

Analyse des conditions d'élaboration de microstructures non conventionnelles $Ti_{45}Zr_{38}Ni_{17}$ et caractérisation de la réponse cellulaire dans le cadre d'une étude de biocompatibilité.

F. Prima, Ph. Vermaut, H. Lefaix, R. Portier

Contexte : Le titane est un métal de choix pour le développement des biomatériaux en médecine orthopédique et dentaire. Les alliages les plus fréquemment utilisés, développés au départ pour les technologies aéronautiques, présentent aujourd'hui des limites d'ordre mécanique et biologique : l'espérance de vie des patients étant de plus en plus élevée, les implants doivent répondre plus longtemps au stress d'un milieu biologique dynamique (contraintes, frottement, milieu corrosif...). De nouvelles structures, amorphes ou quasicristallines, sont étudiées depuis plusieurs décennies et les premiers résultats structuraux ont souligné leur possible utilisation dans le domaine biomédical pour pallier les limites actuelles des biomatériaux métalliques.

Objectifs : L'objectif de cette étude est double. Il s'agit d'une part d'élaborer des structures non conventionnelles (amorphes, quasicristaux) dans le système $Ti_{45}Zr_{38}Ni_{17}$ et de comprendre leurs critères de formation. Pour obtenir les alliages, nous avons employé une méthode de solidification rapide, l'hypertrempe sur roue. Les analyses structurales ont ensuite été réalisées par diffraction des rayons X, microscopie électronique en transmission (conventionnelle et haute résolution) et les analyses thermiques par analyse calorimétrique à balayage et résistivité électrique. Le second axe consiste à analyser l'influence de ces structures particulières sur les propriétés de surface du matériau et sur son interaction avec le milieu biologique. Après avoir analysé par XPS la couche d'oxyde, la réponse cellulaire a été étudiée par l'intermédiaire de cultures primaires d'ostéoblastes suivies par les techniques habituelles dans ce domaine (MEB/MET, marquage immunologique, dosage de protéines).

Résultats : L'hypertrempe sur roue nous a permis d'obtenir des alliages dont la microstructure se présente sous la forme d'une dispersion, dans une matrice amorphe, de particules nanométriques soit cristallines (solution solide de type β) [1,2], soit quasicristallines (QC) (Fig.1)[3]. Un contrôle précis des paramètres d'élaboration, notamment de la vitesse de trempe, permet de moduler la proportion de chacune de ces phases dans la matrice [2]. Les analyses thermiques par DSC et résistivité électrique ont montré une bonne stabilité des microstructures trempées. La phase amorphe se décompose en QC quelque soit la nature de nanoparticules après trempe ce qui nous a permis d'observer la coexistence de QC et de précipités β . La biocompatibilité des ces nouveaux alliages a ensuite été évaluée par le biais de cultures primaires d'ostéoblastes. Les analyses quantitatives et qualitatives ont démontré la biocompatibilité et la cytocompatibilité de $Ti_{45}Zr_{38}Ni_{17}$ [4]. Les cellules adhèrent à la surface avec une morphologie polygonale (Fig.2) et de nombreux points focaux, synonyme de viabilité à court terme. L'expression du phénotype osseux (synthèse de protéine osseuse et minéralisation a permis de souligner la réponse positive des cellules à plus long terme. L'étude de la couche d'oxyde superficielle par XPS nous a permis d'attribuer la bonne biocompatibilité de cet alliage à la présence, à l'interface matériau/tissus, d'une couche d'oxyde biocompatible TiO_2/ZrO_2 dépourvue de Ni [5]. Nos études nous conduisent maintenant à remplacer progressivement le Nickel par un élément chimique plus biocompatible (Nb, Ta...) tout en conservant la propension des alliages à former des structures nanométriques.

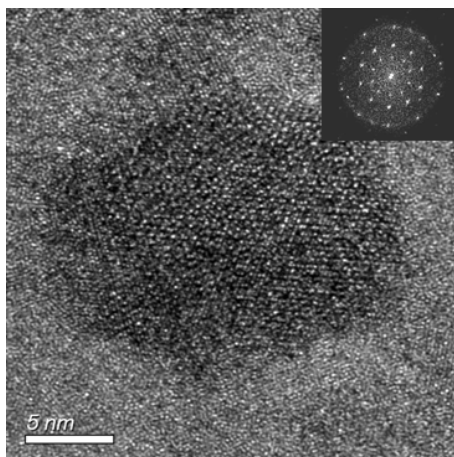


Fig1: HRTEM d'un QC issu de la dévitrification de la phase amorphe (recuit 30 min, 723K).

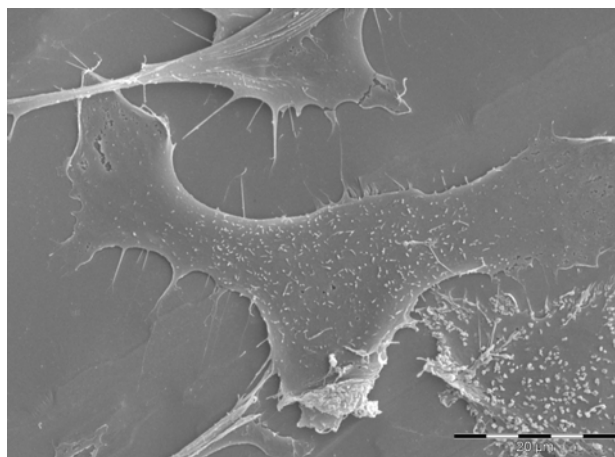


Fig.2: Observation au MEB des ostéoblastes après 24h au contact de $Ti_{45}Zr_{38}Ni_{17}$.

Conclusions : La solidification rapide permet d'élaborer de nouvelles structures $Ti_{45}Zr_{38}Ni_{17}$, amorphes avec des nanoparticules dont il est possible de contrôler la nature et la taille. La surface de ces microstructures est formée d'un oxyde biocompatible TiO_2/ZrO_2 dépourvu de Ni qui permet aux cellules osseuses de se développer depuis l'adhésion jusqu'à la différenciation.

[1] H. Lefaix, F. Prima, P. Dubot, D. Janickovic, P. Svec, Mater. Sci. Eng. A 449-451, 2007, 995-998.

[2] H. Lefaix, P. Vermaut, D. Janickovic, P. Svec, R. Portier, F. Prima, J. Alloys Compnd, 2008, in press.

[3] H. Lefaix, P. Vermaut, R. Portier, T. Gloriant, D. Janickovic, P. Svec, F. Prima, Proceeding of Titanium 2007: "Processing and characterisation of rapidly quenched Ti-based amorphous/nanoquasicrystalline composites.", Kyoto, Japan, 3-7 June 2007.

[4] H. Lefaix, A. Asselin, P. Vermaut, J. M. Sautier, A. Berdal, R. Portier, F. Prima, J. Mater. Sci.: Materials in Med. Doi : 10.1007/s10856-007-3248-6

[5] H. Lefaix, F. Prima, S. Zanna, P. Vermaut, P. Dubot, P. Marcus, D. Janickovic, P. Svec, Mater. Trans. 48, 3, 2007, 1-9