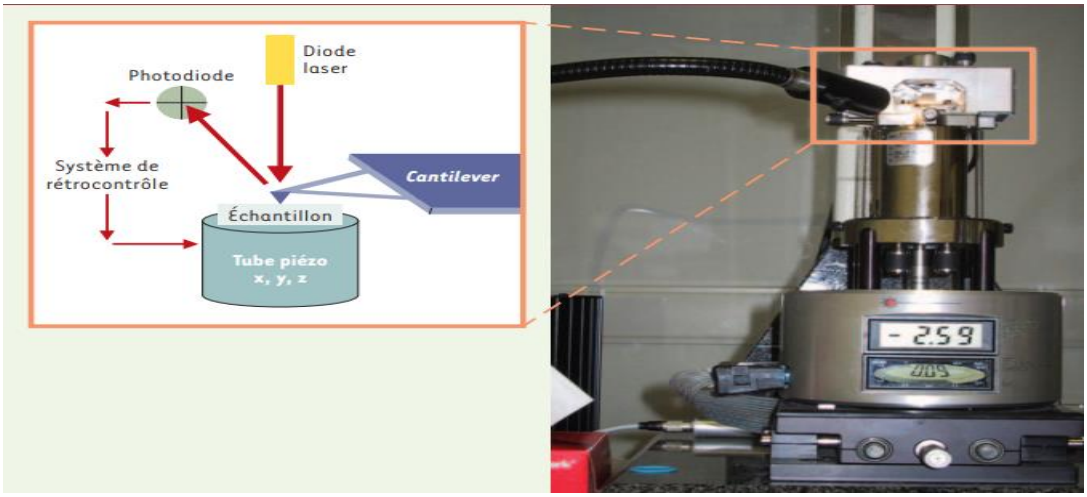


Figure 5 : *Schéma présente le prince et l'équipement de AFM* [8]

Pour illustrer l'application de l'AFM dans l'analyse des nanotubes de dioxyde de titane, les images suivantes montrent des exemples d'images AFM en 2D et en 3D pour le titane non traité et les réseaux de nanotubes de dioxyde de titane, respectivement (***Figure 6***)

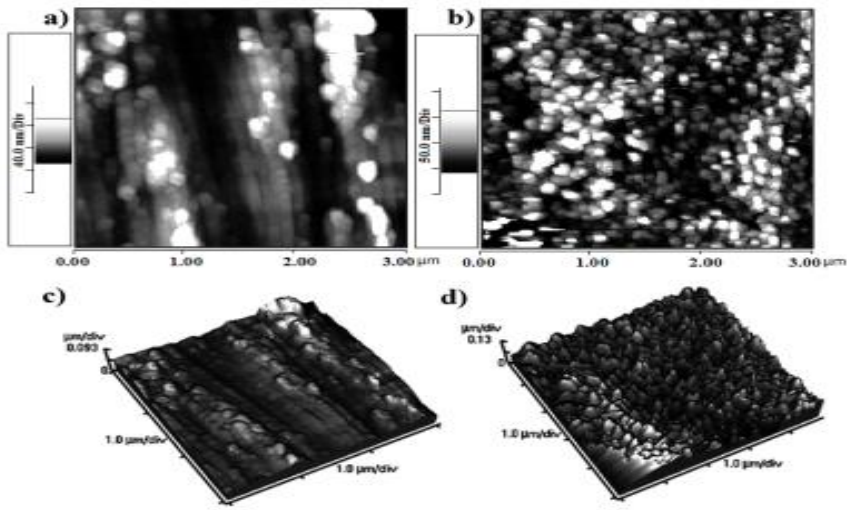


Figure 6 : *Exemples d'images AFM. a) et b) Images AFM en 2D du titane non traité, et c) et d) Images AFM en 3D des réseaux de nanotubes de dioxyde de titane* [10]

2.2 Caractérisation physico-chimique

2.2.1 Microscopie Électronique à Balayage (MEB)

- **Principe :** La microscopie électronique à balayage (MEB) (ou Scanning Electron Microscopy « SEM ») est une technique de microscopie électronique capable de produire des images en haute résolution de la surface d'un échantillon en se basant sur le principe des interactions électrons−matière.

La surface de l'échantillon est balayée par un faisceau d'électrons. La réémission d'électrons rétrodiffusés, d'électrons secondaires et de photons X est provoquée par l'interaction des électrons avec la matière. Les électrons rétrodiffusés sont collectés afin d'obtenir des données sur la chimie de la surface (par contraste de phases), tandis que les électrons secondaires sont utilisés pour obtenir des informations sur la topographie. De leur côté, les photons X

permettent d'identifier la nature des composés chimiques présents, voire de les quantifier (technique connue sous le nom d'EDS, pour Energy Dispersive Spectroscopy)[11]

2.3 Caractérisation électrochimique

La corrosion représente un défi majeur lorsqu'il s'agit de mettre en place des matériaux métalliques, car elle peut entraîner une détérioration de l'intégrité structurelle de l'implant et de ses caractéristiques de surface. De plus, elle modifie les propriétés mécaniques de l'implant, accélérant ainsi la fatigue et l'usure du matériau, ce qui aggrave davantage la corrosion. Pour les applications biomédicales, il est important de comprendre et d'évaluer précisément la corrosion des matériaux pour garantir leur durabilité [11]. Plusieurs méthodes de caractérisation électrochimique, telles que la spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) et les mesures de potentiel de circuit ouvert, sont utilisées pour évaluer cette corrosion.

2.3.1 Potentiel de circuit ouvert (OCP)

- **Principe :** Le potentiel de corrosion d'un métal dans une solution électrolytique est le potentiel mesuré « spontanément » par ce métal dans la solution électrolytique, ou potentiel en circuit ouvert (OCP). Le potentiel libre, également connu sous le nom de potentiel en circuit ouvert, correspond au potentiel que l'interface (potentiel mixte) reçoit lorsque les courants anodiques et cathodiques sont égaux en valeur absolue. Ce potentiel indique la noblesse du matériau dans un milieu donné. Suivre ce dernier au fil du temps permet de comprendre les modifications de la surface de l'échantillon (interface métal/électrolyte) en fonction du temps d'immersion. Les variations du potentiel de corrosion fournissent des informations sur la dégradation de l'interface, la passivation ou le renforcement de la résistance à la corrosion d'une surface métallique [11].

Dans la pratique, la mesure de l'OCP est une technique stationnaire qui implique la mesure d'un potentiel entre l'électrode de travail et l'électrode de référence sans l'utilisation de courant. Son développement fournit des données sur la durée de stationnarité du système, une

condition essentielle pour réaliser des mesures par spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE), en particulier [11].

2.3.2 Spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE)

Principe : La spectroscopie d'impédance électrochimique (SIE) est une technique puissante utilisée pour analyser les processus électrochimiques à l'interface électrode/électrolyte en excitant le système avec une fonction sinusoïdale variant en fréquence. La méthode repose sur l'application d'un signal sinusoïdal de faible amplitude et sur l'analyse de la réponse en courant du système[11].

Lorsque le système est excité par un signal sinusoïdal en potentiel $E(t) = E_0 \sin(\omega t)$, la réponse en courant est également une sinusoïde $E(t) = I_0 \sin(\omega t + \emptyset)$, où ω est la fréquence angulaire, E_0 l'amplitude du signal d'excitation, I_0 l'amplitude du signal de sortie, et $\emptyset$ le déphasage entre le signal d'entrée et le signal de sortie[11].

L'impédance du système est alors définie par le rapport entre le signal d'entrée et le signal de sortie et peut s'exprimer sous forme complexe [11] :

$$Z(\omega) = Z'(\omega) + jZ''(\omega) = |Z|e^{j\emptyset} = |Z|(cos\emptyset + j\sin\emptyset) \qquad \textbf{\textit{Équation 3}}$$

Où Z' est la partie réelle de l'impédance et Z'' la partie imaginaire.

Pour que les mesures d'impédance soient valides, le système doit être stationnaire, linéaire et invariant dans le temps. La linéarité est vérifiée en utilisant un signal d'entrée de faible amplitude (typiquement 10 mV_{rms}), tandis que la stationnarité et l'invariance sont assurées par la mesure du potentiel en circuit ouvert (OCP) avant la mesure d'impédance () [11].

Deux types de représentations graphiques sont couramment utilisés pour analyser les mesures d'impédance :

Représentation de Nyquist : Cette représentation consiste à tracer l'opposé de la partie imaginaire de l'impédance (-Z") en fonction de la partie réelle (Z'). Elle permet d'évaluer la

nature impédance du système, de distinguer un comportement capacitif d'un comportement capacito-résistif, et de déterminer les résistances de l'électrolyte (R_e) et de polarisation (R_p) (Figure 7) [11]

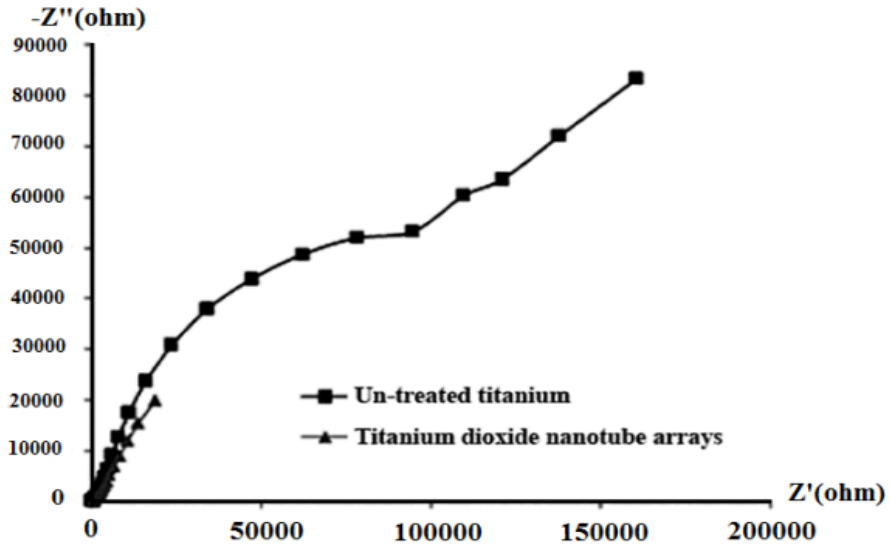


***Figure 8** : Exemple de diagramme de Nyquist pour le titane non traité et les réseaux de nanotubes de dioxyde de titane, montrant les propriétés impédantes du système* [10]

1. **Représentation de Bode** : Dans cette représentation, on trace l'évolution de la phase (φ) et du module (|Z|) en fonction de la fréquence, souvent en échelle logarithmique. Elle aide à identifier les différents phénomènes interfaciaux et à visualiser la résistance à la corrosion du système à basse fréquence (***Figure 9***) [11].

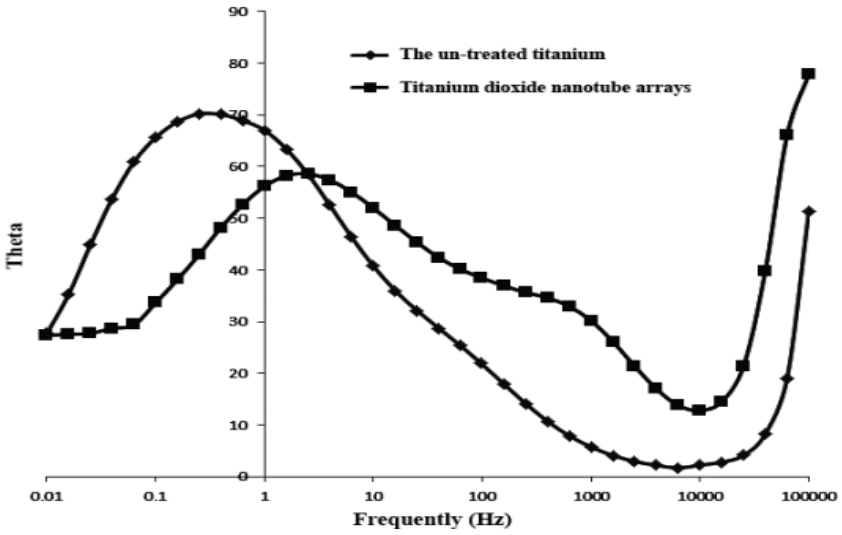


Figure 9 : *Exemple de diagramme de Nyquist pour le titane non traité et les réseaux de nanotubes de dioxyde de titane, montrant les propriétés impédantes du système*[10]

Conclusion générale

Cette étude a exploré en profondeur le rôle critique de la modification de surface dans l'amélioration des performances des implants et prothèses dentaires à base de titane. L'objectif principal était de comprendre comment ces modifications influencent la biocompatibilité, l'ostéointégration et la durabilité des implants, en utilisant des techniques avancées de caractérisation pour évaluer ces propriétés.

Bibliographie

[1] M. Almeida *et al.*, ‘MULTISCALE FEMTOSECOND LASER SURFACE TEXTURING OF TITANIUM AND TITANIUM ALLOYS FOR DENTAL AND ORTHOPAEDIC IMPLANTS Sous la direction de Marie-Christine DURRIEU et de Rui VILAR Soutenue le 9 Janvier 2015 Membres du jury’.

[2] V. S. de Viteri and E. Fuentes, ‘Titanium and Titanium Alloys as Biomaterials’, in *Tribology - Fundamentals and Advancements*, InTech, 2013. doi: 10.5772/55860.

[3] ‘BUPHA_TD_2012_MOUSA_AYHAM’.

[4] L. S. Santos, N. T. C. Oliveira, C. M. Lepienski, C. E. B. Marino, and N. K. Kuromoto, ‘Elastic modulus evaluation of Titania nanotubes obtained by anodic oxidation’.

[5] S. Issa, ‘Functionalization of titanium surface for dental implants design’. [Online]. Available: https://theses.hal.science/tel-01124334

[6] M. Griepentrog, G. Krämer, and B. Cappella, ‘Comparison of nanoindentation and AFM methods for the determination of mechanical properties of polymers’, *Polym Test*, vol. 32, no. 3, pp. 455–460, 2013, doi: 10.1016/j.polymertesting.2013.01.011.

[7] Y. N. Xu, M. N. Liu, M. C. Wang, A. Oloyede, J. M. Bell, and C. Yan, ‘Nanoindentation study of the mechanical behavior of TiO2 nanotube arrays’, *J Appl Phys*, vol. 118, no. 14, Oct. 2015, doi: 10.1063/1.4932213.

[8] M.-C. Giocondi *et al.*, ‘Microscopie à force atomique : de l’imagerie cellulaire à la manipulation moléculaire From cell imaging to molecular manipulation : biological applications of atomic force microscopy’, vol. 19, no. 1, 2003.

[9] U. Frères, M. Constantine1, U. Larbi, B. M’hidi Oum, and E. Bouaghi, ‘République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l’Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Etude des propriétés de surface modifiée par différentes méthodes de l’alliage Ti6Al4V utilisé en odontologie’.

[10] S. Goodarzi, F. Moztarzadeh, N. Nezafati, and H. Omidvar, ‘Titanium dioxide nanotube arrays: A novel approach into periodontal tissue regeneration on the surface of titanium implants’, *Adv Mater Lett*, vol. 7, no. 3, pp. 209–215, Mar. 2016, doi: 10.5185/amlett.2016.6014.

[11] F. Hilario, ‘Synthèse et caractérisations de nanotubes de TiO2 pour applications biomédicales : propriétés électrochimiques et bioactivité’. [Online]. Available: https://theses.hal.science/tel-01812557