

2m11.2828.9

Université de Montréal

Évaluation in vitro de la biocompatibilité de fils orthodontiques en nickel-titane ayant subi une implantation ionique d'azote : comparaison avec 3 types de fils disponibles sur le marché.

par

George S. Papanastasoulis

Faculté de médecine dentaire

Mémoire présenté à la Faculté des études supérieures

en vue de l'obtention du grade de

Maître ès sciences (M.Sc.)

en médecine dentaire, option orthodontie

Janvier, 2000

© George S. Papanastasoulis, 2000



2000.05.18

WU

S

U58

2000

1004

Ministère de l'Éducation

Évaluation de l'impact de la mise en œuvre de la réforme de l'enseignement  
des sciences et de la technologie en 2000. Les résultats de l'évaluation  
sont disponibles sur le site.

par

George S. Prémont  
Faculté de médecine dentaire

Médecin dentaire à la Faculté de médecine dentaire  
de l'Université de Montréal (UdeM)  
en médecine dentaire, option orthodontie  
Janvier 2000



George S. Prémont, D.D.S.

Université de Montréal  
Faculté des études supérieures

Ce mémoire intitulé :

Évaluation in vitro de la biocompatibilité de fils orthodontiques en nickel-titane ayant subi une implantation ionique d'azote : comparaison avec 3 types de fils disponibles sur le marché.

présenté par :

George S. Papanastasoulis

a été évalué par un jury composé des personnes suivantes :

Dr l'Hocine Yahia

Dr Claude Remise

Dre Hélène Lemay

Dre Maryam Tabrizian

Mémoire accepté le : .....17/04/2000.....

## SOMMAIRE

L'orthodontie a connu bien des transformations durant sa courte histoire. Les théories thérapeutiques et les dispositifs mécaniques ont beaucoup évolué; ils permettent, aujourd'hui, de travailler d'une manière efficace et sûre tout en réduisant la durée du traitement. Le virage le plus marquant fut certes l'introduction par Andreasen, en 1972, d'une nouvelle famille de fils métalliques en alliages de nickel et de titane. Ces fils sont maintenant d'utilisation courante en thérapeutique orthodontique; leur superélasticité et leur mémoire de forme en font des instruments dont les propriétés frôlent de plus en plus la perfection. Ces fils permettent de générer des forces relativement légères et presque constantes pendant la totalité de leur désactivation; le patient n'a pas besoin de les faire changer aussi souvent qu'autrefois. La relative constance des forces entraîne une diminution des douleurs dentaires post-insertion. La superélasticité permet d'accélérer le traitement de la malocclusion car le fil peut être inséré dès le début du traitement dans la majorité sinon dans la totalité des boîtiers.

Une question surgit sans cesse, dans toutes les études contemporaines, dès qu'il s'agit d'un alliage en nickel-titane : quelle est sa biocompatibilité? Elle serait directement liée à la libération de nickel par phénomène de corrosion. Le nickel reste encore la cause la plus fréquente d'allergies de contact; plusieurs écrits démontrent qu'elle peut varier de 1% chez l'homme à 20% chez la femme (Dunlap, Vincent et Barker, 1989 ; Al-Waheidi, 1995).

L'objectif de la présente étude est d'évaluer la biocompatibilité de trois fils populaires par rapport à un fil en nickel-titane qui a subi une implantation ionique d'azote; ce dernier procédé permet-il d'améliorer la biocompatibilité des fils NiTi? Comme pour l'étude de Barrett, Bishara et Quinn, en 1993, la sélection des échantillons a été faite arbitrairement à partir de fils fréquemment utilisés en cabinet orthodontique. Un total de quarante-huit (48) fils rectangulaires de section mesurant seize millièmes par vingt-deux millièmes de pouce (0,016" x 0,022") fut retenu. Les quatre groupes d'alliages étaient représentés par les fils suivants: A) nickel-titane (NiTi), commercialisé sous le nom de Neo-Sentalloy par la compagnie GAC; B) nickel-titane (N-NiTi) avec Ionguard - implantation ionique d'azote - de la compagnie GAC; C) cuivre-nickel-titane 35°C (Cu-Ni-Ti), de la compagnie ORMCO; D) acier inoxydable, de la compagnie «A».

Pour chacun des quatre (4) types d'alliages, douze (12) fils, d'une longueur de 3 cm chacun, furent soumis aux tests. Chaque groupe de fils provenait d'un lot identique. Les fils ont été placés deux par deux dans des flacons refermables contenant 3 ml de salive artificielle selon la recette décrite par Barrett, Bishara et Quinn en 1993. Les flacons étaient préalablement rincés plusieurs fois avec de l'eau déionisée, puis avec de la salive artificielle. Les flacons furent placés dans un incubateur à air sec à 37°C et agités constamment à 60 rpm pendant toute la durée de l'expérience. Trois flacons témoins ne contenant que 3 ml de salive artificielle ont, comme contrôles, été placés avec les autres. La salive a été récupérée de chaque flacon aux jours 1, 3, 7, 14, et 21 pour être analysée par spectrophotométrie à absorption atomique.

Les fils des groupes A, B, et C ont aussi été soumis à des analyses XPS (X-Ray photoelectron spectroscopy) avant et après immersion dans la salive

artificielle. Nous avons voulu, tout d'abord, déterminer de quoi était constituée la surface des fils puis, en utilisant les spectres à haute résolution, connaître les liens chimiques entre les différentes molécules présentes à la surface tout en espérant mieux comprendre les résultats obtenus par spectrophotométrie à absorption atomique; finalement, nous avons observé ces mêmes fils par Microscopie à Force Atomique (AFM) et Microscopie à Balayage Électronique (SEM) dans le but d'évaluer la rugosité des différentes surfaces. Les données recueillies furent analysées à l'aide de tests statistiques de type ANOVA pour mesures répétées, avec une variable dépendante (la quantité de nickel détectée) et des variables indépendantes (le temps en mesures répétées et les quatre groupes). Des tests statistiques Post Hoc et Tukey HSD ont ensuite été menés.

Les résultats expérimentaux du relargage des ions nickel ont nettement révélé une biocompatibilité supérieure des fils en acier inoxydable. En comparant les trois types de fils en nickel-titane nous observons, dans les 24 premières heures, que les fils NiTi IONGUARD de GAC libèrent une quantité inférieure de nickel par rapport aux fils NiTi Neo-Sentalloy, et ce de manière statistiquement significative ( $p < 0,001$ ). Le Neo-Sentalloy libère également moins de nickel que le Cu-Ni-Ti pour la même période de temps, là encore de manière statistiquement significative ( $p < 0,001$ ). Les analyses XPS mettent en évidence la présence indiscutable d'une couche de nitrure de titane (TiN) à la surface des fils NiTi IONGUARD; ceci pourrait expliquer la supériorité de ces fils par rapport aux deux autres en NiTi quant à la libération d'ions nickel. Ces mêmes analyses démontrent que l'immersion dans la salive entraîne une oxydation complète du titane qui forme alors une couche superficielle protectrice d'oxyde de titane ( $TiO_2$ ); il semble, simultanément, qu'il y ait disparition complète de l'oxyde de nickel ( $Ni_2O_3$ ). Contrairement au titane, qui s'oxyde complètement, le nickel se trouve uniquement sous sa forme insoluble

"NiO" après immersion. Ceci expliquerait la diminution statistiquement significative du relargage de nickel après 21 jours pour les trois fils en nickel-titane.

Les résultats obtenus devraient sensibiliser l'orthodontiste face au phénomène du relargage de nickel à partir des fils orthodontiques lors de leur mise en bouche et lui permettre de mieux choisir leur emploi en fonction de chaque situation clinique. Les fabricants des fils en nickel-titane pourront aussi réduire significativement la quantité de nickel relâchée en laissant tout simplement baigner les fils dans une solution de salive artificielle pour une période de 14 jours avant de les mettre sur le marché.

# TABLE DES MATIÈRES

SOMMAIRE .....	III
TABLE DES MATIÈRES .....	VII
LISTE DES TABLEAUX .....	X
LISTE DES FIGURES .....	XI
LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS .....	XIII
REMERCIEMENTS .....	XV
1. INTRODUCTION .....	2
2. REVUE DE LA LITTÉRATURE .....	7
2.1 L'ORTHODONTIE À TRAVERS LES ANNÉES .....	7
2.1.1 Forces physiologiques .....	8
2.1.2 Changements engendrés au niveau de l'os et des racines .....	11
2.1.3 Phases de traitement en orthodontie .....	14
2.2 ÉVOLUTION DES ALLIAGES EN ORTHODONTIE .....	15
2.2.1 L'acier Inoxydable .....	15
2.2.2 Le chrome-cobalt .....	16
2.2.3 Les alliages en nickel-titane .....	16
2.2.3.1 Caractéristiques inhérentes aux alliages NiTi .....	18
2.2.3.2 Le nitinol .....	19
2.2.3.3 Le Chinese NiTi .....	21
2.2.3.4 Le Japanese NiTi .....	22
2.2.3.5 Le Copper Ni-Ti .....	23
2.2.4 Le Bêta-Titane .....	24
2.3 PROBLÈMES ASSOCIÉS AUX ALLIAGES EN NICKEL-TITANE .....	26
2.3.1 Manque de rigidité .....	26
2.3.2 Fatigue et fracture .....	27



2.3.3	<i>Biocompatibilité</i> .....	28
2.3.3.1	Spécificité du milieu buccal.....	29
2.3.3.2	Le nickel .....	30
2.3.3.3	Le nickel-titane .....	32
2.3.3.4	Études <i>in-vivo</i> .....	35
2.3.3.5	Études <i>in-vitro</i> .....	36
2.3.3.6	Études orthodontiques <i>in-vitro</i> .....	39
2.3.3.7	Études orthodontiques <i>in-vivo</i> .....	41
2.3.3.8	Rapport de cas d'allergies en orthodontie .....	44
2.4	TRAITEMENT DE SURFACE POUR AMÉLIORER LA BIOCOMPATIBILITÉ .....	46
2.4.1	Implantation ionique.....	50
2.4.1.1	Technique d'implantation.....	50
2.4.1.2	Implantation d'azote dans les fils orthodontiques .....	54
3.	TECHNIQUE EXPÉRIMENTALE .....	57
3.1	MATÉRIEL ET MÉTHODE .....	57
3.1.1	Échantillons de fils orthodontiques.....	57
3.1.2	Salive artificielle .....	60
3.1.3	Protocole de l'expérience.....	61
3.1.3.1	Test d'environnement <i>in-vitro</i> (la salive) .....	61
3.1.3.2	Contamination de la salive.....	61
3.1.3.3	Protocole rectifié et détaillé de l'expérience.....	62
3.1.3.4	Extraction des ions.....	65
3.1.3.5	Analyses par spectrophotométrie à absorption atomique .....	66
3.1.3.6	Analyses complémentaires .....	70
3.1.3.7	Expérimentation avec l'implantation ionique d'azote .....	70
4.	RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.....	73
4.1	TRAITEMENTS DES RÉSULTATS .....	73
4.1.1	Absorption atomique et relargage du nickel .....	73
4.2	PRÉSENTATION DES RÉSULTATS .....	76
4.2.1	Spectrophotométrie par Absorption Atomique .....	76
5.	DESCRIPTION DES RÉSULTATS .....	83
5.1	TECHNIQUE EXPÉRIMENTALE .....	83
5.2	RELEVÉ DES DONNÉES ET DES RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX.....	84

5.3 ANALYSE DES RÉSULTATS .....	84
5.3.1 <i>Dissolution du nickel et analyses par absorption atomique</i> .....	85
6. DISCUSSION DES RÉSULTATS.....	95
7. CONCLUSIONS.....	111
8. BIBLIOGRAPHIE .....	116
ANNEXE I : PUBLICITÉS DE LA COMPAGNIE GAC .....	131
ANNEXE II : PHOTOS DE L'INSTRUMENTATION EMPLOYÉE DANS L'ÉTUDE .....	135
ANNEXE III : ANALYSES XPS.....	138
A. ANALYSE DES ÉLÉMENTS DE LA SURFACE .....	144
B. ANALYSE DES SPECTRES À HAUTE RÉOLUTION .....	147
ANNEXE IV : SPECTRES XPS , COMPARAISONS INTER-GROUPES .....	152
ANNEXE V : SPECTRES XPS, COMPARAISONS INTRA-GROUPE .....	156
ANNEXE VI : ANALYSES PAR MICROSCOPIE À FORCE ATOMIQUE (AFM) .....	160
ANNEXE VII : ANALYSES PAR MICROSCOPIE À BALAYAGE ÉLECTRONIQUE (SEM) .....	167

## LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU I : RÉPONSE PHYSIOLOGIQUE À LA PRESSION RESENTIE PAR UNE DENT (PROFFIT, 1993) ...	13
TABLEAU II : CHOIX DE FILS EN FONCTION DES BESOINS ORTHODONTIQUES .....	14
TABLEAU III : RIGIDITÉ DES ALLIAGES ORTHODONTIQUES (BURSTONE 1981).....	25
TABLEAU IV : COMPOSITION DE LA SALIVE ARTIFICIELLE (BARRETT, BISHARA ET QUINN, 1993).	60
TABLEAU V : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN PPB) POUR LES QUATRE TYPES DE FILS .....	76
TABLEAU VI : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN $\mu\text{G}/\text{CM}^2$ ) POUR LES QUATRE TYPES DE FILS..	76
TABLEAU VII : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN PPB) POUR LE NEO-SENTALLOY.....	77
TABLEAU VIII : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN $\mu\text{G}/\text{CM}^2$ ) POUR LE NEO-SENTALLOY .....	77
TABLEAU IX : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN PPB) POUR LE NEO-SENTALLOY IONGUARD .....	78
TABLEAU X : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN $\mu\text{G}/\text{CM}^2$ ) POUR LE NEO-SENTALLOY IONGUARD.....	78
TABLEAU XI : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN PPB) POUR LE CU-NI-TI .....	79
TABLEAU XII : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN $\mu\text{G}/\text{CM}^2$ ) POUR LE CU-NI-TI .....	79
TABLEAU XIII : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN PPB) POUR L'ACIER INOXYDABLE.....	80
TABLEAU XIV : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN $\mu\text{G}/\text{CM}^2$ ) POUR L'ACIER INOXYDABLE .....	80
TABLEAU XV : CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (EN PPB) DANS LA SALIVE ARTIFICIELLE .....	81
TABLEAU XVI : COMPARAISON DES RÉSULTATS DE RELARGAGE AVEC CEUX DE L'ÉTUDE DE JIA ET AL. (1999) .....	101
TABLEAU XVII : RÉSULTATS XPS DES POURCENTAGES ATOMIQUES RETROUVÉS EN SURFACE AVANT IMMERSION DANS LA SALIVE (AVANT ET APRÈS NETTOYAGE DE LA SURFACE À L'ARGON PENDANT 20 MINUTES) .....	141
TABLEAU XVIII : RÉSULTATS XPS DES POURCENTAGES ATOMIQUES RÉTROUVÉS EN SURFACE APRÈS IMMERSION DANS LA SALIVE (AVANT ET APRÈS NETTOYAGE DE LA SURFACE À L'ARGON PENDANT 20 MINUTES) .....	142
TABLEAU XIX : RÉSULTATS HAUTE RÉOLUTION MONTRANT LES LIAISONS CHIMIQUES ANATOMIQUES À LA SURFACE DES FILS.....	143

## LISTE DES FIGURES

FIGURE 2.1 : SCHÉMA DE PRINCIPE D'UN IMPLANTEUR.....	52
FIGURE 2.2 : SCHÉMA DE PRINCIPE D'UNE SOURCE D'IONS DE TYPE FREEMAN.....	52
FIGURE 2.3 : PHÉNOMÈNES D'INTERACTIONS ENTRE LES IONS INCIDENTS ET LA MATIÈRE LORS D'UNE IMPLANTATION, ET PROFIL DE CONCENTRATION ASSOCIÉ.....	53
FIGURE 3.1 : ARC CONTINU MONTRANT LA RÉGION D'OÙ FURENT PRISES LES SECTIONS MESURANT 30,0 MM.....	58
FIGURE 3.2 : FLACON REFERMABLE DE FISHER SCIENTIFIC AVEC 3,0 ML DE SALIVE ET DEUX ÉCHANTILLONS DE FILS.....	65
FIGURE 3.3 : DESCRIPTION SCHÉMATIQUE DU PRINCIPE DU SPECTROPHOTOMÈTRE À ABSORPTION ATOMIQUE.....	69
FIGURE 5.1 : HISTOGRAMME DE LA CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE PAR ABSORPTION ATOMIQUE. RÉPRÉSENTATION DES MOYENNES DE CHAQUE GROUPE DE FILS AUX DIFFÉRENTS TEMPS.....	86
FIGURE 5.2 : HISTOGRAMME DE LA CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE PAR ABSORPTION ATOMIQUE AU JOUR 1. RÉSULTATS DE CHACUN DES SIX ÉCHANTILLONS POUR LES QUATRE GROUPES DE FILS TESTÉS.....	88
FIGURE 5.3 : HISTOGRAMME DE LA CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE PAR ABSORPTION ATOMIQUE AU JOUR 3. RÉSULTATS DE CHACUN DES SIX ÉCHANTILLONS POUR LES QUATRE GROUPES DE FILS TESTÉS.....	89
FIGURE 5.4 : HISTOGRAMME DE LA CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE PAR ABSORPTION ATOMIQUE AU JOUR 7. RÉSULTATS DE CHACUN DES SIX ÉCHANTILLONS POUR LES QUATRE GROUPES DE FILS TESTÉS.....	90
FIGURE 5.5 : HISTOGRAMME DE LA CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE PAR ABSORPTION ATOMIQUE AU JOUR 14. RÉSULTATS DE CHACUN DES SIX ÉCHANTILLONS POUR LES QUATRE GROUPES DE FILS TESTÉS.....	91
FIGURE 5.6 : HISTOGRAMME DE LA CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE PAR ABSORPTION ATOMIQUE AU JOUR 21. RÉSULTATS DE CHACUN DES SIX ÉCHANTILLONS POUR LES QUATRE GROUPES DE FILS TESTÉS.....	92
FIGURE 9.1 : MITUTOYO ABSOLUTE DIGIMATIC (JAUGE DIGITALE).....	135
FIGURE 9.2 : INCUBATEUR À AIR SEC MAINTENU À 37°C (MONTRANT L'AGITATEUR ET LES FLACONS SUR L'IMAGE DE DROITE).....	135
FIGURE 9.3 : AGITATEUR MAINTENU À 60 RPM ET FLACONS EXPÉRIMENTAUX.....	136
FIGURE 9.4 : SPECTROPHOTOMÈTRE À ABSORPTION ATOMIQUE.....	136

FIGURE 9.5 : ENREGISTREUR (PLOTTER) DU SPECTROPHOTOMÈTRE.....	137
FIGURE 9.6 : MISE EN PLACE DE L'ÉCHANTILLON DANS L'ENTRÉE OU S'INSÈRE LE FOUR GRAPHITE DU SPECTROPHOTOMÈTRE.....	137
FIGURE 9.7 : PERKIN ELMER MODELE 550 – SPECTROSCOPE PAR RAYONS-X PHOTOÉLECTRIQUES .....	139
FIGURE 9.8 : PANNEAUX DE CONTRÔLE POUR LE SPECTROSCOPE .....	139
FIGURE 9.9 : REPRÉSENTATION SCHÉMATIQUE DU SPECTROSCOPE PHI, MODÈLE 550 .....	140
FIGURE 9.10 : DIAGRAMME DU PROCESSUS PHOTOÉLECTRIQUE (HAUT) ET DU PROCESSUS AUGER (BAS). .....	140
FIGURE 9.11 : SPECTRE XPS – ANALYSE DE L'AZOTE POUR LE FIL NiTi IONGUARD (AVANT IMMERSION DANS LA SALIVE ET AVANT NETTOYAGE À L'ARGON) .....	147
FIGURE 9.12 : SPECTRES XPS - APRÈS IMMERSION DANS LA SALIVE ET PULVÉRISATION À L'ARGON PENDANT 20 MINUTES (RÉSULTATS POUR LES TROIS GROUPES DE FILS : A,B,C).....	153
FIGURE 9.13 : SPECTRES XPS - APRÈS IMMERSION DANS LA SALIVE (RÉSULTATS POUR LES TROIS GROUPES DE FILS : A,B,C).....	154
FIGURE 9.14 : SPECTRES XPS - AVANT IMMERSION DANS LA SALIVE ET PULVÉRISATION À L'ARGON PENDANT 20 MINUTES (RÉSULTATS POUR LES TROIS GROUPES DE FILS : A,B,C).....	155
FIGURE 9.15 : SPECTRES XPS – RÉSULTATS POUR LE GROUPE A (NiTi NEO-SENTALLOY) DÉMONTRANT L'EFFET DE LA SALIVE .....	157
FIGURE 9.16 : SPECTRES XPS – RÉSULTATS POUR LE GROUPE B (NiTi IONGUARD) DÉMONTRANT L'EFFET DE LA SALIVE .....	158
FIGURE 9.17 : SPECTRES XPS – RÉSULTATS POUR LE GROUPE C (Cu-Ni-Ti) DÉMONTRANT L'EFFET DE LA SALIVE.....	159
FIGURE 9.18 : PRINCIPE DE LA MICROSCOPIE À FORCE ATOMIQUE: .....	160
FIGURE 9.19 : IMAGE PAR AFM DU NiTi NEO-SENTALLOY. ....	163
FIGURE 9.20 : IMAGE PAR AFM DU Cu-Ni-Ti. ....	164
FIGURE 9.21 : IMAGE PAR AFM DU NiTi NEO-SENTALLOY IONGUARD.....	165
FIGURE 9.22 : IMAGE PAR AFM DU E-N-NiTi NEO-SENTALLOY (EXPÉRIMENTAL, U. DE MTL).....	166
FIGURE 9.23 : IMAGES PAR SEM DU NiTi NEO-SENTALLOY AVANT IMMERSION. ....	169
FIGURE 9.24 : IMAGES PAR SEM DU NiTi NEO-SENTALLOY IONGUARD AVANT IMMERSION. ....	170
FIGURE 9.25 : IMAGES PAR SEM DU Cu-Ni-Ti AVANT IMMERSION. ....	171
FIGURE 9.26 : IMAGES PAR SEM DE L'ACIER INOXYDABLE AVANT IMMERSION. ....	172
FIGURE 9.27 : IMAGES PAR SEM DU E-N-NiTi NEO-SENTALLOY (EXPÉRIMENTAL U. DE MTL) AVANT IMMERSION.....	173
FIGURE 9.28 : IMAGES PAR SEM DU FIL E-N-NiTi EXPÉRIMENTAL AVANT L'IMPLANTATION ET AVANT IMMERSION.....	174

## LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

$A_s$	Température de transformation initiale austénitique.
$A_f$	Température de transformation finale austénitique.
AFM	Microscopie à Force Atomique (Atomic Force Microscopy).
°C	Degré Celsius.
cAMP	Adénosine monophosphate cyclique (cyclic AMP).
cm	Centimètre.
Cu-Ni-Ti	Alliage de cuivre-nickel-titane (de la compagnie ORMCO).
E-N-NiTi	Alliage de nickel-titane avec implantation ionique d'azote (groupe expérimental de l'Université de Montréal).
g	Gramme.
GRBB	Groupe de Recherche en Biomécanique et Biomatériaux.
l	Litre.
lbs	Livres.
LPD	Ligament parodontal.
ml	Millilitre.
mm	Millimètre.
$\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Microgramme par centimètre carré.
$\mu\text{g}/\text{jour}$	Microgramme par jour.
$\mu\text{g}/\text{mm}^2$	Microgramme par millimètre carré.
NiTi	Alliage de nickel-titane.
Ni-Ti™	Marque de commerce pour un fil en nickel-titane de ORMCO.
N-NiTi	Alliage de nickel-titane avec Ionguard (implantation ionique d'azote par GAC).
PGE	Prostaglandine E.
ppb	Partie par milliard (parts per billion).

ppm	Partie par million (parts per million).
rpm	Tour par minute (revolutions per minute).
SEM	Microscopie à Balayage Électronique (Scanning Electron Microscopy).
ss	Acier inoxydable (stainless steel).
TiN	Complexe nitrure de titane.
TMA	Alliage de titane et de molybdène (Titanium-Molybdenum alloy).
TTR	Écart de température de transition (Temp. Transition Range).
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy.
"	Ce signe, lorsqu'il suit un nombre, représente une mesure exprimée en pouces (ex.: 0,030" = 30 millièmes de pouce). Les dimensions des fils orthodontiques sont décrites ainsi.

## REMERCIEMENTS

Cette maîtrise n'aurait pu être réalisée sans l'appui et la présence, autant physique que morale, de deux personnes qui méritent, chacune, des remerciements particuliers.

Je tiens tout d'abord à remercier le Dr l'Hocine Yahia, directeur du GRBB, qui a dirigé cette recherche; il m'a accueilli ouvertement dans son laboratoire biomédical et il m'a guidé tout au long de ce projet qui s'est réalisé grâce à sa persévérance et à son désir de franchir de nouvelles frontières. Ses connaissances et ses nombreux contacts mondiaux m'ont permis de voir tout le travail qui se fait dans ce domaine et de m'inspirer des œuvres de plusieurs chercheurs. Il m'a encouragé à participer à des conférences scientifiques et fait connaître des personnes connues oeuvrant dans cette sphère d'activité scientifique.

Je veux aussi remercier le Dr Claude Remise, professeur titulaire, directeur de la Section d'orthodontie de la Faculté de médecine dentaire de l'Université de Montréal et aussi un ami. Il a été codirecteur de mon projet de recherche. Il m'a poussé à devenir un orthodontiste consciencieux, méticuleux et honnête. Ses précieux conseils, sa gentillesse, et ses enseignements ont fait croître mon intérêt pour l'orthodontie. Depuis le début il a guidé mes choix et il a toujours été présent pour aide et conseils. Sa passion et sa motivation m'ont servi de référence et d'inspiration tout au long de mon projet et continueront de m'influencer dans mes décisions futures. Sa collaboration lors de la rédaction et de la correction de ce texte fut grandement appréciée.



Mes sincères remerciements à Dre Maryam Tabrizian pour avoir accepté de participer au jury de ce mémoire et y avoir consacré le temps nécessaire.

Également, mes sincères remerciements à Dre Hélène Lemay pour avoir accepté de participer au jury de ce mémoire comme présidente-rapporteuse, et y avoir consacré le temps nécessaire.

Je tiens à exprimer ma très vive reconnaissance au Dr Michel Assad pour sa participation intensive à l'élaboration du protocole expérimental et à l'interprétation des résultats. Sa patience et sa disponibilité indéfectibles furent grandement appréciées.

Je ne peux assez remercier Hélène Muller, étudiante en génie à Paris, qui a fait un stage d'été au laboratoire du GRBB et m'a aidé lors de la réalisation de ce projet. Sa patience et ses connaissances techniques m'ont fortement aidé.

Je désire remercier M. Pierre Rompré pour son aide lors de la compilation des résultats et de l'interprétation des analyses statistiques. Sa patience et son caractère méticuleux m'ont permis de bien interpréter les statistiques et d'utiliser mes connaissances dans l'analyse des résultats.

Je remercie M. André Bérard, technicien en audiovisuel à la Faculté de médecine dentaire, pour son aide précieuse dans la préparation de diaporamas sur mon projet de recherche présentés lors de réunions scientifiques.

J'aimerais également remercier les personnes suivantes :

- Madame Suzie Poulin pour ses conseils techniques et ses analyses de XPS et AFM ;
- Monsieur Christian Dallaire pour les analyses d'absorption atomique ;
- Mme Sylvia Zalzal et le Dr Antonio Nanci pour leurs conseils techniques et les analyses SEM ;
- Les docteurs Henri Nodiot et Stéphanie Induni pour leur aide lors de la correction grammaticale de ce texte.

Je veux aussi remercier les compagnies ORMCO (U.S.A.) et GAC (U.S.A.) pour leur contribution matérielle; la totalité des échantillons étudiés fut fournie par ces deux firmes.

La générosité du Fonds Paul-Geoffrion ne peut passer sous silence puisqu'elle m'a permis de réaliser la majorité de ce projet. Merci à toutes les personnes qui contribuent, depuis des années, à cet organisme exceptionnel qui veut promouvoir l'excellence et l'avancement des connaissances dans le domaine de l'orthodontie.

*Dédicace:*

*À tous les membres de ma famille, en particulier mes parents, pour leur patience. Grâce à tous vos sacrifices j'ai pu réaliser mon rêve d'être orthodontiste. Merci d'avoir cru en moi.*

*À ma femme Rosanna, pour son support indéfectible à travers toutes ces années. Tu m'as permis de me concentrer sur mes études en prenant sur toi tous les soucis courants. Mille mercis!*

*À ma nièce Joanna et à mon neveu Dimitri. Par votre jeunesse, vous m'avez montré comment un enfant, dans toute son innocence et son désir d'apprendre, n'a pas peur de prendre des risques et de poser des questions. C'est la seule manière d'apprendre et de foncer à travers l'inconnu. Vos sourires et votre énergie me servent continuellement d'inspiration.*

*Enfin à un ami que je n'ai pu connaître assez longtemps. Eric, ta motivation servait de modèle à tous ceux qui ont eu la chance de te côtoyer; ta personnalité attachante me sert encore d'exemple. Salut mon ami et au plaisir de te revoir un jour.*

CHAPITRE 1

I N T R O D U C T I O N

## 1. INTRODUCTION

Les problèmes de chevauchement, de rotations et de malpositions dentaires existent depuis l'antiquité; des traitements destinés à corriger ces défauts datent de 1000 ans avant notre ère (Proffit, 1993). L'orthodontie a connu plusieurs étapes lors de son évolution; celui que l'on nomme "père de l'orthodontie", le Dr Edward H. Angle, au début du vingtième siècle, a non seulement mis sur pied une classification des malocclusions, mais fut l'un des premiers à développer un système thérapeutique qui comportait des attachements dentaires et un fil rigide pour aligner les dents. Les fils des années 1920 étaient en alliage d'or et de nickel; leur coupe transversale, choisie de façon empirique, était de 0,030" par 0,022" (la dimension 0,030" étant orientée verticalement et la dimension 0,022" horizontalement); cette technique était celle dite du « Ribbon Arch ». En 1925, Angle repensa son système et décida de tourner le fil de 90° pour permettre plus de flexibilité en deuxième ordre (mouvements verticaux ou occluso-gingivaux des dents). Cette nouvelle technique, nommée « Edgewise », voyait donc le fil orienté avec son côté 0,022" verticalement et son côté 0,030" horizontalement (la manière régulière de décrire les dimensions d'un fil orthodontique est: 0,022" x 0,030"); la technique « Edgewise » demeure, encore aujourd'hui, celle de base des thérapeutiques orthodontiques.

Vers la fin des années 1920, l'acier inoxydable (ss) est venu remplacer l'alliage d'or et de nickel. L'acier inoxydable étant 20% plus rigide que son prédécesseur, la largeur des fils fut réduite à 0,018" x 0,025".

L'orthodontie a vu, avec le temps, l'apparition d'une kyrielle de fils de grosseurs différentes pour faciliter leur insertion dans la lumière des boîtiers. Des plis et des boucles devaient être incorporés aux fils en acier inoxydable pour permettre leur mise en bouche tout en diminuant la douleur ressentie par le patient. Cet exercice de pliage de fil exigeait beaucoup de temps, de patience et d'énergie. Vers la fin des années 1970, l'apparition d'un nouvel alliage, le nickel-titane, a su révolutionner le domaine de l'orthodontie. Les propriétés de «*mémoire de forme*» et de «*superélasticité*» apportent aux fils en NiTi des avantages biomécaniques indéniables. Ils engendrent des forces plus douces et plus constantes, assurant ainsi des mouvements dentaires plus sûrs et plus efficaces, et ce sur une plus longue période de temps que les alliages traditionnels (Bernard, 1999).

La sélection des fils est un sujet complexe qui amène une certaine confusion. Étant donné que les fils font partie intégrante du système de forces, leur sélection rationnelle doit prendre en considération les points suivants : la croissance craniofaciale, la biologie des mouvements dentaires, la biomécanique, les lois de la physique et de la métallurgie, les forces de friction, la résistance à la fracture, la flexibilité, le coût, la philosophie de traitement de l'individu, et la biocompatibilité (Kapila et Sachdeva, 1989; West, Jones et Newcombe, 1995; Swartz, 1999). La biologie des mouvements dentaires, les principes des forces et des moments, la durée d'application des forces et les réactions dentaires à ces dernières sont des facteurs encore mal compris. Les décisions de l'orthodontiste demeurent donc encore empiriques et, conséquemment, moins basées sur la science que sur l'art et l'expérience clinique. Les besoins mécaniques étant différents à chaque étape du traitement, il n'existe actuellement aucun matériau unique rencontrant toutes les exigences thérapeutiques cliniques.

L'acier inoxydable demeure toujours le matériau de référence en orthodontie contemporaine. Pour des raisons pratiques son usage a des limitations parfois contraignantes pour l'orthodontiste, surtout dans les phases initiales d'alignement dentaire.

Les fils en nickel-titane sont régulièrement employés lors des phases préliminaires d'alignement des dents. Leur propriété de «*superélasticité*» permet à l'alliage de subir une déformation importante sans pour autant augmenter dramatiquement les contraintes internes. Le fil peut donc être incorporé dans la presque totalité des boîtiers sans, pour autant, créer des forces de valeurs indésirables ou subir une déformation permanente. La «*mémoire de forme*» est l'autre propriété fort intéressante des fils en nickel-titane. Ces deux propriétés permettent au clinicien de passer moins de temps à façonner son fil et, par conséquent, de diminuer considérablement le temps requis à la chaise. La constance relative des forces permet d'espacer les rendez-vous et rend les mouvements dentaires plus efficaces et moins douloureux.

Comme le dit le vieil adage, « la perfection n'est pas de ce monde »; malgré la grande popularité et l'utilisation courante de ces nouveaux éléments thérapeutiques en pratique orthodontique, plusieurs problèmes survinrent : - l'alliage nickel-titane présente un coefficient de friction élevé; - plusieurs auteurs rapportent des cas de fracture de fils en nickel-titane après une période d'utilisation en bouche aussi courte qu'un mois; - la biocompatibilité de cet alliage fut questionnée par les résultats obtenus dans différentes études *in-vivo* et *in-vitro*, et ce dans l'ensemble des disciplines employant cet alliage (Rondelli et Vicentini, 1999). Les fils de nickel-titane peuvent contenir jusqu'à 54% de nickel et ce matériau demeure l'une des causes les plus fréquentes des dermatites de contact. La dissolution de nickel dans les tissus pourrait induire

des réactions toxiques assez sévères. La biocompatibilité des fils en alliage de nickel-titane dépend de leur résistance à la corrosion, tout particulièrement en surface.

L'implantation ionique modifie la composition de l'alliage en surface sans pour autant altérer ses caractéristiques utiles (superélasticité et mémoire de forme). En 1993, Schultz a suggéré que l'implantation ionique d'azote, en modifiant la composition en surface, réduirait la friction, augmenterait la dureté superficielle et améliorerait la biocompatibilité.

Dans le cadre de ce travail, nous avons choisi d'évaluer la biocompatibilité des fils orthodontiques en nickel-titane, avec et sans implantation, en les comparant à des fils en acier inoxydable, toujours employés comme standard en orthodontie. Afin de mieux comprendre nos résultats et d'essayer d'expliquer les différences observées entre les divers alliages, nous avons aussi analysé nos fils par Microscopie à Force Atomique (AFM), par Microscopie à Balayage Électronique (SEM), et par Spectroscopie (XPS). Nous avons ensuite tenté, au Département de physique nucléaire de l'Université de Montréal, d'implanter de l'azote dans des fils en nickel-titane pour comparer leurs caractéristiques à celles des fils produits commercialement.

Les résultats de nos recherches et nos recommandations sont décrits ci-après. Rappelons que l'orthodontiste doit colliger l'histoire médicale de son patient et, en fonction de celle-ci, choisir un fil dont l'alliage n'apportera pas d'effets secondaires nuisibles (biocompatibilité) tout en donnant un maximum d'efficacité thérapeutique.



## CHAPITRE 2

R E V U E   D E   L A  
L I T T É R A T U R E

## 2. REVUE DE LA LITTÉRATURE

L'orthodontie, comme le dit son nom (du grec: *orthos* – droit et *dontie* – dent), est la science étudiant l'alignement des dents à l'intérieur de leurs tissus de soutien, l'os alvéolaire et le ligament parodontal. Pour permettre un déplacement à la fois efficace et contrôlé des dents, on utilise des boîtiers orthodontiques (points d'ancrage collés sur les dents) et des fils orthodontiques (souvent préformés et servant de «guide» pour la forme finale de l'arcade dentaire désirée).

L'orthodontie a toujours étonné les personnes par sa complexité, tant lors des phases initiales du diagnostic que lors de la planification et de l'élaboration de la thérapeutique. Depuis plus de cent ans de spécialité, les phases "diagnostic" et "plan de traitement" sont demeurées presque inchangées alors que de véritables bouleversements sont survenus au niveau de la mécanique thérapeutique, particulièrement grâce à l'évolution des boîtiers et des fils.

### 2.1 *L'orthodontie à travers les années*

L'orthodontie est passée d'un système de forces importantes et imprécises à un système de forces plus légères et plus précises. Le Dr Edward Angle a débuté en orthodontie en plaçant un fil rigide en or-nickel autour du périmètre de l'arcade; ce fil, le «*E-Arch*», était fixé sur les deux premières molaires (Kapila et Sachdeva, 1989 ; Proffit, 1993 ; Swartz, 1999). Les forces étaient transmises aux dents par des ligatures élastiques qui attiraient les dents vers cet arc labial. Les forces subies par les dents étaient élevées et alternatives

(Proffit, 1993), produisant ainsi des mouvements dentaires imprécis et imprévisibles. Vint ensuite le « *Ribbon Arch* », arc métallique malléable, qui ne permettait pas un contrôle soigné de l'inclinaison des racines dentaires lors de la correction d'une malocclusion. Pour pallier au défaut de ce système Angle introduisit, en 1928, « *l'Edgewise appliance* »; on l'utilise encore en orthodontie moderne. Cette technique est tout simplement un Ribbon Arch de section 0,030" x 0,022" qui a été tourné à 90° et légèrement réduit pour donner un fil de 0,022" x 0,028" offrant tout le contrôle nécessaire au thérapeute.

L'acier inoxydable fut introduit en orthodontie en 1929 et ne connut du succès qu'après quelques années ; il remplaça l'or et devint l'alliage de choix grâce à sa rigidité, à sa biocompatibilité et à son coût moindre (Kapila et Sachdeva, 1989).

### 2.1.1 Forces physiologiques

Le raffinement des techniques de métallurgie a permis aux compagnies de fabriquer des fils en acier inoxydable de faibles diamètres avec une très grande précision. Ceci offrait plusieurs avantages : les fils plus petits pouvaient exercer des forces plus légères et plus facilement tolérables, physiologiquement, par les dents et leur os de support, et il était plus aisé de façonner sur ces fils des boucles pour diminuer le taux « charge/déflexion » (Schwaninger, Sarkar et Foster, 1982 ; Sachdeva, 1994).

Graber et Vanarsdall en 1994 décrivent le taux « charge/déflexion » comme étant la force produite par unité d'activation. L'emploi d'un fil orthodontique plus flexible ou l'augmentation de la longueur du fil (ex.: en ajoutant une

boucle) entraîne une diminution de la valeur de ce taux lorsqu'une force est appliquée sur une dent ou sur un groupe de dents; plus la valeur du taux « charge/déflexion » est basse, plus la force appliquée s'approche de la constance. Un taux «charge/déflexion» de faible valeur présente deux avantages marqués : **(1)** il maintient un niveau de pression plus physiologique sur le ligament parodontal puisque la force ressentie par la dent ne change pas de façon importante pendant qu'elle se déplace, et **(2)** il permet de mieux calibrer les forces générées.

Les orthodontistes, avant l'apparition des alliages en NiTi, devaient invariablement commencer leur traitement avec des fils ronds de petits diamètres pour finir avec des fils rectangulaires plus rigides, tous ces fils étant en acier inoxydable. Les changements de fils étaient alors beaucoup plus fréquents et les visites du patient beaucoup plus rapprochées, aux 3 à 4 semaines. L'apparition de fils orthodontiques de divers alliages (nickel-titane, titane-molybdène) poussa le docteur Charles J. Burstone, en 1981, à adopter un nouveau terme : «*Variable-Modulus Orthodontics*» ou "orthodontie par variabilité du modulus d'élasticité des fils"; cette savante dénomination veut simplement dire que, tout en remplissant la lumière des boîtiers avec des fils de coupes transversales uniformes (ex.: 0,022" x 0,028"), on peut faire varier le niveau des forces grâce à la composition des fils *superélastiques* de divers alliages; on peut donc débiter nos traitements avec des fils rectangulaires de coupe transversale élevée tout en exerçant des forces relativement légères; remplir la lumière des boîtiers permet plus de contrôle des mouvements dentaires dans les trois plans de l'espace dès le début de la thérapeutique.

En 1994, Sachdeva décrivit l'évolution des fils orthodontiques au cours des ans. Les besoins des orthodontistes évoluaient vers des fils dont le taux

«charge/déflexion» était peu élevé et dont la résistance aux déformations permanentes était suffisante. On pouvait ainsi incorporer le fil dans tous les boîtiers, même dans les cas de malocclusions sévères, et le laisser agir jusqu'à ce qu'il reprenne sa forme initiale (mémoire de forme). Cet ensemble de caractéristiques requiert des matériaux *superélastiques* qui doivent, théoriquement, générer des forces constantes et légères tout au long de leur désactivation sans, pour autant, subir une déformation permanente.

Kusy écrivit, en 1997, qu'un fil orthodontique idéal devrait déplacer les dents avec des forces légères et continues, et ce non seulement pour optimiser les mouvements dentaires, mais aussi pour réduire : (1) l'inconfort du patient, (2) l'hyalinisation, (3) la résorption sous-minée. Le fil idéal doit donc donner des forces faibles et constantes tout au long de sa désactivation (Burstone, Baldwin et Lawless, 1961 ; Gianelli, 1969 ; Kusy, 1981 ; Miura et al., 1986 ; Profitt, 1993 ; Schultz, 1993 ; Graber et Vanarsdall, 1994 ; Airoidi et Riva, 1996 ; Gil et al., 1998).

West, Jones et Newcombe, en 1995, confirment un principe presque universellement reconnu en orthodontie : des forces continues et légères permettent des mouvements dentaires contrôlés et physiologiques tout en ne créant pas d'effets secondaires pathologiques sur les dents avoisinantes et sur les structures parodontales de support. Les fils dotés de ces propriétés mécaniques seraient donc d'importance capitale lors des phases initiales d'alignement et de nivellement des dents.

### 2.1.2 Changements engendrés au niveau de l'os et des racines

En 1969, avant l'introduction en orthodontie des alliages NiTi, Gianelly explique que l'application d'une force sur une dent stimule le processus de résorption osseuse au niveau des sites de pression. Même si les mécanismes cellulaires sont identiques, deux sortes de résorptions peuvent se produire selon les forces employées : résorption frontale ou résorption sous-minée. Selon l'auteur, des forces légères vont produire une résorption frontale alors que des forces élevées vont contribuer à former une zone d'hyalinisation suivie d'une résorption sous-minée.

Graber et Vanarsdall, en 1994, ne sont pas entièrement d'accord avec cette théorie. Ils concluent que des forces fortes ou légères vont toutes deux produire une zone d'hyalinisation, mais que la différence viendra, par la suite, du temps nécessaire pour initier la résorption osseuse. Ceci dépend de la pression ressentie par le ligament parodontal. Une résorption frontale n'est présente que si le tissu hyalinisé a disparu suite à une résorption sous-minée; elle n'existe jamais seule *in-vivo*.

De son côté, Proffit (1993) précise que les réponses parodontale et dentaire aux forces orthodontiques sont fonctions de l'intensité des forces : fortes, elles vont conduire à une douleur vive, à une nécrose des éléments cellulaires du ligament parodontal, à une zone d'hyalinisation sévère suivie d'une résorption sous-minée de l'os alvéolaire. La zone hyalinisée (qui n'est pas reliée à la formation d'hyaline) va hâter le mouvement dentaire jusqu'à ce que le processus de résorption sous-minée puisse la résorber. Des forces légères, par contre, sont compatibles avec la survie des cellules et vont conduire à une résorption dite

frontale. L'avantage des fils *superélastiques* en NiTi, lors des phases initiales d'alignement dentaire, est qu'ils permettent de générer des forces légères compatibles avec une résorption frontale (Ref. Tableau I).

Airoldi et Riva, en 1996, affirment qu'un mouvement dentaire optimal se produit après l'application d'une force légère; celle-ci maintient un niveau de pression constant sur le ligament parodontal, induisant ainsi un minimum de dommages parodontaux.

Burstone, Qin et Morton (1985) soulignent que chaque dent nécessite un niveau de force différent pour entamer un mouvement orthodontique. Ceci corrobore les conclusions de Bench, Gugino et Hilgers (1977) concernant la corrélation entre la force appliquée et la superficie radiculaire totale. La résorption radiculaire étant reliée à l'application de forces excessives, le choix d'un fil orthodontique doit tenir compte de sa capacité à générer une force légère et constante lorsque mis en bouche (Ibe et Segner, 1998 ; Gil et al., 1998).

Malgré la présence de résorption osseuse, la racine n'échappe pas, elle non plus, à ce phénomène. La résorption radiculaire est un mécanisme physiologique qui devient, cependant, pathologique lorsque les forces employées sont exagérées et de longue durée. Le mauvais contrôle des mouvements («jiggling» dentaire ou mouvement d'aller retour sur place des racines) contribue à accélérer ce processus (Graber et Vanarsdall, 1994).

Réponse Physiologique à la pression ressentie par une dent		
TEMPS		EVENEMENT
Légère Pression	Forte Pression	
< 1 sec.		LPD incompressible, l'os plie, un signal piézoélectrique est engendré
1 – 2 sec.		Fluide LPD expulsé, dent se déplace dans le LPD
3 – 5 secs.		Vaiss. Sang. dans LPD comprimés partiellement
Minutes		Débit sanguin altéré et pression d'oxygène change, PGE + Cytokines relâchées
Heures		Changements métaboliques et enzymatiques
4 heures		Augmentation niveau cAMP, début différenciation cellulaire dans le LPD
2 jours		Début du mouvement dentaire et du remodelage osseux
	3 – 5 secs.	Vaiss. Sang. dans LPD comprimés au site de pression
	Minutes	Arrêt du débit sanguin dans LPD du coté de la pression
	Heures	Nécrose cellulaire dans région de pression
	3 – 5 jours	Différenciation cellulaire dans les espaces médullaires en proximité de pression, début de résorption sous-minée
	7 – 14 jours	Résorption sous-minée enlève la lamina dura adjacente aux zones de pression, mouvement dentaire débute

Tableau I : Réponse Physiologique à la pression ressentie par une dent (PROFFIT, 1993)



### 2.1.3 Phases de traitement en orthodontie

Un traitement orthodontique complet comporte plusieurs étapes. Lors de l'alignement primaire et du nivellement initial des dents on recherche des forces légères et des fils de taux « charge/déflexion » assez bas (Gil et al., 1998). Ultérieurement, on a besoin de fils dont la rigidité est supérieure et dont la friction est minimale; c'est particulièrement important lors de la fermeture des espaces d'extractions par recul des dents antérieures. En stade final ("finition"), pour permettre des ajustements mineurs et précis de la position des dents, le clinicien va choisir le fil qui s'adapte le mieux à la situation clinique présente. (Schaus et Nikolai, 1986 ; Kusy, 1997). (Ref. Tableau II).

<i>PHASE DE TRAITEMENT</i>	<i>FILS SUGGÉRÉS (en ordre décroissant de priorité)</i>
Phase d'alignement et nivellement	NiTi / Acier Inoxydable Torsadé
Phase Intermédiaire (coordination des arcades)	Acier Inoxydable / TMA / NiTi
Rétraction dentaire	Acier Inoxydable / TMA
Finition	NiTi / TMA / Acier Inoxydable

Tableau II : Choix de fils en fonction des besoins orthodontiques

## *2.2 Évolution des alliages en orthodontie*

L'introduction, en orthodontie, de fils en alliages nouveaux ou torsadés offre la possibilité de mieux contrôler le niveau des forces exercées pour produire des mouvements dentaires et ce sans avoir besoin d'incorporer trop de plis ou de boucles dans ces arcs; point n'est besoin d'équiper un bureau de toutes les grosseurs de fils existantes (Burstone, 1981).

### **2.2.1 L'acier Inoxydable**

L'acier inoxydable, qui a connu ses heures de gloire en orthodontie, présente une limite d'élasticité conventionnelle et un module d'élasticité assez élevés (Kapila et Sachdeva, 1989). Ces propriétés présentent plusieurs avantages lors des phases intermédiaires de traitement; cependant, en phase initiale d'alignement des dents, alors que des forces légères et constantes sont souhaitables, la rigidité des fils en acier inoxydable et leur trop grande facilité à se déformer de façon permanente n'en font pas l'instrument de choix. Couramment employé depuis 1920, l'acier inoxydable demeure, encore aujourd'hui, le matériau de comparaison lorsqu'on veut évaluer les propriétés d'un nouvel alliage.

Kapila et Sachdeva, en 1989, rapportent que la résistance de l'acier inoxydable à la corrosion est excellente, même si, en 1983, Park et Shearer ont démontré un certain relargage de nickel et de chrome. L'acier inoxydable présente aussi d'autres caractéristiques intéressantes : il est facile à souder et son coefficient de friction est relativement bas.

Selon Kusy (1997) l'acier inoxydable de type AISI 300, utilisé depuis les années 1950, contenait de 17 à 25 % de chrome et de 8 à 25 % de nickel, le reste étant du fer. Sa biocompatibilité et sa résistance à la corrosion étaient nettement supérieures lorsque le taux de nickel se situait à 8%. Les alliages d'acier inoxydable employés ces dernières années sont du type 18-8, soit 18% de chrome et 8% de nickel (Andreasen, Wass et Chan, 1985).

### **2.2.2 Le chrome-cobalt**

Dans les années 1950, le manufacturier de montres ELGIN a développé un alliage contenant 40% de cobalt, 20% de chrome, 16% de fer et 15% de nickel. Cet alliage, mis sur le marché sous le nom d'Elgiloy, présentait une rigidité comparable à celle de l'acier inoxydable mais pouvait être facilement plié ou moulé après traitement thermique (Burstone et Goldberg, 1980 ; Kusy, 1997). Cet alliage avait une meilleure résistance à la fatigue et à la distorsion (Kapila et Sachdeva, 1989); ces caractéristiques furent grandement appréciées lors de la fabrication de ressorts devant maintenir une force prolongée sans se déformer.

### **2.2.3 Les alliages en nickel-titane**

Malgré son évolution, l'orthodontie a toujours été vue beaucoup plus comme un "art" qu'une "science"; elle demande une dose suffisante de dextérité pour bien placer tous les plis nécessaires sur les fils afin de diminuer le taux «charge/déflexion» et, par conséquent, générer des forces de niveau acceptable. Il y a encore quelques années, les connaissances de l'orthodontiste en

métallurgie n'étaient pas réellement mises à contribution car les alliages présentaient tous des caractéristiques similaires; ce n'est qu'après l'introduction des alliages en nickel-titane que le clinicien a compris l'importance des propriétés suivantes : limite élastique, modulus d'élasticité, rigidité, déformation plastique (Swartz, 1999).

L'introduction des fils en nickel-titane a transformé et révolutionné l'orthodontie. La production de forces légères, la superélasticité et la mémoire de forme, rendent possibles des déplacements dentaires importants et procurent à ces nouveaux fils une forte popularité (Kusy, 1981 ; Andreasen et Amborn, 1989 ; Kapila et al., 1991 ; Khier, Brantley et Fournelle, 1991 ; Bradley, Brantley et Culbertson, 1996). Ces alliages de nickel et de titane ont connu, depuis leur entrée sur le marché, plusieurs améliorations; ils frôlent maintenant la perfection. Les alliages NiTi se présentent sous deux formes cristallines : «la martensitique» (hexagonale compacte), dans laquelle le fil est ductile, et «l'austénitique » (cubique face centrée), dans laquelle le fil est rigide et reprend sa forme initiale (Ibe et Segner, 1998). C'est ce passage d'une phase cristalline à l'autre (déplacement d'électrons qui suit un changement de température ou l'introduction d'une contrainte) qui rend ce matériau des plus intéressants (Andreasen, Wass et Chan, 1985 ; Khier, Brantley et Fournelle, 1991 ; Airoidi et Riva, 1996).

En comparant l'efficacité d'un alliage en NiTi à celle d'un fil torsadé en acier inoxydable, West, Jones et Newcombe (1995) constatèrent un meilleur alignement des dents avec les fils superélastiques.

Avant de passer en revue les divers alliages en NiTi sur le marché, il est nécessaire de clarifier les trois termes suivants : la superélasticité, la thermoélasticité et la mémoire de forme.

### 2.2.3.1 Caractéristiques inhérentes aux alliages NiTi

Les auteurs font souvent référence aux propriétés de «superélasticité» et de «mémoire de forme» inhérentes aux alliages en nickel-titane. Ces termes sont souvent mal employés et pris l'un pour l'autre. Sans trop aller dans les détails métallurgiques des phénomènes qui surviennent lors des changements de phases (martensitique à austénitique et vice-versa), il est nécessaire de donner certaines définitions. Le clinicien se doit de bien connaître les termes qui suivent; les compagnies de matériel orthodontique se servent souvent de cette terminologie pour décrire leurs fils, même s'ils ne présentent pas toujours ces caractéristiques.

***Thermoélasticité*** : un fil orthodontique en nickel-titane est en phase martensitique lorsque sa température est relativement basse; il est alors plus souple et plus malléable. Si la température du fil monte au-delà du TTR de l'alliage, un retour à la phase cristalline austénitique est initié et le fil cherche à reprendre sa forme rigide initiale (Kusy, 1997).

***Superélasticité*** : plus correctement appelée «pseudo-élasticité» par les métallurgistes, il s'agit de l'analogie mécanique de la thermoélasticité; à température constante, la transformation austénitique-martensitique survient uniquement lors de l'application d'une contrainte ou d'une force (ex.: la déflexion du fil pour le rentrer dans un boîtier orthodontique). Lors de sa

désactivation, le fil repasse en phase austénitique pour reprendre sa forme initiale; la force est alors transmise aux dents pour les déplacer, corrigeant ainsi la malocclusion (Miura et al., 1986 ; Segner et Ibe, 1995 ; Kusy, 1997 ; Airoidi et al., 1997).

**Mémoire de forme** : il s'agit de la combinaison thermoélasticité-superélasticité; suite à une transformation de phase induite par une contrainte (passage d'une phase austénitique à martensitique), le retour en phase austénitique survient par augmentation de la température au-dessus du TTR (Hurst et al., 1990 ; Bishara et al., 1995 ; Kusy, 1997).

#### 2.2.3.2 Le nitinol

Le Nitinol, un acronyme pour *Nickel-Titanium-Navy-Ordnance-Laboratory*, fut développé dans les années 1960 par un chercheur métallurgiste, William F. Buehler (Andreasen et Morrow, 1978). Initialement développé pour les panneaux solaires des satellites, il a été étudié plus profondément à Silver Springs pour évaluer ses propriétés antimagnétiques et sa résistance à la corrosion lors d'opérations sous-marines (Assad, Yahia, Rivard et Lemieux, 1998). Le Dr Andreasen a immédiatement vu le potentiel de ce matériau en orthodontie et a entrepris des recherches en conjonction avec l'Université de l'Iowa, la NASA et la U.S. Navy.

Ce fil en nickel-titane, de composition intermétallique presque équiatomique de nickel et titane [Cobalt (3%), Nickel (52%), Titane (45%)], fut introduit en orthodontie au début des années 1970 par le Dr Andreasen (Burstone et Goldberg, 1980 ; Bishara et al., 1995). Ce prototype de fil ne possédait pas de

vraies propriétés superélastiques car il s'agissait d'un fil écroui et durci qui se trouvait passivement en phase cristalline martensitique (Miura et al, 1986 ; Khier, Brantley et Fournelle, 1991 ; Kusy, 1997 ; Schwartz, 1999). Comparé à ses compétiteurs du moment (acier inoxydable et chrome-cobalt), le nitinol possédait une excellente mémoire élastique et une faible rigidité; sa fragilité et sa prédisposition à facilement se fracturer étaient des défauts majeurs qui n'existent plus dans les alliages modernes. Cet alliage avait d'autres faiblesses: difficulté à faire des plis et à mouler le fil de manière permanente, et un niveau de friction élevé (Kapila et Sachdeva, 1989 ; Kusy, 1997).

Dai et Chu, en 1996, soulignent que l'orthodontie fut la première discipline du domaine médical à pressentir l'utilité, la versatilité et le potentiel futur de ce nouvel alliage avec ses propriétés mécaniques spectaculaires. Le Dr Andreasen est considéré comme un pionnier pour avoir employé le premier un alliage en nickel-titane et l'avoir introduit dans le domaine médical. En 1981, basée sur des études biomédicales, la première agrafe en nickel-titane fut employée à l'intérieur du corps humain pour stabiliser une fracture osseuse. Ultérieurement, l'amélioration des propriétés de l'alliage de nickel et de titane a élargi ses possibilités d'emploi; on connaît aujourd'hui son utilisation lors de chirurgies de la colonne vertébrale, d'arthroplasties des hanches, de chirurgies craniofaciales, de consolidations de fractures des extrémités, de procédures gynécologiques et de chirurgies plastiques.

### 2.2.3.3 Le Chinese NiTi

Burstone, Qin et Morton décrivent les propriétés de ce fil en 1985. Développé par le Dr Tien Hua Cheng et ses associés au «General Research Institute for Non-Ferrous Metals», à Beijing, cet alliage possède des caractéristiques uniques car, lors de la fabrication des fils, il ne subit presque aucun durcissement ou écrouissage. Il s'agit d'un alliage en nickel-titane de deuxième génération ou «*superélastique*» (Mullins, Bagdy et Norman, 1996).

Une présentation initiale en phase cristalline austénitique et un TTR assez bas font que ce fil possède une grande élasticité et que sa désactivation entraîne des forces constantes et légères; pour la même activation il donne seulement 36% de la force d'un fil nitinol, et ce indépendamment du facteur temps (Kapila et al., 1991). Ce fil possède une élasticité 4,4 fois supérieure à celle d'un fil en acier inoxydable et 1,6 fois supérieure à celle d'un fil nitinol, à largeurs comparables. La transition de phase de cet alliage est fonction de sa déformation (Kusy, 1997); son utilisation est particulièrement appréciée lors des phases initiales d'alignement (Burstone, Qin et Morton, 1985). Le fil est disponible commercialement chez ORMCO sous le nom de Ni-Ti™ (Bradley, Brantley et Culbertson, 1996) et, suite à des analyses au microscope à balayage électronique, Kapila et ses associés rapportent, en 1991, qu'il présente une surface plus lisse que le nitinol. Ce fil n'a pas été choisi pour la présente étude car son utilisation en clinique à l'Université de Montréal est très limitée étant donné qu'il existe des fils d'une qualité supérieure.



#### 2.2.3.4 Le Japanese NiTi

Le premier fil orthodontique démontrant des caractéristiques réelles de «*superélasticité*» et de «*mémoire de forme*» était le "Japanese Ni-Ti", alliage développé par la «Furukawa Electric Co., Ltd» du Japon. La transformation de la phase austénitique à la phase martensitique s'obtient par l'application d'une contrainte. En bouche, lors de la désactivation d'un fil en Japanese NiTi, la relative constance des forces qu'il génère permet un mouvement dentaire physiologique, même pour des déflexions importantes; c'est la raison principale de l'utilisation clinique de cet alliage (Miura et al., 1986 ; Waters, 1992). Il s'agit là de la troisième génération de fils NiTi; ils sont, eux aussi, dépendants des changements de température (Mullins, Bagby et Norman, 1996).

Les fils de la compagnie «GAC International» employés dans cette étude, le «Neo-Sentalloy» et le «Neo-Sentalloy avec IONGUARD», sont des exemples de fils en alliages de type "Japanese NiTi". Ces fils sont fabriqués au Japon par la compagnie TOMY; les détails de leur production demeurent des secrets industriels; nous avons quand même pu savoir, après plusieurs discussions avec le manufacturier, les pourcentages en nickel et en titane de cet alliage: 50,4 % de nickel et 49,6 % de titane.

### 2.2.3.5 Le Copper Ni-Ti

Introduits par la compagnie ORMCO, les fils orthodontiques à base de ce nouvel alliage en Cu-Ni-Ti ont été conçus pour répondre à des besoins cliniques bien spécifiques. L'ajout de cuivre au nickel et au titane améliore la caractéristique de thermoélasticité de ces fils (Sachdeva, 1994).

Le TTR (écart de température de transition) représente les limites inférieure et supérieure de la phase totale de transformation austénitique, de  $A_s$  ("Austenitic start") à  $A_f$  ("Austenitic final"). Le TTR spécifique dépend de la composition de l'alliage et du procédé de fabrication. L'ajout d'un surplus de nickel peut changer le TTR mais avec une conséquence cliniquement indésirable : la formation d'une phase secondaire  $TiNi_3$  (Andreasen, Wass et Chan, 1985). Quoique les fils du type Japanese Ni-Ti présentent un TTR aux alentours de  $30^\circ C$ , le procédé de fabrication ne permet pas un contrôle précis de ce TTR; il peut donc résulter un écart de  $\pm 10^\circ C$ . En rajoutant 5% de cuivre lors de la fabrication, ORMCO peut réduire cet écart à  $\pm 2^\circ C$ ; il devient donc possible de produire des fils dont les propriétés sont d'une bonne précision (Swartz, 1999). Pour qu'un fil orthodontique en Cu-Ni-Ti puisse exprimer son potentiel de superélasticité, la température buccale ( $35,2^\circ C$ ) doit être plus élevée que l' $A_f$  du fil (Swartz, 1999). Un procédé de fabrication qui diminue l'intervalle du TTR permet de maximiser l'effet du fil tout au long du traitement.

Sachdeva (1994) décrit le Cu-Ni-Ti comme un fil ayant plusieurs avantages : (1) il génère des forces plus constantes lors de petites activations, (2) il est plus résistant à la déformation permanente. Cet alliage contient 49,1% de titane, 45,8% de nickel, 5,0% de cuivre et 0,2% de chrome (Bernard, 1999).

Les excellentes propriétés mécaniques de ces fils, les succès observés lors de leur utilisation dans la clinique d'orthodontie de l'Université de Montréal et les résultats obtenus lors d'une expérience *in-vitro* sur l'évaluation en fatigue de ces fils (Bernard, 1999) ont fait que nous avons choisi de les inclure dans notre groupe d'échantillons.

#### 2.2.4 Le Bêta-Titane

Considéré comme révolutionnaire, ce dernier alliage fut introduit par le Dr Burstone dans les années 1980 et commercialisé par la compagnie ORMCO sous le nom de TMA (Titanium-Molybdenum Alloy). Depuis la perte toute récente des droits de propriété industrielle reliés au brevet d'invention, les autres compagnies de produits orthodontiques ont développé et commercialisé leurs versions des fils TMA originaux. Une étude est présentement en cours à l'Université de Montréal pour évaluer les caractéristiques mécaniques de ces divers fils. L'alliage, stabilisé en phase bêta, contient 80% de titane, 11,5% de molybdène, 6% de zirconium et 4,5% d'étain (Kusy, 1997).

Le but du Dr Burstone, lors de l'élaboration de cet alliage, était de créer un fil avec des caractéristiques de désactivation qui soient le tiers de celles de l'acier inoxydable et le double de celles des alliages en NiTi. Il voulait aussi un fil ayant une surface lisse et capable de se déformer d'une manière permanente pour y incorporer plis et boucles si nécessaire; la possibilité de faire des soudures autogènes était une autre caractéristique visée. Ayant des propriétés s'approchant de l'idéal, le grand défaut du TMA, selon Kusy (1997), réside dans son coefficient de friction élevé; les mouvements de glissement des dents le long d'un fil en TMA s'en trouvent donc fortement ralentis. Swartz (1999)

n'est pas d'accord avec cette dernière affirmation et soutient que le niveau de friction élevé retrouvé lors des études *in-vitro* est faussé car elles ne représentent pas bien la situation *in-vivo*. Les auteurs sont tous d'accord pour affirmer que l'absence de nickel rend ce fil fort intéressant pour les patients allergiques ou sensibles à cet élément.

Même si les fils torsadés en acier inoxydable ont permis de réduire la rigidité des fils orthodontiques, le changement le plus important en orthodontie n'est survenu qu'après la mise en circulation des fils en NiTi et en Bêta-Titane (Miura et al., 1986 ; Kusy et Wilson, 1990). Il faut, par contre, faire la distinction entre le nitinol et les alliages en NiTi de deuxième et de troisième générations qui subissent moins de déformation permanente (Hudgins, Bagby et Erickson, 1989). Un fil orthodontique idéal doit démontrer peu de rigidité doublée d'une mémoire élastique et d'une malléabilité élevées (Burstone, 1981 ; Mullins, Bagby et Norman, 1996).

<i>Alliage</i>	<i>Rigidité</i> (base de comparaison : acier inoxydable)
Acier Inoxydable	1,00
Elgiloy Bleu (non traité à la chaleur)	1,19
TMA	0,42
Nitinol	0,26
NiTi (Japanese NiTi)	0,12 – 0,14
RESPOND (Acier Inox. Torsadé)	0,07 – 0,08

Tableau III : Rigidité des alliages orthodontiques (BURSTONE 1981)

### *2.3 Problèmes associés aux alliages en nickel-titane*

Malgré tous les avantages que nous apportent les fils en nickel-titane, il faut se rendre à l'évidence que rien n'est parfait en ce bas monde et que tout matériau présente aussi des désavantages. La valeur clinique d'un fil repose plus sur ses avantages que sur ses inconvénients; en connaissant ses propriétés mécaniques, le moment idéal de son emploi au cours d'un traitement devient facile à choisir. Le danger le plus grand réside dans l'ignorance et dans la croyance aveugle en la publicité des compagnies orthodontiques pour la vente de leurs fils. Un orthodontiste consciencieux se doit d'étudier les caractéristiques des divers fils et de connaître leurs limitations. Cette section ne fera qu'un bref survol des problèmes déjà décrits dans la littérature et s'attardera surtout sur le problème de la biocompatibilité.

#### **2.3.1 Manque de rigidité**

Comme cité plus tôt, il n'existe aucun fil qui réponde à toutes les exigences d'une thérapeutique orthodontique. Les caractéristiques mécaniques requises pour les fils varient en fonction du stade de traitement. Même si les fils NiTi sont dotés des propriétés de superélasticité et de mémoire de forme, propriétés exceptionnelles lors de l'alignement et du nivellement des dents, ils ne sont pas assez rigides pour être employés lors des étapes suivantes : fermeture d'espaces, coordination et expansion ou constriction des arcades. Les propriétés mécaniques qui ont rendu ces fils intéressants et qui ont plus ou moins entraîné une révolution de l'orthodontie, les ont aussi rendus inutiles lors de phases thérapeutiques subséquentes importantes.

### 2.3.2 Fatigue et fracture

Comme pour tout alliage métallique, la fracture et la fatigue des fils orthodontiques sont d'importants sujets d'inquiétude. Puisque ces fils demeurent en bouche plusieurs semaines, voire même plusieurs mois, il faudra s'assurer qu'ils puissent résister aux forces de mastication sans pour autant perdre de leur efficacité ou se fracturer, ce qui pourra blesser le patient. Même si la littérature ne rapporte pas beaucoup de cas de fracture, il existe une panoplie d'études sur la fatigue et la caractérisation des propriétés mécaniques.

Bernard a entrepris une étude à l'Université de Montréal en 1999 où il a évalué la résistance à la fatigue mécanique des fils en nickel-titane ainsi que les changements au niveau des propriétés mécaniques de ces mêmes fils suivant un cyclage mécanique. Il a comparé 3 types de fils NiTi de la compagnie GAC (Sentalloy « Light », « Medium » et « Heavy ») par rapport à des fils en Cu-Ni-Ti d'ORMCO (« 35°C » et « 27°C »). Il a conclu que les fils Cu-Ni-Ti présentent des caractéristiques de superélasticité qui s'améliorent dans le temps sous l'effet d'un cyclage minimal de 100 cycles. Il affirme aussi que l'ajout du cuivre au NiTi potentialise de manière statistiquement significative les propriétés mécaniques et la résistance à la fatigue de ce nouvel alliage ternaire. L'auteur rapporte aussi des études de Harris, Newman et Nicholson (1988) qui ont démontré une diminution significative des propriétés mécaniques des fils orthodontiques en nickel-titane après immersion dans une solution de salive artificielle; Bernard n'a cependant pas vérifié cet aspect.

### 2.3.3 Biocompatibilité

La biocompatibilité est la propriété d'un matériau qui le rend inerte et non toxique, de manière biologique, tout au long de sa période d'utilisation. S'il y a toxicité, elle provient généralement d'une libération de divers constituants chimiques du matériau; ceci peut provoquer des réactions comme: **(1)** hypersensibilité locale des tissus, **(2)** toxicité immédiate, **(3)** allergie, **(4)** asthme ou autre réaction pulmonaire, **(5)** dermatite de contact, **(6)** réactions carcinogènes, **(7)** mutations géniques (Bishara, Barrett et Selim, 1993 ; Shabalovskaya, 1996 ; Assad et al., 1998).

Kapila et Sachdeva (1989) ajoutent à cette définition que la biocompatibilité inclut une résistance à la corrosion et une bonne tolérance des tissus aux éléments dont est composé le fil. La stabilité du milieu environnant assure les propriétés mécaniques des fils sur une grande période de temps.

Lombardi et al. (1994), expliquent que la biocompatibilité englobe deux aspects:

- *Chimique*: phénomène de corrosion ou autre type de dégradation susceptible d'induire des réactions de toxicité.
- *Biologique*: phénomène d'acceptation biologique, réactions inflammatoires et immunologiques.

### 2.3.3.1 Spécificité du milieu buccal

L'environnement buccal semble être un milieu particulièrement idéal pour la biodégradation des métaux à cause de ses propriétés ioniques, thermiques, microbiologiques et enzymatiques (Barrett, Bishara et Quinn, 1993). On sait très bien que le patient subit un certain niveau d'exposition aux produits de corrosion des alliages orthodontiques. Pour le moment il existe peu d'informations sur la biodégradation des appareils orthodontiques et encore moins sur la quantité de ces produits de corrosion qui sont absorbés par le patient.

Cependant, même si la biocompatibilité des alliages NiTi a été jugée bonne, leur corrosion provoque une libération d'ions nickel qui vont être absorbés par le patient et s'accumuler dans les tissus buccaux; ceci peut, à plus ou moins long terme, les rendre hypersensibles.

Villiermaux (1997) souligne l'importance d'entreprendre toute étude *in-vitro* en simulant le plus possible les conditions *in-vivo*. Les solutions salines de NaCl peuvent être employées, mais une reconstitution plus précise des composantes retrouvées *in-vivo* pourra amener des résultats plus précis. L'auteur affirme que les conclusions et les résultats contradictoires obtenus par différents auteurs peuvent être dus, en partie, aux différentes solutions employées *in-vitro* ainsi qu'aux différences entre les échantillons testés.



### 2.3.3.2 Le nickel

Le nickel est l'une des plus grandes causes d'allergies; il provoque plus de dermatites de contact que n'importe quel autre métal (Rondelli et Vicentini, 1999). Le deuxième élément est le chrome (Park et Shearer, 1983). La dermatite de contact est une réaction d'hypersensibilité retardée (à médiation cellulaire) de type IV et des lésions peuvent apparaître dans des sites autres que ceux où il y a eu contact (Dunlap, Vincent et Barker, 1989 ; Al-Waheidi, 1995). Les auteurs notent que l'origine la plus fréquente de ces dermatites est liée à un contact avec des bijoux, des vêtements, des lunettes ou des montres. Ces dermatites peuvent aussi être provoquées ou favorisées par des expositions internes au nickel (Blanco-Dalmau, Carrasquillo-Alberty et Silva-Parra, 1984 ; Bass, Fine et Cisneros, 1993 ; Villermaux, 1997).

L'équipe Blanco-Dalmau, Carrasquillo-Alberty et Silva-Parra (1984) affirme que plusieurs facteurs peuvent influencer ou affecter le développement d'une hypersensibilité au nickel. Les plus importants à retenir sont l'irritation mécanique, l'ulcération dermique, la température, le climat et la durée d'exposition. Une augmentation de température promeut la transpiration et l'ion chlore présent dans la sueur sert à ioniser le nickel des alliages. Il se forme alors des sels de nickel qui amènent des réactions d'hypersensibilité. Quelques auteurs démontrent une augmentation de l'allergie au nickel avec l'âge, mais aucune conclusion définitive ne peut être tirée.

La toxicité au nickel représente un danger réel; Bernard (1999) rapporte que les travailleurs impliqués dans la transformation du nickel ont un taux élevé de cancer du poumon et des cavités nasosinuales, démontrant ainsi le potentiel

carcinogène du nickel. Tai et ses coéquipiers, en 1992, rapportent que le nickel s'accumule au niveau de la peau, du système nerveux central, des poumons et des reins.

Bishara, Barrett et Selim soulignent, en 1993, qu'un certain potentiel d'induction carcinogénétique ou de mutations génétiques existe avec les alliages en nickel-titane; ceci demeure encore sujet à controverse (Assad et al., 1998). Étant donné que la stabilité produite par les liaisons covalentes entre le titane et le nickel demeure hypothétique, le potentiel carcinogène constitue un intérêt de grande importance et un sujet de recherche fort intéressant.

Une petite quantité de nickel est nécessaire pour le bon fonctionnement du corps et son homéostasie (Greppi, Smith et Woodside, 1989); en contrepartie, sa présence en quantité excessive pourrait potentialiser plusieurs problèmes (Marek et Treharne, 1982).

Shabalovskaya (1996) ajoute que les effets toxiques sont liés à la concentration tissulaire du nickel. Une fois que le  $Ni^{2+}$  pénètre dans la cellule, il peut se substituer à certains éléments des enzymes et des protéines comme:  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ; il vient alors changer leur structure moléculaire et leur efficacité. Fort heureusement, le nickel étant excrété rapidement, il est peu absorbé au niveau cellulaire; on ne détecte donc pas autant de problèmes que si l'élément pénétrait facilement les tissus et les cellules (Villermaux, 1997).

Tai et ses associés notaient, en 1992, que personne n'avait pu démontrer l'effet carcinogène des restaurations dentaires à base de nickel-chrome. Le potentiel carcinogène du nickel dépend de sa solubilité et de la forme qu'il prend dans les tissus. Le nickel carbonyle, le nickel subsulfide et le nickel sulfide ont

chacun démontré un potentiel carcinogène important.

### 2.3.3.3 Le nickel-titane

Les fils orthodontiques en nickel-titane ont une composition équiatomique de nickel pouvant varier entre 50% et 55%; plusieurs questions touchant leur biocompatibilité ont été soulevées sans qu'une conclusion définitive n'ait été tirée (Bishara, Barrett et Selim, 1993 ; Barrett, Bishara et Quinn, 1993 ; Bass, Fine et Cisneros, 1993 ; Assad et al., 1998 ; Rondelli et Vicentini, 1999). Al-Waheidi (1995) affirme que le relargage du nickel n'est pas proportionnel à sa concentration dans l'alliage mais semble plutôt être lié à la composition de l'alliage et à sa méthode de fabrication. De plus, un alliage peut contenir une concentration importante de nickel sans, pour autant, relarguer plus de nickel (Marek et Treharne, 1982 ; Grimsdottir, Gjerdet et Hensten-Pettersen, 1992). Les équipes de Greppi, Smith et Woodside, en 1989, et de Bishara, Barrett et Selim, en 1993, s'entendent pour affirmer que le taux de corrosion est influencé par la composition du matériau, l'environnement, la surface étudiée et le degré de rugosité de l'échantillon.

Pour évaluer le danger qui existe chez nos patients, en orthodontie, il faut quantifier trois facteurs : le taux de relargage dans la cavité buccale des éléments potentiellement dangereux, leur degré d'absorption chez l'humain et la durée de leur séjour dans le corps avant excrétion (Bishara, Barrett et Selim, 1993). L'exposition des fils au milieu buccal permet un contact direct avec les cellules gingivales et avec certains fluides corporels (salive, sang); toute réaction cellulaire est alors due aux produits de la corrosion (Tai et al., 1992).

Pour étudier la biocompatibilité d'un alliage, il faut étudier la biocompatibilité

de chacun de ses composants. Dans le cas d'alliages en nickel-titane, si le titane est reconnu pour sa très bonne compatibilité (utilisation pour implants dentaires et orthopédiques), il n'en est pas de même pour le nickel. La très bonne biocompatibilité du titane est due à la présence systématique de la couche d'oxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) qui se forme au contact de l'eau et de l'air et qui est inerte dans le corps humain. Cette couche empêcherait la libération des ions métalliques (Shabalovskaya, 1996).

Ryhänen et son équipe, en 1997, expliquent que les propriétés de corrosion des métaux sont fonction de la réaction superficielle reliée à l'environnement dans lequel ils se trouvent. La résistance à la corrosion provient de la réaction chimique entre les atomes de surface de l'alliage et les atomes d'oxygène et d'azote présents dans l'environnement pour produire une couche superficielle d'oxyde qui demeure passive. Cette explication serait valable pour le titane qui présente une couche de  $\text{TiO}_2$  passive et biocompatible; ceci expliquerait son lien intime avec l'os lors d'une ostéointégration post-implantation. Pour l'alliage nickel-titane, le nickel est libéré plus facilement que le titane car l'oxyde de nickel est moins stable. Après la libération initiale de nickel, la surface présente presque uniquement des oxydes de titane, ce qui expliquerait la diminution de nickel relargué après une courte période de temps dans la totalité des études *in-vitro*.

Dans une étude comparative sur la biocompatibilité *in-vitro* du nickel-titane, du nickel pur, du titane pur, et de l'acier inoxydable, Assad et ses collègues (1999) ont obtenu une bonne génocompatibilité des alliages en nickel-titane; ils postulent que la couche d'oxyde de titane en surface de l'alliage empêche la dissolution du nickel. Cette hypothèse corrobore l'affirmation de Shabalovskaya (1996) qui observe, par analyse XPS, que la bonne

compatibilité du nickel-titane serait due au recouvrement de la presque totalité de sa surface par du  $\text{TiO}_2$  avec seulement une légère présence de nickel. En comparant la libération de nickel et de titane, l'équipe d'Assad estime que le taux de dissolution du nickel est supérieur à celui du titane à cause de l'instabilité du nickel et de ses oxydes. Al-Waheidi (1995) rapporte que des concentrations de nickel de 2,5 mg/ml (2 500 000 ppb) sont toxiques pour les cellules gingivales en culture cellulaire *in-vitro*; Greppi, Smith et Woodside (1989) rapportent que 60  $\mu\text{g/l}$  (60 ppb) peuvent induire une réaction chez un patient hypersensible.

Pour l'être humain, l'exposition aux éléments comme le nickel, le chrome et le titane se fait sur une base quotidienne par le régime alimentaire, l'atmosphère, l'eau potable, les attaches vestimentaires (fermetures éclair, boutons en métal) et les bijoux. Les évaluations moyennes de l'absorption quotidienne dans un régime équilibré sont de 300 à 600  $\mu\text{g/jour}$  pour le nickel, de 280  $\mu\text{g/jour}$  pour le chrome et de 300 à 2000  $\mu\text{g/jour}$  pour le titane. La concentration de nickel dans l'eau potable est généralement inférieure à 20  $\mu\text{g/l}$  et varie de 0,5 à 15  $\mu\text{g/l}$  pour le titane (Tai et al., 1992 ; Greppi, Smith et Woodside, 1989 ; Barrett, Bishara et Quinn, 1993).

Des études démontrent qu'une hypersensibilité au nickel est présente chez 9 à 28,5% des femmes et chez 0,9 à 2 % des hommes, et ce après réaction positive à un test par patch (timbre autocollant) contenant du nickel. Les personnes ayant eu des contacts antérieurs avec du nickel démontrent une plus forte réaction au test par patch; l'incidence est, en moyenne, dix fois plus élevée chez la femme que chez l'homme, ce qui serait probablement relié au port plus fréquent de bijoux chez les personnes du sexe féminin (Dunlap, Vincent et Barker, 1989 ; Greppi, Smith et Woodside, 1989 ; Bass, Fine et Cisneros,

1993; Bishara, Barrett et Selim, 1993 ; Tai et al., 1992 ; Al-Waheidi, 1995). L'alliage nickel-titane, s'il ne provoque généralement pas de réactions sévères ou cliniquement visibles, pourrait entraîner une sensibilisation au nickel par contact de longue durée, comme c'est le cas lors d'une thérapie orthodontique (Bass, Fine et Cisneros, 1993).

Des études sur la biocompatibilité du nickel-titane ont débuté dès 1968, peu après la découverte des propriétés mécaniques extraordinaires des alliages contenant ces deux éléments; elles touchaient les points suivants : la corrosion, la cytotoxicité, la carcinogenèse et les propriétés reliées à la couche superficielle dont dépend directement la biocompatibilité. L'emploi et l'acceptation, par le corps médical, des divers objets thérapeutiques en nickel-titane n'ont pas été immédiats car il n'existait pas d'études portant sur leur sécurité à long terme. Les recherches ultérieures ayant obtenu des résultats positifs au sujet de la biocompatibilité des alliages en nickel-titane, ceux-ci furent et demeurent très utilisés cliniquement; c'est particulièrement vrai en orthodontie. Après plus de 20 ans d'expérience avec ces alliages et après toutes les études faites *in-vivo*, peu d'articles relatent des cas de réactions allergiques aux fils orthodontiques en nickel-titane (Shabalovskaya, 1996).

#### 2.3.3.4 Études *in-vivo*

Shabalovskaya, en 1996, indique que plusieurs études portent sur l'évaluation de la biocompatibilité du nitinol *in-vivo*. Des implants ont été placés chez les rats, les singes, les lapins et les chiens; ils ne démontrent aucun signe de corrosion. De plus, aucune trace de nickel n'est retrouvée dans les tissus avoisinants et les sites chirurgicaux cicatrisent sans signes d'irritation ou

d'infection. D'autres recherches ayant recours à l'implantation de nickel-titane poreux présentent une excellente réponse histologique avec ostéogenèse et ostéointégration. La conclusion est donc que les implants en nickel-titane démontrent une biocompatibilité comparable à celle de l'acier inoxydable. C'est la raison pour laquelle le nickel-titane est employé pour les implants depuis plus de 10 ans en Chine, en Russie et en Allemagne, ce sans aucune mention de réaction allergique.

#### 2.3.3.5 Études *in-vitro*

Historiquement, la méthode de prédilection pour évaluer la biocompatibilité des alliages demeure l'étude de la cytotoxicité *in-vitro*, principalement grâce à la rapidité et au coût peu élevé des tests et grâce au fait que les questions d'éthique peuvent être évitées (Wataha et Lockwood, 1998). Il n'existe, par contre, que peu d'études sur la réponse cellulaire *in-vitro* face au nickel-titane. Des études sur la prolifération des fibroblastes pulmonaires démontrent que le titane pur et le nickel-titane diminuent considérablement la croissance cellulaire comparativement à l'acier inoxydable; par contre, on considère le titane comme étant un matériau inerte.

Selon Shabalovskaya (1996), les études *in-vivo* de plus d'une décennie démontrent une grande biocompatibilité du nickel-titane; ce n'est pas tout à fait le cas pour les résultats *in-vitro*. Ses conclusions décrivent ces alliages de nickel et de titane comme parfaitement biocompatibles.

En 1998, Assad et ses coéquipiers comparent la génocompatibilité du nickel-titane à d'autres biomatériaux couramment employés en orthopédie; ils

déclarent que le nickel-titane est moins génotoxique pour les chromosomes métaphasiques que le SS316L. Aucune conclusion n'est apportée quant à la biocompatibilité du nickel-titane.

L'équipe dont fait partie Assad, en 1999, obtient une bonne biocompatibilité du nickel-titane avec des lymphocytes sanguins périphériques et détermine que les génocompatibilités du titane pur et du nickel-titane sont similaires.

Ryhänen et ses coéquipiers, en 1997, ont évalué la cytotoxicité et le degré de corrosion du Nitinol dans des cultures de cellules humaines. Des comparaisons étaient faites avec du titane pur, de l'acier inoxydable et un groupe contrôle. Les résultats démontrent une bonne biocompatibilité du nickel-titane avec les ostéoblastes et les fibroblastes humains. Le Nitinol libère plus de nickel que l'acier inoxydable durant les deux premiers jours de l'expérience; la concentration diminue par la suite pour atteindre un niveau comparable à celui de l'acier inoxydable. Le nickel-titane n'a entraîné aucun effet toxique ni aucune diminution de la prolifération ou de l'inhibition des cellules en contact avec la surface métallique. Les auteurs concluent que le nickel-titane présente un potentiel d'exploitation clinique excellent.

En 1997, Villermaux cautionne les résultats *in-vitro*; elle admet que les conditions *in-vivo* sont plus complexes et que d'autres paramètres pouvant altérer les processus de relargage des éléments existent (ex.: interaction avec les cellules immunitaires).

Dai et Chu, en 1996, décrivent une série de tests, entrepris en Chine, sur les fils nickel-titane. Ils comportent des tests de corrosion et de toxicité, des observations histologiques, des tests de carcinogénèse et des analyses de



détection du nickel. Les résultats *in-vivo et in-vitro* démontrent que le nickel-titane est un matériau qui présente une bonne biocompatibilité et qui n'a permis d'observer aucune réaction tissulaire localisée. Tous les implants étudiés ont, de plus, présenté une bonne intégration sans preuve d'érosion.

Les expériences de Wever et al., en 1997, ont confirmé que l'alliage nickel-titane n'a causé aucune réaction toxique ou allergique, et que sa biocompatibilité se compare à celle de l'acier inoxydable.

Les études sur la corrosion rapportent souvent des résultats inconsistants. Certains auteurs indiquent une très bonne résistance à la corrosion, comparable à celle de l'acier inoxydable (Ibe et Segner, 1998); d'autres, cependant, trouvent le nickel-titane relativement sujet à l'attaque de substances corrosives (Kapila et Sachdeva, 1989). Le débat est loin d'être terminé; plusieurs facteurs, comme l'environnement et la méthode expérimentale (*in-vivo* ou *in-vitro*), affectent les résultats. En médecine, avant de procéder à l'utilisation clinique d'un matériau, on s'assure qu'il n'apportera rien de négatif au patient; lorsque les résultats d'études à long terme sur les taux de réactions allergiques ou toxiques à l'alliage nickel-titane auront été colligés et analysés en détails, celui-ci sera alors proclamé sécuritaire ou non sécuritaire.

### 2.3.3.6 Études orthodontiques *in-vitro*

Park et Shearer, en 1983, ont mesuré les quantités de nickel et de chrome relarguées par un appareillage orthodontique fixe complet (bagues, boîtiers et fils en acier inoxydable) qui baignait dans une solution de 0,05% de chlorure de sodium. Même si des fils en nickel-titane n'ont pas été analysés, les études démontrent qu'il y a un relargage de 40µg de nickel et 36µg de chrome par jour. Ceci représente des chiffres bien inférieurs à la consommation quotidienne moyenne chez les Américains. Il n'y avait de corrosion qu'aux sites de soudure des bagues. Des analyses permettent de constater que le nickel est relargué sous forme soluble alors que le chrome est relargué sous forme insoluble.

Une étude entreprise par Grimsdottir, Hensten-Pettersen et Kullmann (1992) voulait évaluer l'effet cytotoxique des appareils orthodontiques. L'influence de quatre types de métaux sur des cellules fibroblastiques de rat fut évaluée. Les résultats démontrent qu'aucun des fils n'a causé de réactions cytotoxiques, même si la concentration du nickel s'élevait, pour un fil, à 54%. Les auteurs soupçonnent que les réactions inflammatoires gingivales (gingivites) observées chez quelques patients seraient dues à la corrosion des fils orthodontiques plutôt qu'à une vraie réaction allergique.

En 1999, une équipe d'Italie, Rondelli et Vicentini, a évalué la corrosion des différents fils orthodontiques en évaluant la surface des fils après trempage dans une solution de salive artificielle. Les conclusions tirées par les auteurs sont que les fils en nickel-titane (provenant de plusieurs compagnies)

démontrent une bonne résistance à la corrosion, similaire au chrome-cobalt, mais pas aussi bonne que l'acier inoxydable.

En 1993, Barrett, Bishara et Quinn ont entrepris une étude pour comparer le taux de corrosion (évalué en quantifiant le relargage de nickel et de chrome par spectrophotométrie à absorption atomique) d'appareillages orthodontiques complets (boîtiers-fils) alors que les fils étaient, dans un cas, en nickel-titane, et dans l'autre, en acier inoxydable. Le tout fut placé dans une solution de salive artificielle pendant 4 semaines en maintenant la température à 37°C. Les résultats démontrent que le taux de nickel relargué par jour atteint un maximum au jour 7, et diminue progressivement par la suite. Les auteurs concluent que la quantité de nickel libéré ne diffère pas entre les appareillages avec fils en acier inoxydable et ceux avec fils en nickel-titane. Le relargage moyen de nickel, pour un appareillage orthodontique complet boîtiers-fils, a été évalué à environ 26,1 µg/jour, soit 10% de la quantité ingérée quotidiennement via l'alimentation (200 à 300 µg/jour).

En 1999, à l'Université du Nebraska, Jia et ses collègues ont entrepris une étude pour quantifier le montant de nickel relargué par trois types de fils orthodontiques (en acier inoxydable, en nickel-titane et en nickel-titane avec implantation ionique d'azote) dans une solution de salive artificielle. Par la suite ils ont évalué si ces concentrations sont assez importantes pour déclencher une réponse cytotoxique sur des cellules sanguines humaines périphériques mononucléaires (CMPS) dérivées de deux groupes de personnes: les unes ayant déjà eu une réaction d'hypersensibilité au nickel et les autres n'ayant eu aucune réaction antécédente à cet élément. Les résultats présentés décrivent uniquement les moyennes de chaque groupe et démontrent que les fils en nickel-titane libèrent une quantité de nickel supérieure (2,4 ppb) à celle

libérée par les autres fils, et ce de manière statistiquement significative. Il est intéressant de noter que les résultats ne montrent aucune différence statistiquement significative entre le groupe nickel-titane implanté à l'azote (1,7 ppb), l'acier inoxydable (1,4 ppb) et la solution-témoin de salive artificielle (1,1 ppb). En comparant les mêmes fils entre eux, ils ont trouvé que ceux ayant subi un cyclage mécanique libèrent plus de nickel après 24 heures (2,3 ppb) que ceux n'ayant subi qu'un trempage, mais sans cyclage, dans le bain de salive pour la même durée (1,4 ppb). Lorsque les fils ont baigné durant une semaine dans la salive, la quantité de nickel relargué (1,6 ppb) n'est pas statistiquement supérieure à celle trouvée après trempage de 24 heures. Pour ce qui est de la cytotoxicité, les auteurs ont conclu que la quantité relarguée par chacun des fils est 700 fois inférieure à la quantité de nickel nécessaire pour déclencher une réaction cytotoxique aux CMPS.

#### 2.3.3.7 Études orthodontiques *in-vivo*

Lenza et ses confrères ont entrepris, en 1993, une étude pour savoir si la quantité de nickel qui est relarguée par les appareils orthodontiques était suffisante pour sensibiliser leurs patients. L'échantillon comportait quarante-deux (42) sujets en santé n'ayant aucune allergie au nickel. Les sujets furent divisés en trois groupes recevant chacun des fils différents: (1) TMA, (2) NiTi et (3) contrôle; chaque sujet a subi un test par patch pour s'assurer d'une réaction négative au nickel. Après trois à quatre mois de thérapie orthodontique, 7% des sujets (tous avec le fil en nickel-titane) ont développé une sensibilité au nickel (confirmée par un autre test par patch), mais sans signes ou symptômes cliniques. Les auteurs ont conclu que l'emploi des fils orthodontiques en nickel-titane peut sensibiliser les patients.

Bishara, Barret et Selim (1993) ont réalisé une étude pour déterminer s'il y a une augmentation du niveau du nickel sanguin chez des patients qui ont subi une thérapie orthodontique. Les patients eurent un prélèvement sanguin à 0, 2 et 4 mois. Les résultats démontrent que 93% des patients présentaient un niveau de nickel sous la limite de détection (0,4 ppb) et qu'aucun sujet ne dépassait 1,3 ppb. Les auteurs conclurent que tous les sujets présentaient un taux de nickel sanguin bien en dessous des taux normalement cités dans la littérature (taux pouvant varier de  $2,4 \pm 0,5$  ppb à  $30,0 \pm 19,0$  ppb selon certains auteurs), et que ce taux ne variait pas en fonction de la durée du traitement.

Bass, Fine et Cisneros (1993) ont entrepris une étude avec les objectifs suivants: (1) déterminer si un traitement orthodontique de routine peut sensibiliser les patients au nickel, et (2) qualifier la réaction gingivale aux appareillages contenant du nickel. L'étude comportait 29 patients qui ont tous subi un test par patch, avant le début de l'expérience, pour identifier ceux d'entre eux qui présentaient une hypersensibilité au nickel. Cinq (5) patientes (aucun sujet masculin), représentant 17,2% du groupe, eurent un test positif. Les résultats n'ont démontré aucune réaction gingivale anormale chez la totalité des patients, et ce pour une période de quatre mois de traitement. Ces résultats sont en accord avec d'autres études (Magnusson et al., 1982) qui affirment que des patients hypersensibles au nickel n'arborent pas nécessairement de réactions intra-orales. Pour juger de l'hypersensibilité au nickel, un autre test par patch a démontré, après trois mois de traitement, que deux patients, qui avaient été testés négatifs au début, ont développé une

sensibilité au nickel; de là l'hypothèse qu'il est possible de sensibiliser les patients au nickel par un traitement orthodontique.

Edie et Andreasen (1980) ont réalisé une étude de base après que l'utilisation des fils en nickel-titane eut été répandue en Orthodontie. En analysant des fils Nitinol (de la compagnie Unitek) par microscopie à balayage, ils conclurent qu'il n'y avait pas de corrosion de ceux-ci après un an d'utilisation clinique. En 1981, Edie, Andreson et Zaytoun rapportent les mêmes résultats et trouvent que la couche d'oxyde qui se forme à la surface des fils dépend de la solution dans laquelle ils ont trempé ainsi que de la rugosité des fils. Cette couche d'oxyde pourrait être interprétée comme de la corrosion; elle est cependant passive et un examen microscopique ne révèle aucun produit de corrosion.

Clinard, Von Fraunhofer et Kuftinec (1981), en analysant la susceptibilité à la corrosion des fils orthodontiques, conclurent que le Nitinol démontrait plus de tendance à la corrosion que l'acier inoxydable et que le TMA et qu'il avait une plus grande susceptibilité à devenir poreux.

Sarkar et Schwaninger, en 1980, et Sarkar et coéquipiés, en 1983, ont démontré que les fils en nickel-titane, lorsqu'étudiés en comparaison avec d'autres fils couramment employés, ont une plus grande susceptibilité à la corrosion.

### 2.3.3.8 Rapport de cas d'allergies en orthodontie

Parmi tous les écrits, peu d'articles relatent des cas d'allergie ou d'hypersensibilité au fils orthodontiques en nickel-titane. Greppi, Smith et Woodside, en 1989, décrivent les réactions intra-orales qui peuvent survenir chez un sujet hypersensible à l'élément nickel lorsqu'exposé à des alliages en contenant; les causes doivent être bien identifiées car elles sont souvent reliées à d'autres phénomènes:

1. stomatite (pouvant aller jusqu'à un érythème sévère),
2. gingivite sévère (même si l'hygiène est excellente),
3. chéilite angulaire,
4. rash cutané.

Les symptômes peuvent être **(a) locaux**: (1) goût de métal en bouche, (2) paresthésie, (3) sensation de brûlement, (4) douleur au niveau de la langue, ou **(b) systémiques**: (1) urticaire généralisé, (2) eczéma.

L'emploi des appareils orthodontiques (boîtiers, bagues, fils) peut contribuer à l'apparition d'une gingivite; elle est souvent due à une diminution de l'hygiène du patient et à une quantité de plaque accrue. Une gingivite d'origine bactérienne ne peut être cliniquement différenciée d'une irritation locale due à un processus de corrosion; le diagnostic différentiel est basé sur les questionnaires médical et dentaire complets auxquels on ajoute, si besoin est, des cultures cellulaires et des tests d'allergie par patch (Grimsdottir, Hensten-Pettersen et Kullmann, 1992).

En 1995, Al-Waheidi cite un cas d'allergie au nickel chez un patient de 14 ans après insertion de fils orthodontiques en nickel-titane. Les symptômes furent:

sensation de brûlure, et ulcères buccaux généralisés. Une semaine après que les fils en nickel-titane aient été retirés, les symptômes et les signes cliniques disparurent, même si les boîtiers et les nouveaux fils en acier inoxydable contenaient, en moyenne, 15% de nickel; ceci serait dû à la couche presque impénétrable d'oxyde de chrome qui se forme en surface des fils en acier inoxydable. Un test par patch confirma, chez ce patient, une hypersensibilité au nickel.

Dunlap, Vincent et Barker, en 1989, rapportent le cas d'une fille de 14 ans qui a développé des lésions érythémateuses après la mise en bouche d'un fil en nickel-titane. Quatre jours après l'enlèvement du fil, les lésions avaient disparu et une guérison complète était constatée. Les auteurs font remarquer que dans la population, malgré un pourcentage élevé d'hypersensibilité au nickel, on ne rencontre que peu de cas cliniquement détectables; ceci est dû au fait que les muqueuses orales nécessitent de 5 à 12 fois plus de nickel que la peau pour amorcer une quelconque réaction. Tai et ses collègues, en 1992, pensent que la formation d'un film de glycoprotéines salivaires peut agir comme barrière contre une réaction buccale d'hypersensibilité.

Dans leur article de 1993, Bass, Fine et Cisneros développent l'hypothèse mise de l'avant en 1984 par Spiechowicz, Glantz et Axell: explications sur l'absence de réactions intra-orales chez des patients présentant pourtant des réactions cutanées dues à une exposition à l'élément nickel. Il s'agirait de quatre mécanismes:

- formation de pellicules salivaires glycoprotéiniques agissant comme barrières contre la diffusion d'éléments métalliques,
- différences entre la perméabilité de la peau et celle de la muqueuse buccale,



- différences entre les mécanismes cellulaires d'hypersensibilité de la peau et ceux de la muqueuse buccale,
- différences au niveau de la distribution et de la fonction des cellules de Langerhans.

#### *2.4 Traitement de surface pour améliorer la biocompatibilité*

La libération des ions nickel des fils en nickel-titane dépend directement de l'état de leur surface et des traitements de préparation qu'ils auront subis. Des facteurs comme la présence d'une zone d'oxydation, les différents composants métalliques superficiels et la rugosité superficielle affectent non seulement le processus de corrosion et la biocompatibilité de ce matériau (Chen, Wen et Zhang, 1998), mais encore la friction, lors de mouvements dentaires, et l'esthétique, reliée à la couleur du fil (Bourauel et al., 1998). Une étude, publiée par Abiko et coéquipiers en 1996, démontre l'importance de la texture de surface de l'alliage sur la résistance à la corrosion et sur la réponse cellulaire; elle en vient à la conclusion que les surfaces poreuses offrent moins de résistance à la corrosion.

La surface des alliages en nickel-titane a été étudiée par différents auteurs et la conclusion unanime est que cette surface est composée d'un film protecteur passif d'oxyde de titane ( $TiO_2$ ); ce dernier se forme au contact de l'eau et de l'air et est inerte dans le corps humain. Cette couche empêcherait la libération des ions métalliques nickel et serait responsable de la bonne biocompatibilité du nickel-titane (Trigwell et Selvaduray, 1997 ; Rondelli et Vicentini, 1999).

Cependant, les études par XPS démontrent que la composition chimique de la

surface dépend énormément des méthodes de fabrication de l'alliage et de tout traitement ultérieur pour déposer une couche superficielle protectrice ou pour la modifier. En général, les éléments prépondérants à la surface sont le carbone et l'oxygène; selon le procédé de fabrication, les quantités peuvent varier entre 65 et 96%. Lorsque l'alliage trempe dans l'eau, sa surface s'enrichit en oxygène et en titane; une exposition à l'air, par contre, augmente la présence de carbone et diminue celle de titane. La quantité de titane superficiel varie entre 11 et 17 % alors que, de manière étonnante, celle du nickel ne va pas plus haut que des valeurs variant entre 0,4 et 0,8 % (Shabalovskaya, 1996 ; Trépanier et al., 1998).

Une revue de la littérature relate divers traitements de surface effectués dans différentes disciplines médicales pour augmenter la biocompatibilité de l'alliage nickel-titane en modifiant sa composition chimique superficielle (Rondelli et Vicentini, 1999). Le traitement idéal devrait être en mesure de diminuer le taux de corrosion et d'augmenter la résistance à la piqûration, tout en n'affectant pas les propriétés mécaniques inhérentes au nickel-titane: *superélasticité, thermoélasticité, mémoire de forme*.

L'équipe dont faisait partie Trépanier (1998), qui évaluait par XPS et par microscopie électronique à balayage (SEM) les effets de l'électropolissage, d'un traitement thermique et de la passivation dans une solution d'acide nitrique sur des alliages en nickel-titane, a conclu que chacun de ces processus améliore leur résistance à la corrosion. En 1999, Trépanier et autres chercheurs fournissent les résultats d'études *in-vivo* et *in-vitro* sur ces divers procédés; ils affirment que toutes ces manipulations faites en surface du nickel-titane arrivent à une bonne biocompatibilité de l'alliage.

En 1997, Trigwell et Selvaduray ont évalué par XPS et par AFM quatre différents traitements de surface: électropolissage, polissage mécanique, mordantage par acide et mordantage par gaz plasmique d'argon. Ils ont trouvé que la deuxième technique rend le nickel-titane plus susceptible à la corrosion que les deux dernières. Par contre, l'électropolissage demeure celui des quatre procédés qui entraîne la plus grande susceptibilité à la corrosion.

Endo et co-chercheurs (1994) ont procédé à un placage ionique pour former un revêtement de nitrure de titane sur un alliage de nickel-titane. Les analyses ont démontré une amélioration de la résistance à la corrosion, et une augmentation du taux de piqûration.

En 1995, Endo a attaché une protéine adhésive (human plasma fibronectine) sur la surface d'un implant en nickel-titane. Cette technique, qui emploie une modification chimique de la surface, entraîne une diminution de 50% de la corrosion en limitant la diffusion des ions métalliques; elle peut être d'utilisation prometteuse sur la superficie des implants.

Un traitement par laser excimer (Villiermaux et al., 1997) forme une couche d'oxyde de titane de 60 nm sans, pour autant, améliorer la résistance à la corrosion. Un dépôt par plasma d'une couche de tétrafluoroéthylène polymérisé (PPTFE) d'épaisseur 0,4  $\mu\text{m}$  sur des agrafes d'ostéosynthèse démontre une bonne résistance à la corrosion et une flexibilité satisfaisante, mais sa fragilité et les possibilités d'endommager le revêtement lors de grandes déformations peuvent s'avérer problématiques (Lombardi et al., 1994 ; Villiermaux, 1997).

Chen, Wen et Zhang (1998) ont émis l'hypothèse selon laquelle des traitements

superficiels, comme l'oxydation thermique et le vieillissement de surface, pourraient améliorer la résistance à la corrosion et diminuer la libération des ions depuis des surfaces rugueuses en augmentant l'épaisseur de la couche protectrice.

En 1997, Villermaux rapporte les travaux de 1987 de Kimura et de ses coéquipiers sur des revêtements de biocéramique. L'amélioration de la biocompatibilité et la résistance à la piqûration sont au détriment des propriétés élastiques du nickel-titane; cette technique ne permet pas les déformations nécessaires en orthodontie sans que le revêtement ne fracture.

Dernièrement, en 1998, Gil et associés ont essayé un traitement de diffusion d'azote à travers des fils orthodontiques en nickel-titane. Le traitement optimal consiste à placer les fils dans un four avec une atmosphère d'azote pur à une température de 900°C pendant 20 minutes, ce qui produira une couche homogène de nitrure de titane. Les résultats démontrent une augmentation de la dureté, une diminution du coefficient de friction et une réduction de la quantité de nickel relargué dans une solution de salive artificielle (quantifiée par ICP-MS: Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry). Le défaut de cette technique vient du fait qu'elle cause une réduction du TTR et qu'un prolongement du traitement thermique peut entraîner une perte des propriétés de superélasticité et de mémoire de forme.

### 2.4.1 Implantation ionique

L'implantation ionique, bien connue dans l'industrie de l'électronique, est employée lors de la fabrication des semi-conducteurs. Par contre, cette technique n'est utilisée que depuis 25 ans pour améliorer les propriétés de surface des alliages métalliques. Il s'agit d'un procédé qui permet de modifier les propriétés physiques ou chimiques de la surface d'un solide en lui implantant les atomes appropriés sur une profondeur microscopique (Rivière, 1992 ; Chabrol, 1996). Dépendant de la profondeur implantée, on peut modifier les propriétés électriques, optiques, mécaniques et de corrosion d'un solide. Le solide implanté peut être un métal, une céramique, un composite; il peut être de nature cristalline, polycristalline ou amorphe, mais il se doit d'être non-homogène (Dearnaley, 1988).

Lee et coauteurs, en 1996, décrivent les résultats obtenus en implantant des ions de bore dans des limes endodontiques en nickel-titane. La formation d'une couche superficielle amorphe de  $TiB_2$  a permis d'augmenter la dureté du matériel sans pour autant affecter la flexibilité des limes.

#### 2.4.1.1 Technique d'implantation

La technique décrite par Chabrol, en 1996, vise à améliorer la résistance à la corrosion ou à l'oxydation, à diminuer la friction (Ryan et al., 1997 ; Kula et al., 1998) et à augmenter la résistance à l'usure (Dearnaley, 1988 ; Kusy et al., 1992 ; Malaczynski et al., 1997). Voici, ci-après, un résumé de cette technique:

La procédure débute dans la chambre initiale par la vaporisation de composés gazeux ou par la pulvérisation de composés métalliques pour formation d'ions libres. Le faisceau d'ions est extrait de la source, focalisé puis accéléré pour passer par un aimant qui permet une identification et une sélection des ions en fonction de la masse de chacun d'eux; cette procédure offre la possibilité de choisir le type d'ions auxquels on veut faire subir une accélération finale. Une fois cette étape franchie, le faisceau balaie la surface de l'alliage pour en assurer un recouvrement uniforme tout en refroidissant le porte échantillon, ce afin d'expulser l'énergie thermique créée par le faisceau. Les ions pénètrent dans le matériau sur une profondeur de 0,1 à 0,2  $\mu\text{m}$  (Dearnaley, 1988 ; Kagerer et Königer, 1989 ; Rivière, 1992 ; Lee et al., 1996 ; Bambauer et al., 1998); ce faisant, ils subissent des collisions avec les électrons libres et les atomes du matériau-cible jusqu'à ce qu'ils perdent suffisamment d'énergie pour être retenus par les forces cohésives du matériau (Figures 2.1 à 2.3).

Ce procédé étant complètement athermique, il ne suit pas les lois de l'équilibre thermodynamique; cela permet d'introduire à la surface d'un alliage des éléments non compatibles chimiquement ou de dépasser les limites de solubilité en modifiant seulement les propriétés superficielles tout en conservant les propriétés mécaniques avantageuses de l'alliage cible. La formation d'un film passif amorphe à la surface conduit à une meilleure résistance à la corrosion (Jia et al., 1999).

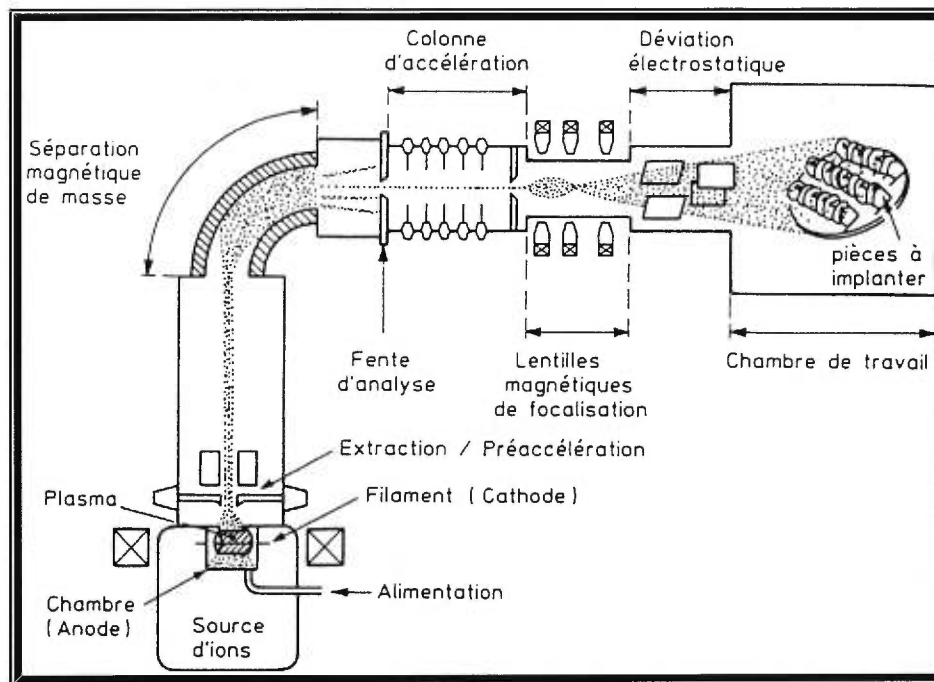


Figure 2.1 : Schéma de principe d'un implantateur

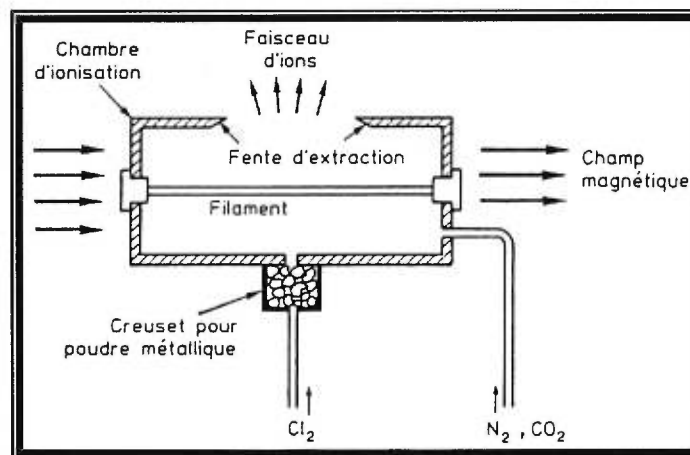


Figure 2.2 : Schéma de principe d'une source d'ions de type Freeman

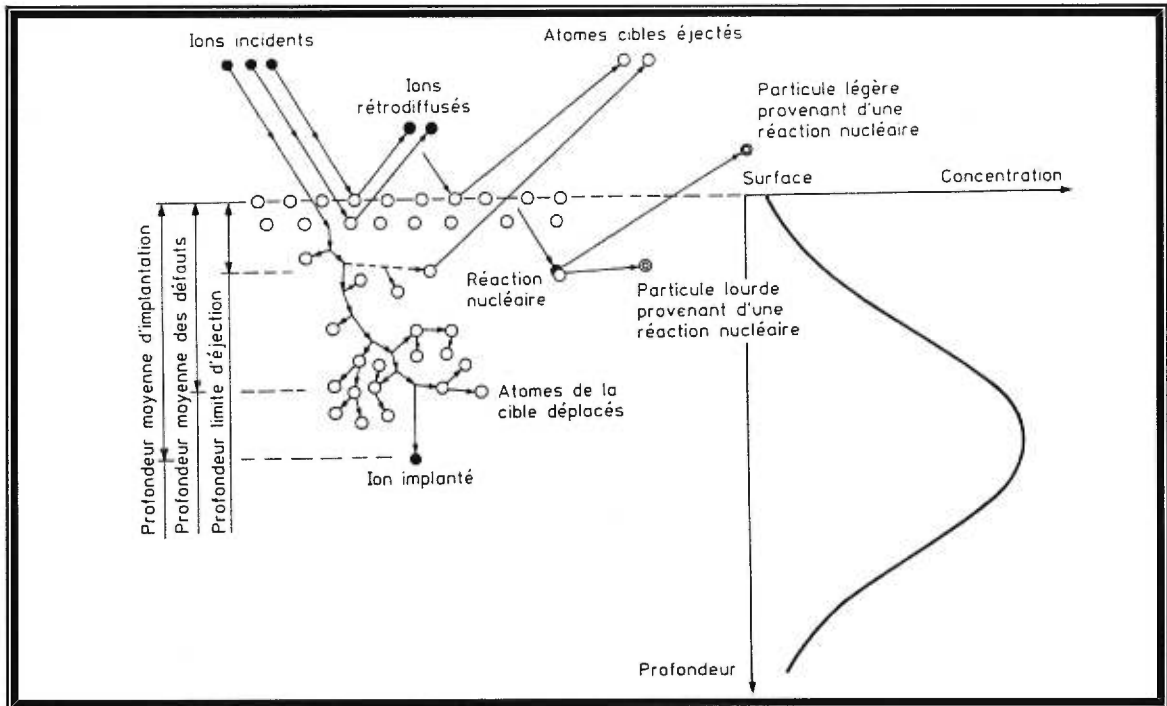


Figure 2.3 : Phénomènes d'interactions entre les ions incidents et la matière lors d'une implantation, et profil de concentration associé



### 2.4.1.2 Implantation d'azote dans les fils orthodontiques

L'implantation ionique d'azote sert à rendre la surface des fils plus lisse et plus dure, réduisant ainsi la friction et la libération de nickel tout en conservant les propriétés de mémoire de forme et de superélasticité (Moine, Popoola et Villain, 1986 ; Popoola et al., 1989 ; Kusy, Tobin et al., 1990 ; Ryan et al., 1997). Selon Green et cochercheurs (1993), l'injection d'ions azote cause un gonflement dans la zone bombardée. Ce gonflement étant restreint par l'alliage, il y a introduction de contraintes compressives latérales que Green et ses coauteurs soupçonnent être à la base de l'amélioration de la résistance à la corrosion. Simultanément, les ions azote prennent, en surface, la place de plusieurs atomes de nickel; ceci diminue le risque de libération de nickel et améliore ainsi la biocompatibilité (Jia et al., 1999).

Rivière rapporte, en 1992, que l'implantation d'azote dans du nickel-titane, tout en conservant les propriétés du substrat, forme une couche amorphe superficielle de précipités de TiN qui sont responsables de l'amélioration de la résistance à la piquûration et de la baisse des forces de tribologie (friction) qui sont observées. Comparativement aux autres traitements de surface, l'implantation ionique offre plusieurs avantages : (1) contrôle précis de l'ion implanté et de la profondeur d'implantation, (2) traitement athermique, (3) aucun changement des dimensions originales du matériau et, donc, aucune finition supplémentaire, (4) adhésion excellente en surface entre les molécules et les atomes implantés.

La compagnie GAC International Inc. (Central Islip, N.Y., USA) a sorti sur le marché un fil orthodontique en nickel-titane fabriqué au Japon par la

compagnie TOMY; ce fil, le NEO-SENTALLOY-IONGUARD™, est soumis à un traitement d'implantation ionique d'azote chez SPIRE, une firme américaine. La campagne publicitaire promet que ce traitement «scelle la surface du fil pour empêcher la fracture et pour diminuer la libération de nickel », et ceci «sur une profondeur de 3 microns sans altérer les propriétés du fil» (Voir dépliants publicitaires de GAC en ANNEXE I).

Avec la panoplie de traitements disponibles sur le marché, celui qui offre le plus de potentiel en orthodontie demeure l'implantation ionique d'azote. En effet, ce procédé améliore les propriétés du fil (friction, dureté, biocompatibilité) sans pour autant augmenter ses dimensions ou diminuer ses qualités. La présente étude veut tester l'affirmation publicitaire de la compagnie GAC et vérifier si les fils implantés relarguent significativement moins de nickel que les autres fils. Nous voulons aussi évaluer les fils par XPS, avant et après immersion dans une salive artificielle, pour voir les changements qui surviennent en surface. On procédera également à l'observation de ces fils par SEM et par AFM, avant immersion, pour caractériser la surface.

## CHAPITRE 3

T E C H N I Q U E  
E X P É R I M E N T A L E

### 3. TECHNIQUE EXPÉRIMENTALE

Ce chapitre passe en revue le protocole expérimental. Matériel, méthode et études antécédentes ayant servi de référence y sont décrits en détails.

#### *3.1 Matériel et méthode*

##### **3.1.1 Échantillons de fils orthodontiques**

Pour être inclus dans l'étude, les fils de divers alliages disponibles en orthodontie devaient rencontrer deux critères : (1) leur utilisation courante en pratique orthodontique, (2) la présence d'une certaine quantité de nickel à l'intérieur de l'alliage dont ils sont composés. La sélection des échantillons choisis pour subir les tests a été faite de façon arbitraire à partir de la kyrielle de fils disponibles dans la clinique d'orthodontie de l'Université de Montréal. Les échantillons, à l'intérieur de chaque groupe, parvenaient du même lot; tous les fils étaient de section rectangulaire: 0,016" x 0,022" (0,406 mm x 0,559 mm). Les fils, à l'achat chez les compagnies de matériel orthodontique, se présentent sous forme d'arcs continus (Figure 3.1); les échantillons qui ont servi pour cette étude étaient coupés dans la partie linéaire des arcs avec une pince orthodontique de la compagnie Dentronix. Les échantillons ont été mesurés avec une jauge digitale, la MITUTOYO Absolute Digimatic (Modèle no.: CD-4" C, Mitutoyo Corp, Japon; Annexe II), et mesuraient chacun 30,0 +/-

0,4mm. Par simple calcul, on peut déduire que chaque échantillon mesurant 30 mm et présentant une section de 0,406 mm x 0,559 mm, présentait une surface exposée à l'environnement de 57,9 mm<sup>2</sup>. Les fils furent coupés pour faciliter leur insertion dans les éprouvettes utilisées.

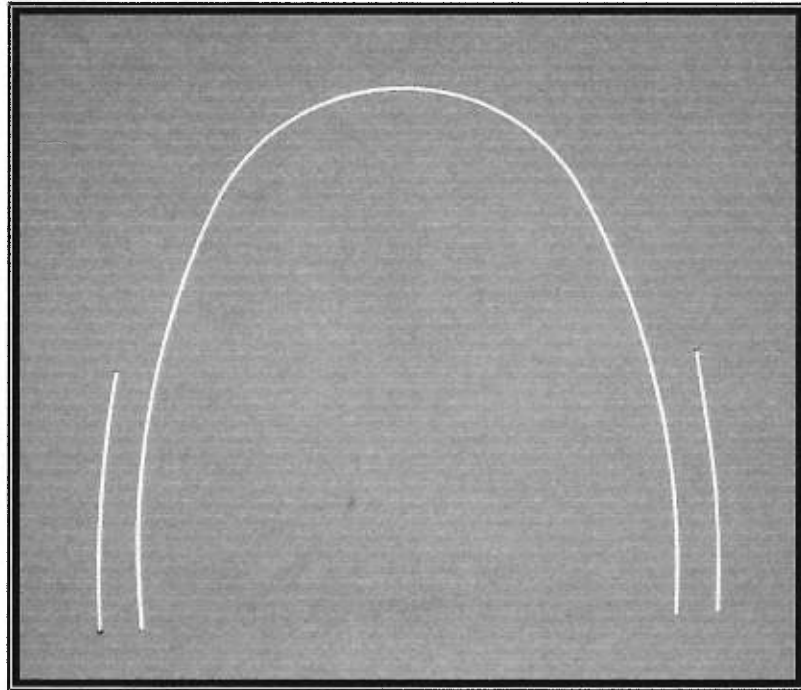


Figure 3.1 : Arc continu montrant la région d'où furent prises les sections mesurant 30,0 mm

Les quatre types de fils employés étaient :

**Groupe A:** Nickel-titane: Neo-Sentalloy (GAC Internat. Inc.)

Identification : LOT D0922 F80 523-52

**Groupe B:** N-nickel-titane avec IONGUARD: Neo-Sentalloy (GAC Internat. Inc.)

Identification : LOT E368 F80 623-52

**Groupe C:** Cu-Ni-Ti 35°C (ORMCO/ "A" Company)

Identification : LOT 8J258J Part No : 210-0922

**Groupe D:** Acier Inoxydable (ORMCO/ "A" Company)

Identification : Cat. No : 0221516000

Un nombre de douze (12) échantillons, pour chacun des quatre (4) spécimens de fils, a servi à l'expérience, leur total étant donc de quarante-huit (48).

### 3.1.2 Salive artificielle

L'étude de Barrett, Bishara et Quinn (1993) a servi de référence pour la planification de cette expérience; la recette de la salive artificielle (Tableau 3.1), qui reproduit le plus fidèlement possible l'environnement buccal *in-vitro*, provient aussi de cet article. La présente étude diffère de celle de ces auteurs par le choix des échantillons et par la décision de ne pas laisser baigner un fils entier et des boîtiers, mais bien plutôt de petits morceaux de fils mesurant 30 mm de longueur.

<b>SALIVE ARTIFICIELLE</b>		
<b><i>Ingrédient</i></b>	<b><i>Nom chimique</i></b>	<b><i>Quantité dans 1L d'eau déionisée</i></b>
NaCl	Chlorure de sodium	0,4 g
KCl	Chlorure de potassium	1,21 g
NaH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> •7H <sub>2</sub> O	Phosphate de Sodium, dibasique, heptahydraté	0,78 g
Na <sub>2</sub> S•9H <sub>2</sub> O	Sulfure de sodium	0,005 g
NH <sub>2</sub> CONH <sub>2</sub>	Urée	1,0 g

Tableau IV : Composition de la salive artificielle (BARRETT, BISHARA et QUINN, 1993).

### 3.1.3 Protocole de l'expérience

#### 3.1.3.1 Test d'environnement in-vitro (la salive)

Avant d'entreprendre l'étude, on a voulu tester la recette décrite par Tai et al. (1992) et qui contenait: 0,4 g de NaCl; 0,4 g de KCl; 0,8 g de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ; 0,7 g de  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ; 0,005 g de  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ; et 1,0 g d'urée dans 1000 ml d'eau déionisée. Lorsque tous les ingrédients étaient mélangés, on notait un pH de 9 avec formation de précipités blancs en surface. Ce pH étant trop élevé, l'ajout de quelques gouttes de HCl permettait de le réduire à des valeurs de  $6,75 \pm 0,15$  et de s'approcher ainsi de la situation présente en bouche tout en faisant disparaître les précipités blancs. Après incubation de la salive à  $37^\circ\text{C}$  pendant 24 heures, on a noté la réapparition des précipités qui étaient dus à l'ingrédient  $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . On décida alors de suivre les recommandations de Barrett, Bishara et Quinn (1993) et de remplacer cet ingrédient par un apport équimolaire de KCl.

#### 3.1.3.2 Contamination de la salive

Nous avons procédé à une étude pilote pour nous assurer que notre protocole soit bien structuré et exempt de défauts. Dans cette mini-expérience nous avons préparé de la salive artificielle selon la recette décrite au Tableau IV et nous l'avons conservée dans un bidon en matière plastique. Les éprouvettes dans lesquelles l'expérience devait avoir lieu furent rincées deux fois avec de la salive artificielle et les échantillons de fils furent ensuite placés dans ces flacons remplis de salive artificielle neuve pour une période de cinq jours. Notre groupe contrôle consistait en trois flacons témoins contenant uniquement



de la salive artificielle. Les résultats sur l'absorption atomique nous ont démontré des niveaux de nickel assez élevés pour tous les groupes, y compris le groupe contrôle. Ceci nous a indiqué que nous avons une contamination lors des procédures expérimentales; il fallait absolument trouver sa provenance.

Afin de déterminer la cause de la contamination, nous avons testé tous les produits chimiques entrant dans la composition de la salive artificielle ainsi que l'eau déionisée. Les analyses par absorption atomique n'ont décelé que des quantités minimales de nickel (0,2 ppb) dans notre salive fraîchement fabriquée et, en contrepartie, une dose substantielle (14,3 ppb) après entreposage de 24 heures dans notre bidon en matière plastique; celui-ci était donc contaminé et il ne fallait plus conserver la salive dans ce genre de récipient; une nouvelle solution serait donc faite pour chacun des intervalles: 1, 3, 7, 14, et 21 jours. Par la suite, nous avons rempli 75 flacons avec 3 ml de salive fraîche et nous les avons laissés dans l'incubateur pendant 5 jours sous agitation continue. À la fin du cinquième jour nous avons testé ces flacons et nous avons trouvé qu'il y en avait plusieurs qui étaient contaminés. Nous avons éliminé les flacons contaminés et conservé uniquement cinquante-quatre (54) des flacons non contaminés nécessaires pour l'expérimentation.

### **3.1.3.3 Protocole rectifié et détaillé de l'expérience**

Notre expérience préliminaire nous a fait découvrir certains défauts de conception; il fallait nous assurer de ne pas avoir de contamination avant de commencer les tests du nouveau protocole.

La salive artificielle fut reconstituée selon la recette décrite au 3.1.2; les spatules utilisées en chimie pour cueillir les divers ingrédients de la salive sont en acier inoxydable et présentent, par le fait même, un potentiel de contamination par l'élément nickel que l'on y retrouve. Pour éviter toute contamination, nous avons employé des feuilles de papier ciré pour sortir les ingrédients de leur contenant. Les composés furent ajoutés l'un après l'autre, le dernier étant le  $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ , composé sulfuré dégageant une assez forte odeur; à partir de ce moment le mélange est gardé sous la hotte. On effectue alors un ajustement du pH qui se situe, en général, aux alentours de 8,75 à 9. Pour ce faire on ajoute des gouttes de solution d'acide chlorhydrique ( $\text{HCl}\cdot 6\text{N}$ ) et on vérifie en temps réel la diminution de la valeur du pH jusqu'à 6,75 (mesuré avec le Fisher Scientific Accumet Model 20, pH/Conductivity Meter). Si le pH descend sous 6,75 on peut le rajuster avec des gouttes d'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}\cdot 5\text{N}$ ). Les solutions acides et basiques furent testées et ne présentèrent pas de traces d'élément nickel.

La prochaine étape: verser 3ml de salive artificielle, au moyen d'une pipette neuve non-contaminée, dans les vingt-sept (27) flacons refermables servant à l'expérience (Disposable Polystyrene tubes, Fisher Scientific, Cat. No. 14-961-10, dimensions: 12 x 75 mm). Nous avons également un deuxième jeu de vingt-sept (27) flacons non contaminés dans lesquels fut versée de la salive artificielle à des intervalles précis (jours 1, 3, 7, 14 et 21); ces flacons servaient à transporter cette salive pour analyse en spectrophotométrie par absorption atomique. Les deux jeux de vingt-sept flacons étaient divisés en cinq groupes identiques et clairement identifiés:

Groupe A : 6 flacons (identifiés A1, A2, A3, A4, A5, A6) contenant chacun 2 bouts de fils de NiTi Neo-Sentalloy de 30 mm.

Groupe B : 6 flacons (identifiés B1, B2, B3, B4, B5, B6) contenant chacun 2 bouts de fils de NiTi IONGUARD de 30 mm.

Groupe C : 6 flacons (identifiés C1, C2, C3, C4, C5, C6) contenant chacun 2 bouts de fils de Cu-Ni-Ti de 30 mm.

Groupe D : 6 flacons (identifiés D1, D2, D3, D4, D5, D6) contenant chacun 2 bouts de fils d'acier inoxydable de 30 mm.

Groupe E : 3 flacons témoins (identifiés E1, E2, E3) contenant uniquement de la salive artificielle.

Nous avons pris soin de ne pas toucher les fils avec nos doigts, ni lorsque nous les avons coupés, ni lors de leur mise en place dans les flacons. Afin d'éviter quelque mélange que ce soit, chacun des cinquante-quatre (54) flacons a été clairement identifié.

Les flacons (Figure 3.2) ont été placés dans un incubateur à air sec à 37°C (National Appliances Company – Model 3212-11, A Heinicke Company, Portland, Oregon, USA; Annexe II) et ils ont été agités constamment, pendant toute la durée de l'expérience, à 60 rpm (S/P Rotator V, Cat. No. R4140, Baxter Scientific Products, Deerfield, IL, USA; Annexe II).

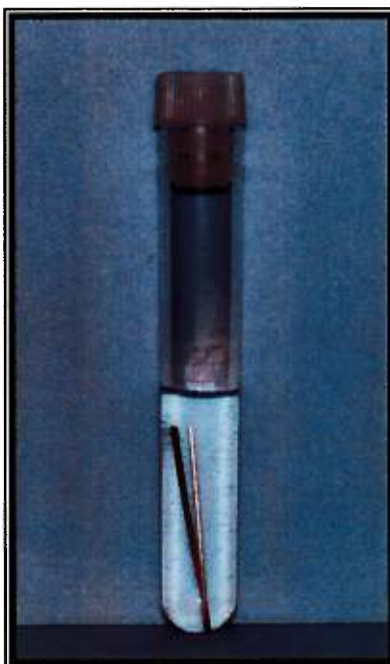


Figure 3.2 : Flacon refermable de Fisher Scientific avec 3,0 ml de salive et deux échantillons de fils

#### 3.1.3.4 Extraction des ions

Aux jours 1, 3, 7, 14 et 21, les solutions de salive artificielle étaient récupérées de chaque flacon expérimental et transférées, en prenant soin de ne pas mélanger les solutions, dans le deuxième jeu de flacons correctement identifiés. Ce deuxième jeu de flacons a été immédiatement transporté au laboratoire pour analyse par spectrophotométrie à absorption atomique.

En tout premier lieu, les flacons expérimentaux furent méticuleusement rincés avec de l'acide nitrique afin de dissoudre le nickel. Ensuite, les flacons furent rincés trois fois avec une nouvelle solution de salive artificielle préparée une heure d'avance et testée pour déceler toute présence de nickel. Une fois les vingt-sept flacons bien rincés, on les remplit avec 3 ml de cette nouvelle salive artificielle et les expériences suivent leur cours. Le nettoyage des flacons avec

la salive se fait pour enlever toute trace de nickel qui pourrait fausser les résultats ultérieurs.

Selon le modèle préconisé par Barrett, Bishara et Quinn (1993), nous avons changé la solution de salive aux intervalles mentionnés ci-dessus, ceci pour éviter une éventuelle saturation en ions de la salive. Si nous laissons tremper les fils dans la même solution pour une période de 21 jours, la possibilité de saturation serait énorme pour une quantité inchangée de 3 ml de salive; ceci pourrait freiner la dégradation du matériau. Pour éviter une saturation en ions, une quantité de 30 ml de salive devrait être employée; elle serait, cependant, trop importante pour permettre une analyse précise par absorption atomique car le nickel serait trop dilué et notre appareillage ne possède pas une sensibilité suffisante pour une telle situation. Nous changeons régulièrement la salive pour deux autres raisons: *(1)* imiter le plus possible l'environnement buccal *in-vivo*, où l'on observe un constant remplacement de la salive, et *(2)* être capable de bien identifier à quel moment les ions nickel sont relargués des fils.

### 3.1.3.5 Analyses par spectrophotométrie à absorption atomique

Les analyses ont été entreprises par le laboratoire de M Christian Dallaire, de l'École Polytechnique de Montréal. La détection des ions Ni et Ti et la détermination de leurs concentrations furent effectuées avec le HGA-5000 (Atomic Absorption Spectrophotometer, Perkin Elmer 50000 Atomic Burner Control, HGA-5000 Programmer, Norwalk, Connecticut, USA; Annexe II), qui permet d'analyser des concentrations d'ions de l'ordre des "parties par milliards" ou "ppb". Toutes les analyses furent effectuées dans les mêmes

conditions (calibrage de l'appareil) pour enlever toutes sources d'erreurs. Pour faciliter la compréhension, précisons deux termes quantitatifs:

- $1 \text{ ppm} = 1 \text{ mg/l} = 1 \text{ mg/g} = 1 \mu\text{g/ml}$
- $1 \text{ ppb} = 1 \text{ ng/ml} = 1 \mu\text{g/l} = 1 \text{ ng/g}$

La méthode par absorption atomique nous a permis de doser la concentration du nickel jusqu'à 0,1 ppb et celle du titane jusqu'à 1,0 ppb.

Le principe, à la base, est l'absorption par résonance dans les gaz. La première étape consiste à chauffer l'échantillon. Pour pouvoir faire passer le liquide à l'état gazeux, puis à l'état d'atomes, on emploie un four graphite. Ce four est essentiellement un petit tube creux mesurant 20 mm de long et possédant un trou sur sa portion supérieure pour permettre l'introduction de l'échantillon à analyser. Grâce à une micro pipette, on injecte 20  $\mu\text{l}$  de notre échantillon à travers le trou du four graphite qui sera ensuite chauffé. L'échantillon est, en premier lieu, vaporisé et décomposé thermiquement afin d'éliminer les composants associés (température de calcination); ensuite, la température est augmentée progressivement jusqu'à la dissociation en atomes libres (température d'atomisation).

En passant un rayonnement lumineux polychromatique (venant d'une lampe à cathode creuse) à travers un gaz à l'état d'atomes dispersés, une certaine partie du rayon, correspondant à des longueurs d'ondes bien définies, sera absorbée. La quantité d'absorption est proportionnelle à la concentration de l'élément qu'on veut analyser et qui a été vaporisé dans le rayon. (Figure 3.3).

Pour obtenir la concentration de notre échantillon, on utilise un système de comparaison avec une solution dont la concentration des divers éléments est connue. Le calibrage de l'appareil était à 0,02 ppb, soit 20 ppm. La température de calcination du nickel, qui permet de détruire le sodium, le chlore et tout autre composé organique, est de 1400°C; sa température d'atomisation est de 2400°C. La longueur d'onde caractéristique du nickel est de 232,2 avec une absorbance de 0,004.

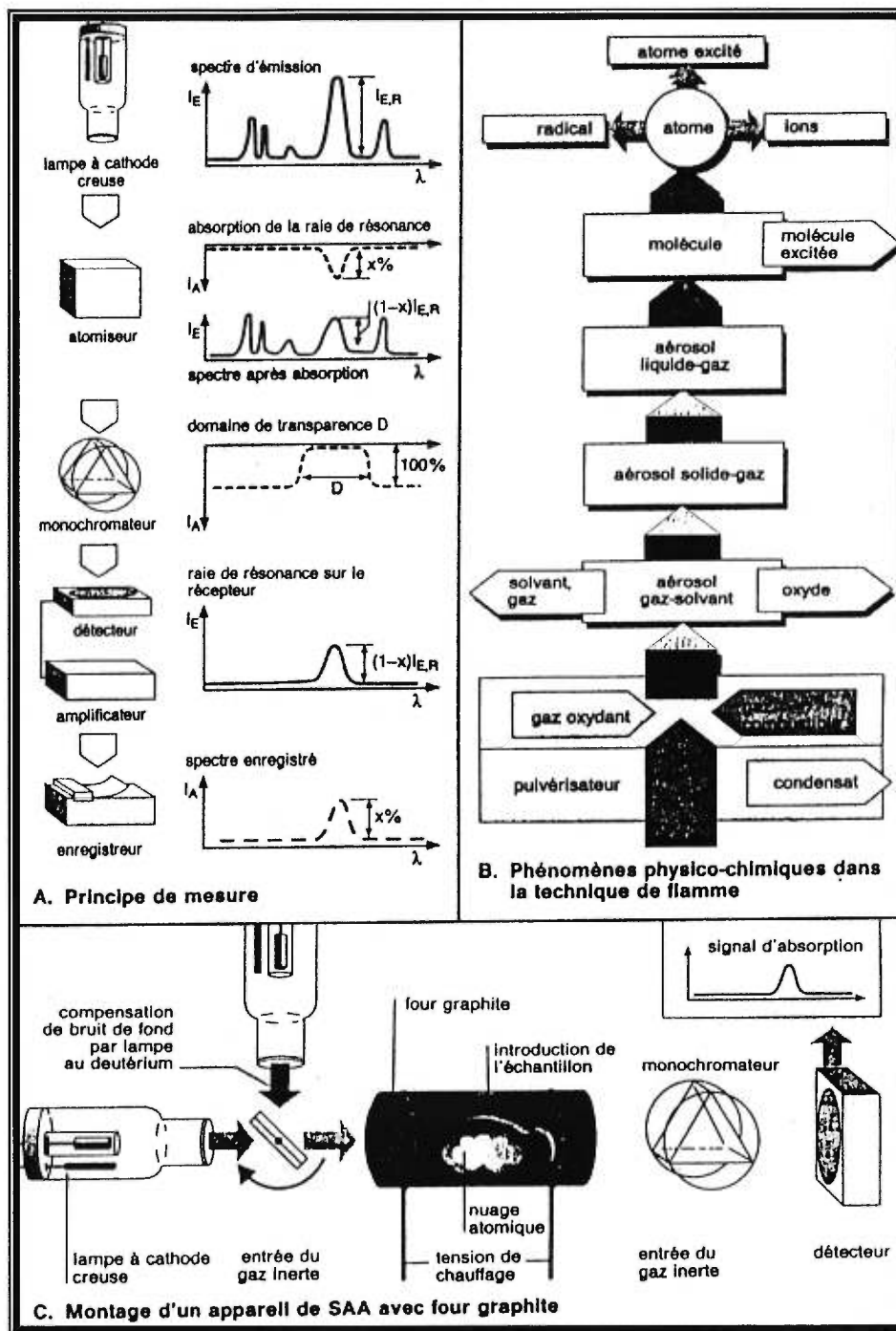


Figure 3.3 : Description schématique du principe du spectrophotomètre à absorption atomique



### **3.1.3.6 Analyses complémentaires**

Des analyses XPS, AFM et SEM de nos fils ont été faites afin de pouvoir mieux comprendre les résultats obtenus en absorption atomique et de tenter d'expliquer les différences observées entre les divers alliages. Malheureusement ces analyses n'ont pas permis d'apporter des conclusions définitives, et seront mises en Annexe à titre de référence (Annexe III, IV et V).

### **3.1.3.7 Expérimentation avec l'implantation ionique d'azote**

Lors de l'élaboration de notre protocole de recherche, nous avons contacté le Dr Sjoerd Roorda du Département de physique nucléaire de l'Université de Montréal. Nous voulions savoir si nous pouvions implanter des fils en nickel-titane avec des ions azote et comparer ensuite leur biocompatibilité avec celle d'autres fils orthodontiques. Nos fils en nickel-titane étaient de section ronde et de diamètre 0,016". L'implantation fut effectuée à 88 KeV avec une dose par  $\text{cm}^2$  quatre fois répétée de  $3 \times 10^{17}$  ions  $\text{N}^+$  afin de permettre un recouvrement de toutes les surfaces du fil. Malheureusement, l'implantation s'avéra plus difficile qu'on l'aurait pensée; après huit mois de tentatives infructueuses, ces fils ne servirent pas à l'expérience.

A l'origine ces fils présentaient un aspect noirci et carbonisé. Après discussion avec le Dr Roorda, notre première hypothèse fut que ce carbone venait d'une contamination provenant d'une fuite de la pompe à l'huile du dispositif d'implantation ionique. Selon le Dr Roorda, on pouvait

probablement enlever ce film de carbone en effectuant une gravure par plasma ou éventuellement une gravure chimique, à condition de connaître l'épaisseur de cette couche. Les fils ont alors subi une analyse RBS (Rutherford Back Scattering) pour connaître l'épaisseur de la couche de carbone; résultats : les fils étaient complètement carbonisés et inutilisables pour l'expérience. Un perfectionnement de la technique d'implantation ferait donc l'objet d'une future étape. Dans cet écrit nous ferons uniquement mention des données préliminaires en XPS qui ont permis de détecter la forte concentration en carbone et, donc, d'exclure ces fils de l'étude. Nous présenterons aussi les images obtenues par microscopie à force atomique et par microscopie à balayage électronique (Annexe VI et VII).

## CHAPITRE 4

R É S U L T A T S  
E X P É R I M E N T A U X

## 4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

### 4.1 Traitements des résultats

#### 4.1.1 Absorption atomique et relargage du nickel

Les analyses du relargage du nickel ont été effectuées par spectrophotométrie à absorption atomique et leurs résultats quantifiés en ppb. Une revue de la littérature permet de constater que les auteurs emploient des fils de géométries diverses (circulaire / rectangulaire) et de dimensions variables, ainsi qu'une quantité de salive artificielle qui varie selon chaque étude. Pour pouvoir comparer nos résultats avec ceux d'autres études, nous avons besoin d'uniformiser nos mesures. Nous avons utilisé la formule prescrite par Chen, Wen et Zhang en 1998; elle permet de convertir nos résultats expérimentaux exprimés en ppb, en quantité d'ions relargués par unité de surface exposée ( $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ):

$$R_{Ni} (\mu\text{g} / \text{cm}^2) = \frac{C_{Ni} (\mu\text{g} / \text{l}) \times \text{Vol}(\text{l})}{\text{Surf} (\text{cm}^2)}$$

**Légende de la formule qui précède:**

$R_{Ni}$ : représente la quantité d'ions libérés par unité de surface.

$C_{Ni}$ : représente la concentration d'ions nickel détectée dans la solution de salive artificielle (quantifié en ppb).

Vol: représente le volume de solution de salive artificielle dans chaque flacon (0,003 l dans notre étude).

Surf: représente la surface totale des fils exposée dans chaque flacon (pour notre étude: 0,579 cm<sup>2</sup> par fil ou 1,158 cm<sup>2</sup> pour deux fils par flacon).  
Le calcul de la surface se fait comme suit pour chaque fil:

$$Surf (cm^2) = 2 \times Long.(cm) \times \{Haut.(cm) + Epais.(cm)\}$$

**Légende de la formule ci-dessus:**

Long.: représente la longueur de l'échantillon (3,0 cm)

Haut.: représente la hauteur du fil (0,016" ou 0,0406 cm)

Epais.: représente l'épaisseur du fil (0,022" ou 0,0559 cm)

Il faut comprendre un aspect très important avant d'interpréter les résultats. Pour chaque échantillon le relargage a été mesuré aux jours 1, 3, 7, 14, et 21. Vu que les mêmes fils et flacons ont été employés pendant toute l'expérience, les résultats obtenus au jour 3 donnent la quantité de nickel libérée pendant les deuxième et troisième journées. Pour calculer la quantité de nickel relargué pendant les premiers trois jours, il faudra simplement additionner les résultats obtenus aux jours un et trois. Cette technique permet de préciser à quel moment le nickel est relargué à son maximum. Il en est de même pour les autres données recueillies : résultats du jour sept = quantité de nickel relargué entre les jours trois et sept, résultats du jour quatorze = quantité de nickel relargué entre les jours sept et quatorze, résultats du jour vingt-et-un = quantité de nickel relargué entre les jours quatorze et vingt-et-un.

Les données ont été compilées et classées de façon sommaire. À l'aide du logiciel Microsoft Excel, les résultats de chaque groupe furent entrés et les moyennes et les écarts types calculés. Les résultats obtenus furent compilés sous forme de tableaux et d'histogrammes (tableaux présentés à la section 4.2 et histogrammes présentés lors de la description des résultats) et furent analysés de manière statistique.

## 4.2 Présentation des résultats

### 4.2.1 Spectrophotométrie par Absorption Atomique

Les Tableaux V et VI présentent les moyennes calculées pour chaque groupe aux cinq temps choisis; les Tableaux VII à XV présentent les résultats de chaque échantillon testé. La présentation est faite de cette manière pour faciliter la compréhension et pour éviter de surcharger chaque tableau.

FILS	CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en ppb)				
	MOYENNE +/- ECART TYPE				
	1 jour	3 jours	TEMPS 7 jours	14 jours	21 jours
Neo-Sentalloy	10.55 +/- 0.787	3.117 +/- 0.958	3.233 +/- 0.929	2.000 +/- 0.167	1.533 +/- 0.393
IONGUARD	4.933 +/- 0.575	1.867 +/- 0.301	1.817 +/- 0.371	1.867 +/- 0.393	1.300 +/- 0.310
Cu-Ni-Ti	13.250 +/- 1.402	3.667 +/- 1.282	3.483 +/- 0.553	1.683 +/- 0.615	1.383 +/- 0.397
Acier Inoxydable	1.533 +/- 0.446	1.450 +/- 0.288	1.267 +/- 0.543	0.900 +/- 0.420	0.433 +/- 0.327
Témoin	0.700 +/- 0.173	0.333 +/- 0.058	0.267 +/- 0.058	0.200 +/- 0.0	0.200 +/- 0.0

Tableau V : Concentration de nickel détectée (en ppb) pour les quatre types de fils

FILS	CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ )				
	MOYENNE +/- ECART TYPE				
	1 jour	3 jours	TEMPS 7 jours	14 jours	21 jours
Neo-Sentalloy	0.0273 +/- 0.0020	0.0081 +/- 0.0025	0.0084 +/- 0.0024	0.0052 +/- 0.0004	0.0040 +/- 0.0010
IONGUARD	0.0128 +/- 0.0015	0.0048 +/- 0.0008	0.0047 +/- 0.0010	0.0048 +/- 0.0010	0.0034 +/- 0.0008
Cu-Ni-Ti	0.0343 +/- 0.0036	0.0095 +/- 0.0033	0.0090 +/- 0.0014	0.0044 +/- 0.0016	0.0036 +/- 0.0010
Acier Inoxydable	0.0040 +/- 0.0012	0.0038 +/- 0.0007	0.0033 +/- 0.0014	0.0023 +/- 0.0011	0.0011 +/- 0.0008
Témoin	0.0018 +/- 0.0004	0.0009 +/- 0.0001	0.0007 +/- 0.0001	0.0005 +/- 0.0	0.0005 +/- 0.0

Tableau VI : Concentration de nickel détectée (en  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) pour les quatre types de fils

		CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en ppb) Ni-Ti - Neo-Sentalloy (GAC) Groupe A				
ECHANTILLON	TEMPS					
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours	
Echantillon 1	11.4	2.4	2.3	2	1.2	
Echantillon 2	9.1	2.5	4	2.1	1.5	
Echantillon 3	10.4	2.6	1.9	2.2	1.4	
Echantillon 4	10.7	2.8	4.1	2	1.5	
Echantillon 5	11	4.9	3.3	1.7	1.3	
Echantillon 6	10.7	3.5	3.8	2	2.3	
<b>Moyenne</b>	10.550	3.117	3.233	2.000	1.533	
<b>Ecart Type</b>	0.787	0.958	0.929	0.167	0.393	
<b>Ecart Type %</b>	7.46%	30.74%	28.73%	8.37%	25.65%	

Tableau VII : Concentration de nickel détectée (en ppb) pour le Neo-Sentalloy

		CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) Ni-Ti - Neo-Sentalloy (GAC) Groupe A				
ECHANTILLON	TEMPS					
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours	
Echantillon 1	0.0295	0.0062	0.0060	0.0052	0.0031	
Echantillon 2	0.0236	0.0065	0.0104	0.0054	0.0039	
Echantillon 3	0.0269	0.0067	0.0049	0.0057	0.0036	
Echantillon 4	0.0277	0.0073	0.0106	0.0052	0.0039	
Echantillon 5	0.0285	0.0127	0.0085	0.0044	0.0034	
Echantillon 6	0.0277	0.0091	0.0098	0.0052	0.0060	
<b>Moyenne</b>	0.0273	0.0081	0.0084	0.0052	0.0040	
<b>Ecart Type</b>	0.0020	0.0025	0.0024	0.0004	0.0010	
<b>Ecart Type %</b>	7.46%	30.74%	28.73%	8.37%	25.65%	

Tableau VIII : Concentration de nickel détectée (en  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) pour le Neo-Sentalloy



ECHANTILLON	CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en ppb) Ni-Ti - IONGUARD (GAC) Groupe B				
	TEMPS				
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours
Echantillon 1	5.6	2.1	1.8	1.8	1.4
Echantillon 2	5.5	2	2.3	2	1.6
Echantillon 3	4.7	1.9	1.9	1.2	1.1
Echantillon 4	4.6	1.3	2.1	2.4	1.6
Echantillon 5	4.1	2.1	1.3	1.8	1.3
Echantillon 6	5.1	1.8	1.5	2	0.8
<b>Moyenne</b>	4.933	1.867	1.817	1.867	1.300
<b>Ecart Type</b>	0.575	0.301	0.371	0.393	0.310
<b>Ecart Type %</b>	11.66%	16.13%	20.42%	21.07%	23.83%

Tableau IX : Concentration de nickel détectée (en ppb) pour le Neo-Sentalloy IONGUARD

ECHANTILLON	CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) Ni-Ti - IONGUARD (GAC) Groupe B				
	TEMPS				
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours
Echantillon 1	0.0145	0.0054	0.0047	0.0047	0.0036
Echantillon 2	0.0142	0.0052	0.0060	0.0052	0.0041
Echantillon 3	0.0122	0.0049	0.0049	0.0031	0.0028
Echantillon 4	0.0119	0.0034	0.0054	0.0062	0.0041
Echantillon 5	0.0106	0.0054	0.0034	0.0047	0.0034
Echantillon 6	0.0132	0.0047	0.0039	0.0052	0.0021
<b>Moyenne</b>	0.0128	0.0048	0.0047	0.0048	0.0034
<b>Ecart Type</b>	0.0015	0.0008	0.0010	0.0010	0.0008
<b>Ecart Type %</b>	11.66%	16.13%	20.42%	21.07%	23.83%

Tableau X : Concentration de nickel détectée (en  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) pour le Neo-Sentalloy IONGUARD

CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en ppb) Cu-Ni-Ti (ORMCO) Groupe C					
ECHANTILLON	TEMPS				
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours
Echantillon 1	13.4	2.3	3.4	1.6	1.1
Echantillon 2	14.2	3	4.2	1.6	1.4
Echantillon 3	12.2	5.6	4.1	1.3	1.7
Echantillon 4	15	2.5	2.8	2.8	1.4
Echantillon 5	11.1	4.3	3.2	1	0.8
Echantillon 6	13.6	4.3	3.2	1.8	1.9
<b>Moyenne</b>	13.250	3.667	3.483	1.683	1.383
<b>Ecart Type</b>	1.402	1.282	0.553	0.615	0.397
<b>Ecart Type %</b>	10.58%	34.95%	15.87%	36.51%	28.70%

Tableau XI : Concentration de nickel détectée (en ppb) pour le Cu-Ni-Ti

CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) Cu-Ni-Ti (ORMCO) Groupe C					
ECHANTILLON	TEMPS				
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours
Echantillon 1	0.0347	0.0060	0.0088	0.0041	0.0028
Echantillon 2	0.0368	0.0078	0.0109	0.0041	0.0036
Echantillon 3	0.0316	0.0145	0.0106	0.0034	0.0044
Echantillon 4	0.0389	0.0065	0.0073	0.0073	0.0036
Echantillon 5	0.0288	0.0111	0.0083	0.0026	0.0021
Echantillon 6	0.0352	0.0111	0.0083	0.0047	0.0049
<b>Moyenne</b>	0.0343	0.0095	0.0090	0.0044	0.0036
<b>Ecart Type</b>	0.0036	0.0033	0.0014	0.0016	0.0010
<b>Ecart Type %</b>	10.58%	34.95%	15.87%	36.51%	28.70%

Tableau XII : Concentration de nickel détectée (en  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) pour le Cu-Ni-Ti

<b>CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en ppb)</b>					
<b>Acier Inoxydable ("A" Cie) Groupe D</b>					
<b>ECHANTILLON</b>	<b>TEMPS</b>				
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours
Echantillon 1	1	1.5	1	0.4	0.2
Echantillon 2	1.6	1.7	1.8	0.8	0.2
Echantillon 3	1	1.2	0.8	0.6	0.2
Echantillon 4	1.8	1	0.9	1.1	0.3
Echantillon 5	2.1	1.7	1	0.9	0.8
Echantillon 6	1.7	1.6	2.1	1.6	0.9
<b>Moyenne</b>	1.533	1.450	1.267	0.900	0.433
<b>Ecart Type</b>	0.446	0.288	0.543	0.420	0.327
<b>Ecart Type %</b>	29.07%	19.87%	42.86%	46.61%	75.37%

Tableau XIII : Concentration de nickel détectée (en ppb) pour l'acier inoxydable

<b>CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en <math>\mu\text{g}/\text{cm}^2</math>)</b>					
<b>Acier Inoxydable ("A" Cie) Groupe D</b>					
<b>ECHANTILLON</b>	<b>TEMPS</b>				
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours
Echantillon 1	0.0026	0.0039	0.0026	0.0010	0.0005
Echantillon 2	0.0041	0.0044	0.0047	0.0021	0.0005
Echantillon 3	0.0026	0.0031	0.0021	0.0016	0.0005
Echantillon 4	0.0047	0.0026	0.0023	0.0028	0.0008
Echantillon 5	0.0054	0.0044	0.0026	0.0023	0.0021
Echantillon 6	0.0044	0.0041	0.0054	0.0041	0.0023
<b>Moyenne</b>	0.0040	0.0038	0.0033	0.0023	0.0011
<b>Ecart Type</b>	0.0012	0.0007	0.0014	0.0011	0.0008
<b>Ecart Type %</b>	29.07%	19.87%	42.86%	46.61%	75.37%

Tableau XIV : Concentration de nickel détectée (en  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ ) pour l'acier inoxydable

ECHANTILLON	CONCENTRATION DE NICKEL DÉTECTÉE (en ppb +/- 0.2) TEMOIN Salive Artificielle Goupe E				
	TEMPS				
	1 jour	3 jours	7 jours	14 jours	21 jours
Echantillon 1	0.6	0.3	0.3	0.2	0.2
Echantillon 2	0.9	0.4	0.2	0.2	0.2
Echantillon 3	0.6	0.3	0.3	0.2	0.2
<b>Moyenne</b>	0.700	0.333	0.267	0.200	0.200
<b>Ecart Type</b>	0.173	0.058	0.058	0.000	0.000
<b>Ecart Type %</b>	24.74%	17.32%	21.65%	0.00%	0.00%

Tableau XV : Concentration de nickel détectée (en ppb) dans la salive artificielle

## CHAPITRE 5

D E S C R I P T I O N  
D E S R É S U L T A T S

## 5. DESCRIPTION DES RÉSULTATS

La partie expérimentale de cette étude a connu plusieurs obstacles et imprévus, comme la contamination par le nickel décrite dans la section "matériels et méthodes". Voulant minimiser toutes sources d'erreurs par manipulation, nous avons dû rectifier plusieurs fois le protocole. L'analyse par absorption atomique et les analyses par XPS, AFM et SEM ont été entreprises par des personnes qualifiées et expérimentées chacune dans leur domaine; ceci nous assurait d'une constance et d'une précision relatives des résultats.

Il est évident que toute expérience risque d'entraîner des erreurs qui peuvent être reliées soit à la technique expérimentale, soit au relevé des données et des résultats, soit à l'analyse ou à l'interprétation de ces derniers.

### 5.1 Technique Expérimentale

Chaque étape individuelle de cette recherche comportait des sources d'erreurs possibles; notre but était de minimiser celles-ci en améliorant au maximum le protocole expérimental; il n'en demeure pas moins que la perfection désirée n'est pas toujours facile à atteindre. Tout d'abord, la coupe des fils en morceaux de 30,0 mm ne pouvait se faire qu'avec une pince en acier inoxydable; ceci pouvait entraîner une certaine contamination imprévisible compte tenu du nickel présent dans l'acier inoxydable dont est composé cette pince. Ensuite, le prélèvement de la salive, le rinçage des flacons et le transport de la salive pour analyses sont des étapes qui comportent toutes certains facteurs d'imprécisions et qui peuvent, par le fait même, amener des

erreurs. Finalement, une attention particulière a été apportée au port des gants en latex sans poudre lors des manipulations des fils pour éviter toute contamination provenant de nos mains.

## **5.2 Relevé des données et des résultats expérimentaux**

En se basant sur les données colligées dans les Tableaux VII à XV on détecte, même si les résultats intra-groupe sont assez consistants, qu'il existe quelques différences entre les échantillons et que celles-ci peuvent être attribuées à divers facteurs. La variation intra-groupe est probablement due à trois causes distinctes: (1) les flacons n'étaient pas parfaitement rincés entre chaque prélèvement et des traces de nickel sont demeurées à l'intérieur de certains de ces récipients, faussant ainsi les résultats, (2) même si les échantillons parvenaient du même lot, des différences microscopiques existaient probablement entre ceux-ci, pouvant ainsi influencer le relargage de nickel, (3) les fils, n'ayant pas tous précisément la même longueur, libèrent des quantités de nickel qui varient en fonction de cette dernière.

## **5.3 Analyse des résultats**

Compte tenu des erreurs qui peuvent survenir lors de l'élaboration du protocole expérimental, une analyse statistique fut nécessaire pour pouvoir vérifier la validité de nos résultats pour permettre d'identifier les variabilités intergroupe.

### 5.3.1 Dissolution du nickel et analyses par absorption atomique

Les premières analyses statistiques effectuées voulaient s'assurer de l'uniformité des résultats obtenus entre les différents échantillons du même groupe pour la variable temps. Pour ce faire, la moyenne de tous les résultats à l'intérieur de chaque groupe fut calculée aux divers temps. On a, par la suite, évalué la "skewness" (mesure de l'asymétrie) et la "kurtosis" (mesure de l'aplatissement) de nos résultats sur un graphique pour évaluer la dispersion de nos résultats, s'assurer de leur uniformité et détecter tout résultat qui serait d'une valeur extrême (outlier).

Pour éviter toute erreur dans l'interprétation des résultats, on a d'abord employé un test statistique de type ANOVA (analyse de Variance) pour mesures répétées avec une variable dépendante (la quantité de nickel détectée) et des variables indépendantes (le temps en mesures répétées et les quatre groupes).

On débute en émettant l'hypothèse nulle que les quatre groupes sont identiques pour chacun des cinq temps donnés ( T1, T3, T7, T14, T21):

$$H_0 = \mu_{\text{Sentalloy}} = \mu_{\text{IONGUARD}} = \mu_{\text{CuNiTi}} = \mu_{\text{Acier Inox.}} \quad (\text{moyenne de groupe})$$

Étant donné que chaque groupe se prend lui-même comme contrôle, on diminue beaucoup la variabilité inter-groupes. Le seuil de signification statistique fut fixé à  $p < 0,05$  lors de nos analyses pour éviter les erreurs de Type I (alpha) ou faux-positifs.



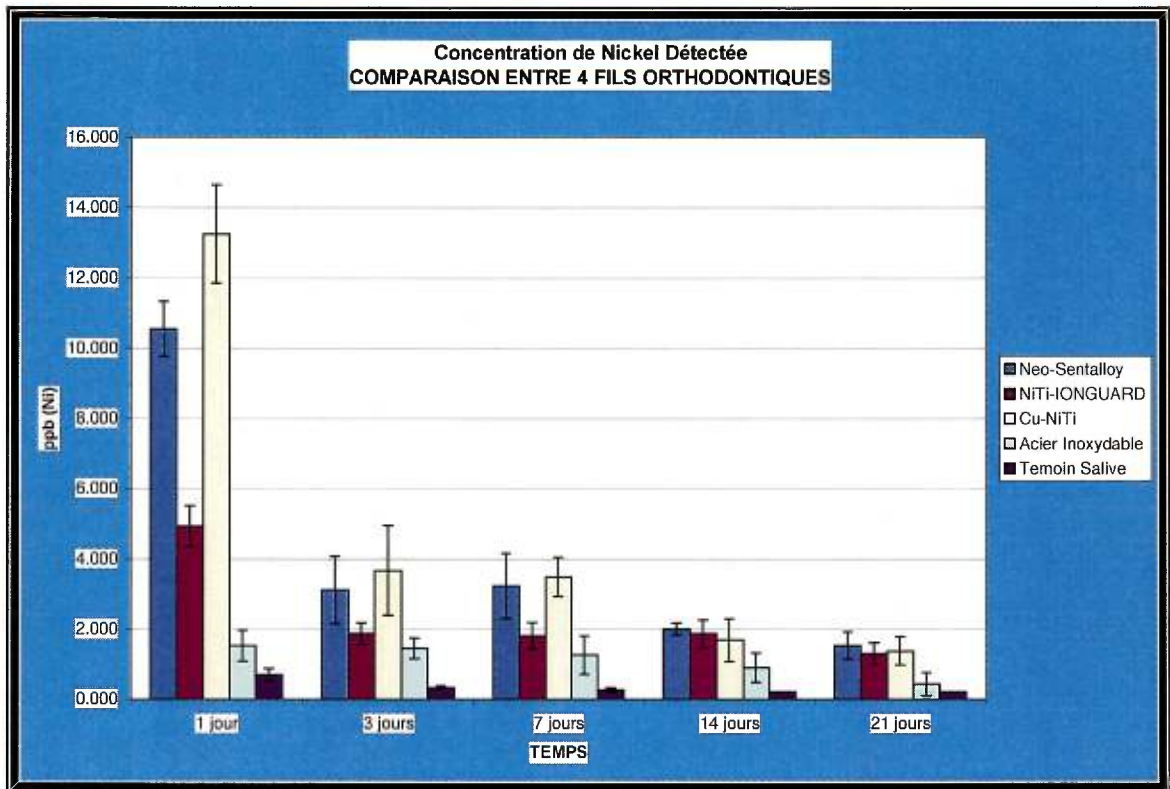


Figure 5.1 : Histogramme de la concentration de nickel détectée par absorption atomique.  
Représentation des moyennes de chaque groupe de fils aux différents temps.

Nos analyses nous permettent d'observer une interaction statistiquement positive entre les quatre différents groupes de fils ( $F [3,20] = 160,36$  à  $p < 0,001$ ). On évalue la source de la variabilité et on dénote la présence d'une interaction importante inter-sujets lorsqu'on analyse le facteur temps par groupe ( $F [12,80] = 62,93$  à  $p < 0,001$ ). Ceci démontre que l'effet du temps n'est pas le même pour tous les groupes.

Vu l'interaction statistiquement importante entre les groupes et le facteur temps, on procède à l'analyse des différents groupes entre eux pour chacun des temps; le ANOVA ne permettait pas de savoir quels fils libéraient des quantités de nickel statistiquement différentes des autres fils. On a recours à des tests Post Hoc pour chaque temps et à des tests Tukey HSD à comparaisons multiples pour la variable temps afin de déceler les différences statistiquement significatives pour les divers fils.

### 1<sup>er</sup> TEMPS: jour 1

Globalement, une interaction a été observée entre les différents groupes (F [3,20] = 217,08 à  $p < 0,001$ ). Précisons que chacun des fils libère une quantité de nickel différente des autres fils et ceci est statistiquement significatif ( $p < 0,001$ ).

L'analyse de Tukey montre que l'acier inoxydable libère statistiquement moins de nickel ( $p < 0,001$ ) que les trois autres fils. En ordre décroissant de libération de nickel on a: le Cu-Ni-Ti, le NiTi Neo-Sentalloy, le NiTi IONGUARD et l'acier inoxydable. De ces quatre fils, l'acier inoxydable est le plus biocompatible (Figure 5.2).

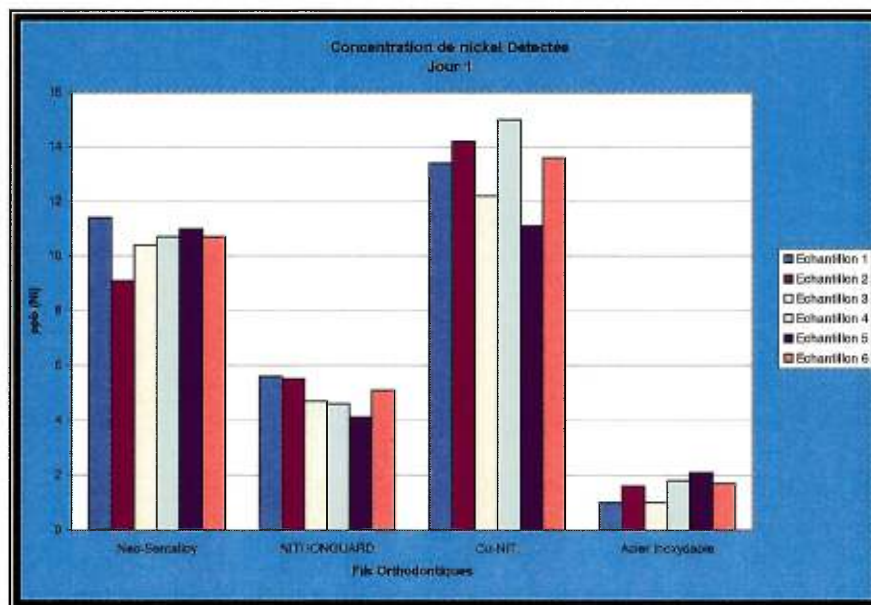


Figure 5.2 : Histogramme de la concentration de nickel détectée par absorption atomique au jour 1. Résultats de chacun des six échantillons pour les quatre groupes de fils testés.

### 2<sup>ème</sup> TEMPS: jour 3

La quantité de nickel relargué durant la période allant du jour 1 au jour 3 démontre également une interaction entre nos quatre groupes ( $F [3,20] = 9,49$  à  $p < 0,001$ ). Les valeurs obtenues en ppb entre les différents groupes confirment une diminution substantielle de la quantité de nickel détectée. Il existe une différence statistiquement significative entre le NiTi IONGUARD et le Cu-Ni-Ti ( $p=0,006$ ) ainsi qu'entre l'acier inoxydable et le Cu-Ni-Ti ( $p=0,001$ ); il en est de même entre l'acier inoxydable et le NiTi Neo-Sentalloy ( $p=0,01$ ). On n'observe pas de différence statistiquement significative entre le NiTi IONGUARD et l'acier inoxydable, ni entre le Cu-Ni-Ti et le NiTi Neo-Sentalloy. En valeurs absolues, l'acier inoxydable est celui qui libère le moins de nickel; il est suivi, en ordre croissant de libération, par le NiTi IONGUARD, le NiTi Neo-Sentalloy et le Cu-Ni-Ti. Parmi ces quatre fils, on peut dire que l'acier inoxydable est aussi biocompatible que le NiTi Ionguard (Figure 5.3).

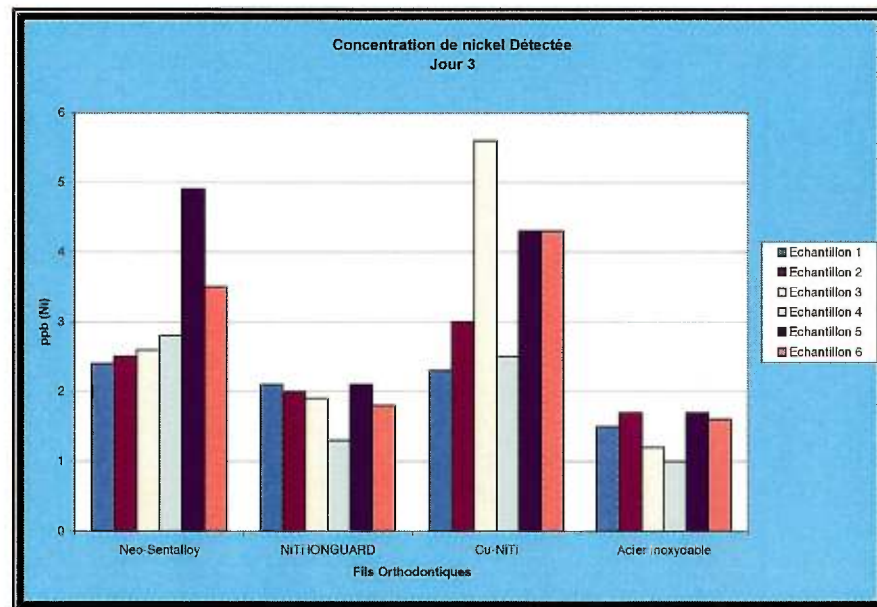


Figure 5.3 : Histogramme de la concentration de nickel détectée par absorption atomique au jour 3. Résultats de chacun des six échantillons pour les quatre groupes de fils testés.

### 3<sup>ème</sup> TEMPS: jour 7

Au jour 7, on dénote encore la présence d'une interaction entre les groupes ( $F [3,20] = 17,41; p < 0,001$ ). Les valeurs de l'analyse de Tukey montrent qu'il n'y a aucune différence statistiquement significative entre le nickel-titane IONGUARD et l'acier inoxydable ( $p=0,45$ ), ni entre le nickel-titane Neo-Sentalloy et le Cu-Ni-Ti ( $p=0,90$ ). Par contre, l'acier inoxydable est statistiquement supérieur au Cu-Ni-Ti ( $p < 0,001$ ) et au nickel-titane Neo-Sentalloy ( $p < 0,001$ ). Par contre, le nickel-titane IONGUARD montre des résultats statistiquement supérieurs en biocompatibilité par rapport au Cu-Ni-Ti ( $p = 0,001$ ) et au nickel-titane Neo-Sentalloy ( $p=0,005$ ). (Figure 5.4).

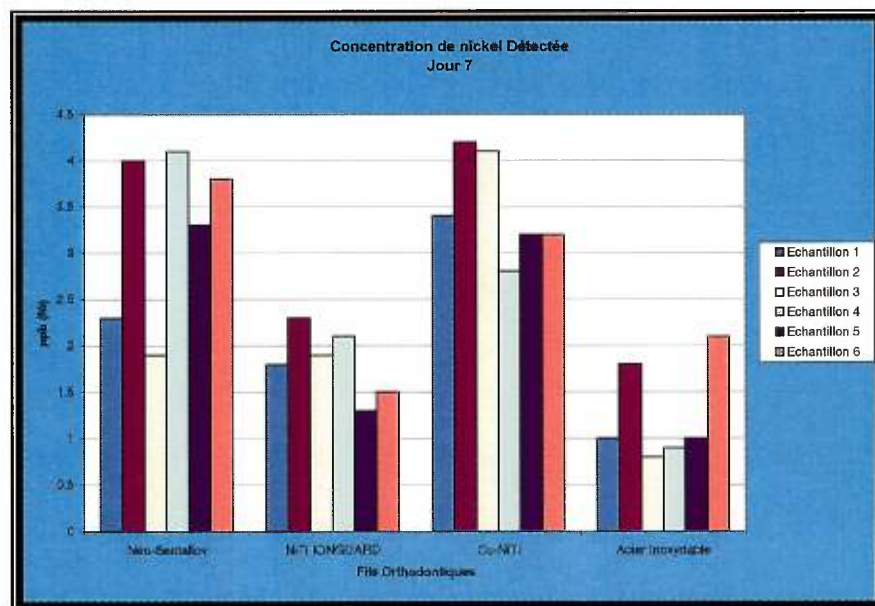


Figure 5.4: Histogramme de la concentration de nickel détectée par absorption atomique au jour 7. Résultats de chacun des six échantillons pour les quatre groupes de fils testés.

#### 4<sup>ème</sup> TEMPS: jour 14

Au jour 14, on est encore en présence d'une interaction entre les groupes ( $F [3,20] = 7,90; p = 0,001$ ). Les valeurs démontrent pour la première fois qu'il n'existe aucune différence statistiquement significative entre le nickel-titane IONGUARD et les deux autres fils à base de nickel-titane (Cu-Ni-Ti et nickel-titane Neo-Sentalloy). L'acier inoxydable libère statistiquement moins de nickel, entre la septième journée et la quatorzième, que le nickel-titane IONGUARD ( $p=0,005$ ), le Cu-Ni-Ti ( $p<0,03$ ) et le nickel-titane Neo-Sentalloy ( $p=0,001$ ). Notons qu'il s'agit de la première fois où les résultats démontrent une différence statistiquement significative entre le nickel-titane IONGUARD et l'acier inoxydable depuis les résultats du jour 1 (Figure 5.5).

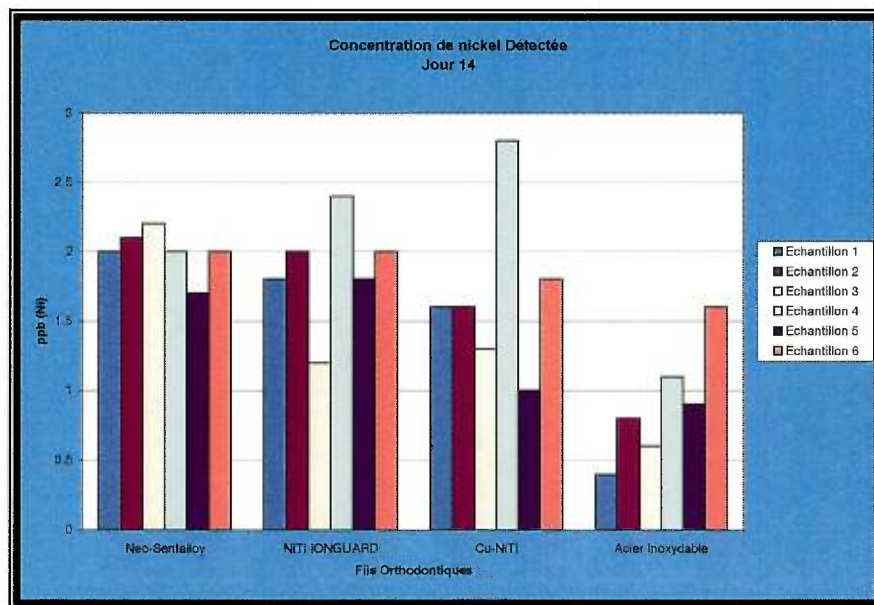


Figure 5.5 : Histogramme de la concentration de nickel détectée par absorption atomique au jour 14. Résultats de chacun des six échantillons pour les quatre groupes de fils testés.

### 5<sup>ème</sup> TEMPS: jour 21

Au jour 21, les analyses démontrent essentiellement les mêmes résultats qu'au jour 14 avec la présence évidente d'une interaction entre les groupes ( $F [3,20] = 11,48$ ). On n'observe également aucune différence statistiquement significative entre le nickel-titane IONGUARD et les deux autres fils à base de nickel-titane (Cu-Ni-Ti et nickel-titane Sentalloy). L'acier inoxydable se distingue, encore une fois, en libérant une quantité de nickel statistiquement inférieure aux trois autres types de fils: le nickel-titane IONGUARD ( $p=0,002$ ), le Cu-Ni-Ti ( $p=0,001$ ), le nickel-titane Sentalloy ( $p<0,001$ ). Il demeure intéressant de voir que les analyses statistiques aux jours 14 et 21 donnent les mêmes résultats (Figure 5.6).

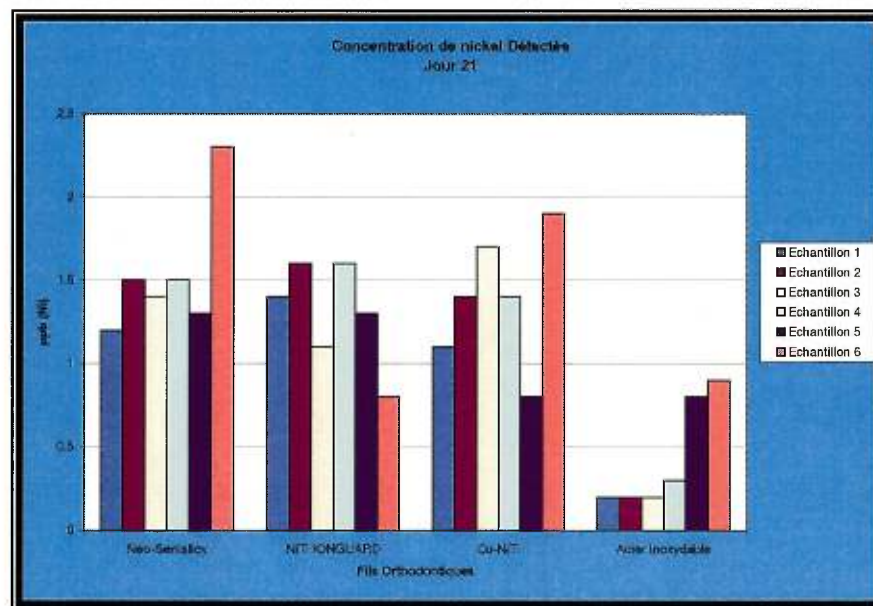


Figure 5.6 : Histogramme de la concentration de nickel détectée par absorption atomique au jour 21.

Résultats de chacun des six échantillons pour les quatre groupes de fils testés.

Les analyses statistiques nous permettent de rejeter l'hypothèse nulle et de conclure qu'il existe une différence statistiquement significative dans le relargage de nickel entre les différents groupes de fils à divers temps.



CHAPITRE 6  
D I S C U S S I O N   D E S  
R É S U L T A T S

## 6. DISCUSSION DES RÉSULTATS

Il a été démontré que l'utilisation des fils orthodontiques en nickel-titane optimise les phases préliminaires d'alignement et de nivellement dentaires en thérapeutique orthodontique. Les propriétés de superélasticité et de thermoélasticité de ces fils facilitent leur insertion dans la quasi-totalité des boîtiers, peu importe la sévérité de la malocclusion. La mémoire de forme, troisième propriété inhérente à ces fils, permet un alignement dentaire presque parfait sans pour autant exiger trop du précieux temps clinique de l'orthodontiste. Étant capables de délivrer des forces physiologiques légères et constantes, ces fils en nickel-titane sont en train de devenir l'un des plus importants outils de tout traitement orthodontique.

Cet alliage de nickel et de titane suscite encore beaucoup de questions et de controverses, particulièrement face à sa biocompatibilité et à sa sécurité d'emploi dans un contexte médical. Même si plusieurs auteurs attestent que cet alliage est biocompatible, cette opinion ne semble pas être partagée par tous. Le nickel, qui demeure encore aujourd'hui l'élément responsable du plus grand nombre de cas d'allergies de contact, peut composer jusqu'à 54% des alliages nickel-titane. N'oublions pas que, par ses propriétés ioniques, thermiques, microbiologiques et enzymatiques, le milieu buccal est idéal pour entraîner une corrosion des fils orthodontiques. Quoique beaucoup moins fréquents que les cas d'allergies corporelles reliés au nickel (Greppi, Smith et Woodside, 1989), quelques cas cliniques d'allergies aux fils orthodontiques en nickel-titane sont rapportés dans la littérature (Dunlap, Vincent, et Barker, 1989 ; Al-Waheidi, 1995).

Chen, Wen et Zhang (1998) décrivent que toute évaluation de la biocompatibilité d'un matériau comporte trois phases : (1) expériences *in-vitro*, (2) évaluations *in-vivo* de la réaction locale des tissus et (3) évaluations *in-vivo* des effets systémiques. Notre étude, inspirée par celles de Park et Shearer (1983), Tai et al. (1992), et Barrett, Bishara et Quinn (1993), voulait évaluer, *in-vitro*, le relargage de nickel à partir de différents types de fils orthodontiques employés couramment en pratique orthodontique. Le titane, quoique présent en grande quantité dans ces fils, est accepté unanimement comme biocompatible grâce à la présence de sa couche superficielle amorphe de  $TiO_2$ .

Villiermaux soulignait, en 1997, l'importance d'entreprendre toute expérience en simulant le plus possible les conditions *in-vivo*; notre étude a donc, pour cette raison, repris la recette de la salive artificielle décrite par Barrett, Bishara et Quinn (1993). Même s'il est impossible de reproduire parfaitement la situation *in-vivo* (changements continuels de température, friction entre les fils et les boîtiers pouvant engendrer une libération de nickel accentuée), notre but était de contrôler au maximum tout facteur externe (contamination) et de quantifier le montant de nickel libéré pour chacun des fils. Le protocole a été rectifié plusieurs fois afin d'éliminer les sources de contamination par le nickel et de s'assurer de la validité des résultats obtenus.

Cette étude comportait plusieurs volets; nous voulions cependant, à la base, comparer la biocompatibilité de quatre fils orthodontiques différents quantifiée par la libération des ions nickel. Dans notre échantillonnage nous avons un fil en acier inoxydable et trois types de fils en alliages de nickel et de titane. Nous voulions vérifier l'hypothèse selon laquelle une implantation ionique d'azote permettrait de sceller la surface de l'alliage et, par le fait même, de réduire le passage du nickel dans la salive. Le fil en acier inoxydable fut inclus dans

l'étude puisque déjà considéré comme biocompatible (Assad et al., 1998). Comme adjuvant à cette étude on a analysé, via analyses XPS, les liens moléculaires présents en surface avant et après immersion dans la salive; on a également, grâce à des images AFM et SEM, observé la topographie microscopique superficielle des divers fils; on a finalement tenté une implantation ionique sur des fils en nickel-titane en imitant la technique pratiquée par le manufacturier de certains de ces fils, GAC International.

Par souci de précision, on a analysé nos échantillons de salive par spectrophotométrie à absorption atomique à l'aide d'un four en graphite. Les résultats démontrent que, pour chacun des fils, la quantité maximale de nickel relargué survient dans les premières 24 heures d'immersion. Par la suite, les fils continuent à libérer quotidiennement du nickel, mais ce en quantités statistiquement inférieures à celles observées lors des premières vingt-quatre heures. Ceci n'est en accord ni avec les résultats de Park et Shearer (1983), qui ont trouvé que le taux de relargage maximal du nickel se trouve au jour six, ni avec ceux de Barrett, Bishara et Quinn (1993), qui rapportent un plateau dans le relargage du nickel au jour sept. Cette différence entre ces études et la nôtre vient du prélèvement et de l'analyse de la salive que nous avons décidé de faire au jour trois de l'expérience. Les autres auteurs présument, n'ayant pris aucune mesure entre les jours 1 et 7, que les fils continuent à libérer des quantités importantes de nickel après 24 heures, et ce pendant une période d'une semaine. Par contre, nos résultats démontrent très clairement, pour chacun des quatre fils, que le nickel est libéré en quantité significativement plus grande dans les premières 24 heures.

Nos résultats en absorption atomique démontrent que, parmi les quatre types de fils étudiés, l'acier inoxydable a une biocompatibilité statistiquement

supérieure, au jour 1, à celle des trois autres fils. Il est suivi, en ordre décroissant, par le NiTi IONGUARD, par le NiTi Neo-Sentalloy et, finalement, par le Cu-Ni-Ti. Il est intéressant de noter qu'entre le jour 1 et le jour 3 chacun des trois fils en NiTi a relargué environ le tiers du nickel détecté au jour 1, tandis que l'acier inoxydable continue à libérer statistiquement la même quantité de nickel. À ce stade il n'existe aucune différence statistiquement significative, en terme de quantité de nickel détecté, entre l'acier inoxydable et le NiTi IONGUARD; il en est de même entre le Cu-Ni-Ti et le NiTi Neo-Sentalloy. Entre les jours 3 et 7, les résultats demeurent sensiblement les mêmes : l'acier inoxydable et le NiTi IONGUARD libèrent statistiquement moins de nickel que les deux autres fils.

On note de plus grands changements aux jours 14 et 21: il n'y a plus aucune différence entre les trois types de fils en nickel-titane pour ces deux instants précis, tandis que l'acier inoxydable continue à relarguer une quantité statistiquement inférieure de nickel, démontrant encore une fois une biocompatibilité supérieure.

En résumé, l'acier inoxydable a indéniablement prouvé sa supériorité en terme de relargage ionique du nickel; le traitement par implantation ionique a servi à nettement améliorer les propriétés de résistance à la corrosion de l'alliage en nickel-titane (dissolution de nickel). Grâce à ce traitement, le NiTi IONGUARD libère seulement trois fois plus de nickel que l'acier inoxydable au jour 1 (comparativement à un facteur de 6 à 8 pour les autres fils) et, par la suite, devient aussi biocompatible que l'acier inoxydable. Au jour 21, même si l'acier inoxydable libère statistiquement moins de nickel (0,433 ppb) que les trois autres fils, la différence demeure sans importance du point de vue clinique.

Il est important de constater que l'étude de Park et Shearer (1983) n'est pas du tout représentative du milieu oral car ces chercheurs ont, lors de leurs expériences, employé une solution à 0,05% de NaCl plutôt qu'une solution de salive artificielle. Nos résultats ne peuvent donc être comparés à ceux de cette étude puisque la dissemblance entre les propriétés ioniques de ces deux solutions peut mener à des résultats discordants. Ces auteurs ont conclu que le nickel se libère, sous sa forme soluble  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ , à raison d'une moyenne de 40  $\mu\text{g}$  par jour (pour 28 boîtiers orthodontiques et deux fils en acier inoxydable); ceci représente environ le dixième de la quantité venant de l'alimentation (300 à 500  $\mu\text{g}$  par jour). Ils concluent donc que la dose quotidienne de nickel libérée par les appareillages orthodontiques n'est pas d'une importance clinique significative.

Barrett, Bishara et Quinn, en 1993, n'ont pas trouvé de différence en relargage de nickel chez les deux groupes étudiés: l'un porteur de fils en acier inoxydable, l'autre de fils en nickel-titane. Dans leur étude, ils ont testé des appareillages orthodontiques complets comportant des attaches en acier inoxydable (boîtiers et bagues) et des fils (un groupe avec des fils en acier inoxydable et l'autre avec des fils en nickel-titane). La corrosion, venant des boîtiers et des soudures faites au niveau des bagues, amenait une libération importante de nickel (plusieurs milliers de ppb); le petit différentiel entre les deux types de fils, qui peut être de l'ordre de quelques dizaines de ppb, devient alors négligeable. Ces auteurs trouvent une libération moyenne de nickel de 26,1  $\mu\text{g}$  par jour pour un appareillage orthodontique complet aux deux arcades, soit le dixième de la quantité ingérée quotidiennement via l'alimentation. Une certaine corrosion, qui viendrait des joints de soudure, a été détectée par cette équipe ainsi que par Park et Shearer, en 1983; elle se présentait sous forme de

précipités insolubles donnant des traces à apparence de rouille dans leurs solutions.

À date, hormis l'étude de 1999 par Jia et son équipe, aucune autre recherche ne parle du relargage de nickel à partir de différents types de fils orthodontiques en NiTi. Cette dernière étude et la nôtre se concentrent uniquement sur les fils en faisant abstraction des boîtiers orthodontiques. L'un des buts principaux de ces deux recherches était de vérifier l'hypothèse selon laquelle l'implantation ionique améliore la biocompatibilité des alliages en nickel-titane. Dans les deux cas, les résultats sont facilement comparables en employant la formule décrite par Chen, Wen et Zhang en 1998; celle-ci permet de convertir nos résultats de ppb en  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ . L'étude de Jia et co-chercheurs comporte plusieurs erreurs dont nous leur avons fait part :

- Ils rapportent que la surface du fil exposé à la salive était de 17,5  $\text{mm}^2$  quand, en réalité, il s'agissait de 175  $\text{mm}^2$ .
- Nos calculs indiquent que la quantité de salive qu'ils ont employée (22,5 ml) est vraiment exagérée. Ceci pourrait diluer le nickel qui serait alors plus difficile à détecter.
- Leurs résultats (après 24 heures) ne démontrent pas de différences statistiquement significatives entre le NiTi IONGUARD (1,7 ppb), l'acier inoxydable (1,4 ppb) et le témoin de salive (1,1 ppb). Ceci n'est pas logique et pourrait être dû: (1) à la quantité exagérée de salive employée, (2) à une contamination de la salive par du nickel, (3) à un spectrophotomètre à absorption atomique dont le seuil de détection est faible .

En comparant les résultats de nos études (24 heures) on trouve que, contrairement à l'équipe de Jia, nos résultats sont tous statistiquement différents les uns des autres (Tableau XVI) :

<i>GROUPE</i>	Quantité de nickel détectée (24 heures)	
	<i>Notre étude</i>	<i>Jia et al. (1999)</i>
Neo-Sentalloy (NiTi)	0.0273 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	0.031 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Neo-Sentalloy IONGUARD (NiTi)	0.0128 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	0.022 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Acier Inoxydable (ss)	0.0040 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	0.018 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$
Témoin (Salive)	0.7 ppb ( $\mu\text{g}/\text{l}$ )	1.1 ppb ( $\mu\text{g}/\text{l}$ )

Tableau XVI : Comparaison des résultats de relargage avec ceux de l'étude de Jia et al. (1999)

Même après 21 jours chacun de nos échantillons présente statistiquement moins de nickel que notre groupe contrôle; cette situation vient du protocole expérimental élaboré et structuré pour éliminer toute contamination.

Même si nos résultats et ceux d'autres études in-vitro montrent une libération de nickel de beaucoup inférieure à la dose ingérée dans l'alimentation, il est important de comprendre que le relargage de cet élément dans des conditions in-vivo peut être accentué par le frottement des fils à l'intérieur des boîtiers (création d'égratignures sur les fils) et par la corrosion électrochimique. Toute lacération des tissus intra-oraux peut entraîner un passage d'ions nickel dans la circulation sanguine et induire alors une hypersensibilité à cet élément.



Les résultats fort intéressants donnés par les fils NiTi IONGUARD sont attribués à l'implantation ionique superficielle d'azote qu'ils ont subie. Ce procédé athermique introduit des ions azote sur une profondeur de 0,1 à 0,2  $\mu\text{m}$ ; ceci permet de maintenir les propriétés mécaniques des fils tout en améliorant leurs propriétés superficielles. On peut ainsi réduire la friction, augmenter la dureté et diminuer la libération de nickel. La diminution du taux de corrosion s'explique par la formation d'une couche externe amorphe qui diminue le potentiel électrique de l'alliage et inhibe les réactions cathodiques superficielles (Jia et al., 1999). De tous les traitements proposés pour sceller ou améliorer la surface des alliages en nickel-titane (électropolissage, couche de PPTFE, revêtement de biocéramique, etc...), celui qui nous semble le plus utile, orthodontiquement parlant, est l'implantation ionique.

Les résultats obtenus par XPS (voir en Annexe III) viennent confirmer les études antérieures. En nous fiant aux écrits de 1996 de Shabalovskaya, nous pouvons dire que la surface de nos trois fils en nickel-titane se compose majoritairement de contaminants organiques comme le carbone et l'oxygène (valeur combinée pouvant varier entre 65 et 96%). Avant les tests dans la salive et avant la gravure à l'argon, le nickel était presque indétectible en surface (concentration superficielle dont la valeur variait entre 0 à 0,4 %; de 0,4 à 0,8% selon Shabalovskaya) et la concentration en titane variait entre 1,5 et 7,8%. La gravure à l'argon a pour but de nettoyer la surface de l'alliage, permettant ainsi de mieux détecter les éléments nickel et titane qui nous intéressent. Nos résultats démontrent un ratio O/Ti d'environ 2 pour les fils en NiTi; ceci vient corroborer les résultats publiés en 2000 par Thierry et coéquipiers: la couche superficielle d'oxyde présente une stoechiométrie de type  $\text{TiO}_2$ . La détection de l'élément cuivre, lors de nos analyses, est due à une

contamination provenant du porte-échantillon; elle n'indique pas une présence de cet élément dans les fils, exception faite du fil Cu-Ni-Ti.

Après les tests par immersion dans la salive, les résultats de Shabalovskaya (1996) et les nôtres confirment qu'il y a enrichissement de la surface en oxygène et en titane suivi de la formation d'un complexe amorphe:  $TiO_2$ . Cette couche superficielle passive et chimiquement stable d'oxyde de titane est très importante pour la biocompatibilité du biomatériau: elle vient empêcher la dissolution du nickel (Trigwell et Selvaduray, 1997; Ryhänen et al., 1997; Trépanier et al., 1998; Assad et al., 1999; Thierry et al., 2000). Edie, Andreasen et Zaytoun (1981) avancent l'hypothèse selon laquelle les surfaces rugueuses tendent à s'enrichir en oxygène plus que les surfaces lisses; il y a alors formation d'une couche de  $TiO_2$  plus importante. Ce fait est démontré par nos analyses XPS avant gravure à l'argon : le fil Cu-Ni-Ti, dont la surface semble être la plus rugueuse, présente une oxydation complète du titane; le NiTi Neo-Sentalloy, de rugosité intermédiaire, montre une oxydation de son titane à 90% alors que le NiTi IONGUARD, le plus lisse des trois fils, atteint une valeur de seulement 85%. De plus, lorsqu'on compare le pourcentage en oxygène superficiel de chacun de nos fils avant et après immersion, on constate qu'il augmente par un facteur de trois pour le Cu-Ni-Ti, de 2,1 pour le NiTi Neo-Sentalloy et de 1,4 pour le NiTi IONGUARD.

Comme Shabalovskaya le spécifie encore, on observe, après immersion dans la salive, une diminution de la concentration en carbone et en nickel avec disparition complète de l'oxyde de nickel de formule chimique  $Ni_2O_3$ . On constate donc que le nickel se libère lorsqu'il se trouve sous sa forme oxydée  $Ni_2O_3$  et que le composé NiO est insoluble dans l'eau. Contrairement à l'oxyde de titane, l'oxyde de nickel est instable et peut subir une dissolution

chimique dans un environnement semi-physiologique (Ryhänen et al., 1997; Assad et al., 1999). On peut donc dire que la solubilité du nickel superficiel dépend de son état d'oxydation: dans le NiO il se trouve sous forme de  $\text{Ni}^{2+}$ , et dans le  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  sous forme de  $\text{Ni}^{3+}$ . La présence de calcium et de phosphore sur nos fils, après immersion, est une observation rapportée également par Assad et co-chercheurs en 1999; ceci provient de l'environnement semi-physiologique. La formation d'une couche superficielle composée de ces deux éléments peut donc contribuer à l'inhibition de la dissolution du nickel. Sa présence ne doit pas être négligée.

On note des liaisons  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  plus nombreuses dans le NiTi Neo-Sentalloy que dans le NiTi IONGUARD, ce qui explique une libération de nickel plus imposante pour le premier des deux matériaux. Par contre, les pourcentages de NiO et  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  sont presque identiques pour les fils NiTi IONGUARD et Cu-Ni-Ti; il y a donc d'autres facteurs qui affectent la libération de nickel, tels les nouveaux liens moléculaires formés lors de l'implantation à l'azote.

L'interprétation des spectres à haute résolution a apporté quelques problèmes lorsqu'il fut question de savoir à quel complexe attribuer certains liens chimiques. La difficulté est survenue lorsqu'on a voulu confirmer la présence du lien TiN sur les fils NiTi IONGUARD (après nettoyage à l'argon). Le pic du spectre Ti 2p, à 455,5 eV, fut observé sur les trois fils et attribué au complexe TiO. Par contre, Popoola et co-chercheurs, en 1989, attribuent les pics observés à 455,2 et 455,9 eV au complexe de nitrure de titane (TiN); en 1994 l'équipe dont Endo faisait partie, après avoir analysé des alliages en nickel-titane, attribue les trois pics détectés sur le spectre Ti 2p à la présence de trois complexes distincts de titane: (1) 455,3 eV = TiN, (2) 456,8 eV =  $\text{TiN}_x$  ( $x > 1$ ) et (3) 458,5 eV =  $\text{TiO}_2$ . Trépanier et al. (1998) classifient les spectres Ti

2p comme suit: (1) 454,1 eV = Ti métallique, (2) 456,4 eV =  $Ti_2O_3$  et (3) 458,8 eV =  $TiO_2$ . On ne pouvait confirmer la présence du complexe TiN par la détection du pic pour les trois fils, surtout que deux d'entre eux n'étaient même pas implantés à l'azote. En analysant les spectres XPS pour le N 1s, on détecte trois pics distincts. Le premier pic (397,7 eV) a été attribué au lien  $(NH_2)C=O(NH_2)$ , le deuxième (398,9 eV) au  $NH_2$  et le troisième (400,5 eV) au  $N_2$  adsorbé. Popoola et coéquipiers (1989) détectent un pic à 397,1 eV qu'ils attribuent au complexe TiN; Endo et ses collègues (1994) classifient le pic majeur, 397,1 eV, au complexe TiN. Ces derniers détectent aussi trois autres pics mineurs : 398,6 eV =  $NH_3$ , 400,1 eV =  $N_2$  adsorbé et 401,8 eV = NO.

Ne pouvoir définitivement attribuer un pic au complexe TiN peut être dû au fait que ces fils ont subi une gravure à l'argon. On peut avancer l'hypothèse que cette dernière, d'une profondeur de 600 Å (ou 0,6 µm) a enlevé complètement la couche de TiN qui se situait en surface. Il est particulièrement intéressant de noter que l'azote est encore détectable à cette profondeur même si l'implantation doit faire pénétrer les ions azote dans les fils à une profondeur maximale de 0,1 à 0,2 µm. Nous avons tout récemment réanalysé nos fils NiTi IONGUARD (avant nettoyage à l'argon). Même si la présence d'azote en surface demeure minime (1%) on a pu effectuer des analyses à haute résolution qui ont démontrés deux pics distincts : un pic à 396,37 eV, qu'on peut attribuer au complexe TiN (53,56%), et un deuxième pic à 400,32 eV, qu'on attribue au  $N_2$  adsorbé (46,44%). Une étude ultérieure devra caractériser les fils implantés, sans gravure après immersion dans la salive, pour vérifier la présence du complexe TiN. Endo et ses coéquipiers (1994) concluent que la présence de cette couche de TiN améliore les

propriétés de résistance à la corrosion d'un alliage NiTi; il serait également intéressant d'évaluer le relargage du nickel à partir de fils implantés (NiTi IONGUARD) ayant subi une gravure à l'argon. Le complexe TiN semblant avoir été nettoyé, est-ce que ce fil serait plus propice à la dissolution du nickel que son équivalent sans gravure à l'argon, ou est-ce que la présence d'autres liens chimiques avec l'azote contribuerait à sceller sa surface ?

Les images obtenues par AFM et par SEM ne sont pas, par elles-mêmes, concluantes; d'autres analyses seront nécessaires pour voir si une corrélation existe entre le relargage du nickel et la rugosité superficielle. Les écrits d'Abiko et co-chercheurs, en 1996, de Chen, Wen et Zhang, en 1998, spécifient qu'une surface rugueuse tend à libérer plus d'ions; cette affirmation est corroborée par Trépanier et co-chercheurs (1998) qui rapportent qu'une amélioration dans la résistance à la corrosion peut être due à l'un des deux facteurs suivants : (1) une amélioration dans l'uniformité microscopique superficielle ou (2) la formation d'une couche amorphe superficielle d'oxydes. Contrairement aux résultats de ces auteurs, ceux de Trigwell et Selvaduray, en 1997, démontrent que les surfaces les plus lisses (examinées par AFM) étaient plus sujettes à la corrosion (notons que ces auteurs ont été très surpris de ces résultats).

Nos analyses AFM et SEM démontrent que les surfaces les plus lisses libèrent moins de nickel (acier inoxydable et NiTi IONGUARD) que les surfaces plus rugueuses (Cu-Ni-Ti).

L'implantation ionique d'azote faite à l'Université de Montréal ne fut pas un succès. Les fils étaient complètement carbonisés et ils avaient perdu toutes leurs propriétés mécaniques. L'explication fournie par le Dr Roorda fut la

suivante : le système d'injection sert normalement à injecter des ions dans le "tandem", qui ne peut accepter que des courants ioniques ne dépassant pas quelques microampères. L'injecteur n'est pas conçu pour des courants forts. Les implantations requises pour notre étude nécessitaient des doses très élevées; à faible courant, elles auraient été de longue durée. De longues implantations ne posent pas de réels problèmes mais il faut que le vide soit excellent: de l'ordre de  $1 \times 10^{-8}$  mbar. Dans notre injecteur le vide se situe entre  $1 \times 10^{-5}$  et  $1 \times 10^{-6}$  mbar. Ce n'est nullement problématique pour de courtes implantations mais, si elles doivent être longues, nous risquons d'accumuler, en surface, non seulement des ions implantés, mais encore des résidus d'huile de pompage qui, eux, contiennent du carbone. La rétention de l'azote implanté est un autre problème à résoudre. L'azote est un gaz et il est possible qu'une bonne proportion des atomes implantés migrent vers l'extérieur avant de réagir chimiquement avec les atomes de la cible. Les solutions sont les suivantes : (1) modifier l'injecteur pour augmenter les courants ioniques (le département de physique nucléaire est actuellement en train de développer une nouvelle lentille), (2) effectuer un meilleur vide en créant une pompe plus performante. Ces solutions, quoique possibles, nécessitent beaucoup de temps, de mains-d'œuvre, d'expérience technique et de subventions. Il était impossible de réaliser cette portion du projet en seulement trois ans; nous demeurons cependant en contact avec le département du Dr Roorda pour des collaborations potentielles futures.

Les résultats de notre étude démontrent qu'il y a effectivement un relargage de nickel non négligeable à partir des fils orthodontiques, surtout pour les fils à base de nickel-titane. Le procédé d'implantation ionique à l'azote, effectué par la compagnie GAC, permet de réduire de beaucoup la quantité de nickel libéré dans les premiers jours; leurs fils deviennent donc plus biocompatibles que

ceux de leurs concurrents. L'amélioration de la biocompatibilité de ces fils sera attribuée au complexe TiN.

Même si l'hypersensibilité au nickel est très répandue (de 1% chez l'homme à 20% chez la femme), le nombre de cas d'allergies décrits dans la littérature suite à l'emploi de fils orthodontiques est très limité; ceci est probablement dû à une résistance des tissus de la muqueuse orale. Même si la dose quotidienne de nickel venant de l'alimentation dépasse de beaucoup celle provenant de la corrosion des fils, le praticien consciencieux doit être au courant des risques potentiels dus à cet élément. Un questionnaire médical complet déterminera lors de la consultation, si le patient présente une hypersensibilité au nickel; en présence de toute réaction allergique, un test de détection par timbres devra être demandé. Si le patient présente des réactions allergiques aux fils en nickel-titane et non aux fils en acier inoxydable, comme souvent rapporté dans la littérature, l'orthodontiste devra employer soit un fil NiTi IONGUARD, soit un autre genre de fil en nickel-titane qu'il aura fait tremper dans une solution de salive artificielle de 14 à 21 jours. Tout en permettant la formation de la couche superficielle protectrice de  $TiO_2$ , ce geste aura permis au fil de libérer un fort pourcentage du nickel superficiel. Le fil deviendra alors aussi biocompatible que l'acier inoxydable. Une autre option serait que les fabricants de ces fils nous facilitent la tâche en laissant tremper ces fils dans de la salive artificielle avant leur mise en marché.

À date, peu d'études ont évalué la biocompatibilité des fils orthodontiques, et l'apparition des fils implantés offre un nouveau choix à l'orthodontiste lorsqu'il se trouve face à un patient qui montre une réaction allergique aux fils

traditionnels en nickel-titane. D'autres études devront être entreprises pour caractériser plus précisément la surface de ces fils et déterminer si un lien existe entre la topographie superficielle et le relargage de nickel. Après immersion dans la salive artificielle, on devra évaluer ces fils par SEM et par AFM pour voir les changements engendrés en surface.



## CHAPITRE 7

## C O N C L U S I O N S

## 7. CONCLUSIONS

1. Encore aujourd'hui, les implications biologiques des alliages orthodontiques en nickel-titane ne sont pas prises en considération par les orthodontistes.
2. L'hypersensibilité au nickel demeure, encore et toujours, plus importante chez la femme (9 à 20%) que chez l'homme (1 à 9%).
3. Les fils orthodontiques libèrent continuellement une quantité d'ions nickel qui est facilement quantifiable.
4. Après 24 heures d'immersion dans la salive artificielle, les analyses de spectrophotométrie par absorption atomique démontrent que l'acier inoxydable libère statistiquement moins de nickel (1,533 ppb) que les trois fils en nickel-titane. Le NiTi IONGUARD, qui a libéré 4,933 ppb de nickel, est statistiquement supérieur, niveau biocompatibilité, au NiTi Neo-Sentalloy (10,550 ppb), lui-même statistiquement supérieur au Cu-Ni-Ti (13,250 ppb).
5. Le relargage de nickel atteint son maximum après 24 heures pour chacun des fils. Par la suite les fils continuent à relarguer des ions de nickel, mais à des taux quotidiens nettement inférieurs.
6. L'analyse des résultats, après trois et sept jours, permet de constater qu'il n'y a plus aucune différence, en terme de nickel détecté, entre l'acier inoxydable et le NiTi IONGUARD. Ces deux fils sont aussi biocompatibles l'un que l'autre et statistiquement supérieurs au Cu-Ni-Ti et au NiTi Neo-Sentalloy, qui subissent donc plus de corrosion et donnent plus de libération de nickel.
7. À quatorze et à vingt-et-un jours, les trois fils en nickel-titane libèrent des valeurs de nickel qui approchent celles détectées au jour 1 pour le fil

en acier inoxydable. Ce dernier demeure toujours statistiquement supérieur, en terme de biocompatibilité, aux trois autres fils; cependant, l'analyse des valeurs numériques ne montre pas un grand écart.

8. Parmi tous les alliages, à des temps similaires, il n'existait pas de grande variabilité intra-groupe pour chacun des échantillons.
9. L'analyse des résultats en XPS démontre qu'avant immersion dans la salive la surface était constituée majoritairement de carbone et d'oxygène. Il fallait procéder à une gravure à l'argon pour détecter les éléments clés. Le nickel composait de 3 à 9% de la surface et le titane pouvait varier entre 11 et 22%. La présence d'un pourcentage élevé de silicium (4 à 6%) demeure inexplicable.
10. L'azote détecté en surface des fils NiTi IONGUARD (avant immersion et avant nettoyage à l'argon) était lié au titane à 53,56%.
11. L'analyse des résultats en XPS démontre, après immersion dans la salive, que la surface était encore constituée majoritairement de carbone et d'oxygène avec présence de plusieurs contaminants venant de la salive (potassium, chlore, phosphore, et sodium) qui ne permettent pas de bien analyser le nickel et le titane. Il fallait donc procéder à une gravure à l'argon pour détecter les éléments clés. Le pourcentage de nickel diminue considérablement (moins de 2%) et la quantité de titane augmente significativement pour les trois fils (20% de la surface) après immersion et gravure à l'argon.
12. L'immersion dans la salive sert à oxyder complètement le titane en surface des fils en nickel-titane pour former une couche amorphe de  $TiO_2$  et fait disparaître la forme oxydée du nickel ( $Ni_2O_3$ ).
13. L'acier inoxydable demeure, encore aujourd'hui, un alliage de base employé comme référence lors d'évaluations en biocompatibilité.

14. La technique d'implantation, même si compliquée, reste un procédé extrêmement précis.
15. Pour caractériser microscopiquement la surface des fils de manière précise et pour vérifier si un lien existe entre la rugosité superficielle et le relargage du nickel, il faudra procéder à des analyses SEM et AFM plus poussées. Chaque fil devra être examiné en divers endroits et évalué par plusieurs observateurs. Ces mêmes fils devront être analysés, après immersion, pour caractériser l'effet des constituants de la salive sur leurs éléments superficiels.
16. En conclusion générale, il est permis d'affirmer que tous les fils étudiés présentent des caractéristiques de biocompatibilité s'améliorant indiscutablement avec le temps. À la lumière des résultats obtenus, il est logique de conclure que l'implantation ionique est très efficace comme traitement pour améliorer la biocompatibilité des fils orthodontiques en nickel-titane sans altération des propriétés mécaniques inhérentes à ces alliages. L'implantation étant un procédé qui « scelle » la surface en pénétrant à une profondeur de 0,1 à 0,2  $\mu\text{m}$ , il permet de maintenir les dimensions initiales précises des fils. Quoiqu'il en soit, le choix des cliniciens devrait s'établir objectivement à partir du questionnaire médical du patient et des résultats obtenus lors de cette recherche. Les qualités recherchées en terme de biocompatibilité font du NiTi IONGUARD un choix logique par rapport à son équivalent, le "NiTi". À la lumière de ces résultats, l'orthodontiste, ou même le fabricant des fils en nickel-titane, pourrait laisser tremper ceux-ci dans une solution de salive artificielle pour une période de 14 à 21 jours avant utilisation chez un patient

hypersensible au nickel; ces fils deviendraient alors aussi biocompatibles que l'acier inoxydable.

## CHAPITRE 8

## B I B L I O G R A P H I E

## 8. BIBLIOGRAPHIE

ABIKO, Y., ENDO, K., SACHDEVA, R., ARAKI, Y., OHNO, H., KAKU, T. (1996). Effects of NiTi surface texture on corrosion resistance and cellular response. *J Soc Dent Prod Japan*, 9 (9) : 9-17.

AIROLDI, G., RIVA, G. (1996). Innovative materials : the NiTi alloys in orthodontics. *Biomed Mater Eng*, 6 : 299-305.

AIROLDI, G., RIVA, G., VANELLI, M., FILIPPI, V., GARATTINI, G. (1997). Oral environment temperature changes induced by cold/hot liquid intake. *Am J Orthod Dentofacial Orthop*, 112 (1) : 58-63.

AL-WAHEIDI, E.M.H. (1995). Allergic reaction to nickel orthodontic wires : A case report. *Quintessence Int*, 26 (6) : 385-387.

ANDREASEN, G.F., AMBORN, R.M. (1989). Aligning, leveling, and torque control - a pilot study. *Angle Orthod*, 59 (1) : 51-59.

ANDREASEN, G.F., MORROW, R.E. (1978). Laboratory and clinical analyses of nitinol wire. *Am J Orthod*, 73 (2) : 142-151.

ANDREASEN, G.F., WASS, K., CHAN, K.C. (1985). A review of superelastic and thermodynamic nitinol wire. *Quintessence Int*, 9 : 623-626.

ASSAD, M., LEMIEUX, N., RIVARD, C.H., YAHIA, L.H. (1999). Comparative in vitro biocompatibility of nickel-titanium, pure nickel, pure titanium, and stainless steel : genotoxicity and atomic absorption evaluation. *Biomed. Mater Eng.* 9 : 1-12.

ASSAD, M., YAHIA, L.H., RIVARD, C.H., LEMIEUX, N. (1998). In vitro biocompatibility assessment of a nickel-titanium alloy using electron microscopy in situ end-labeling (EM-ISEL). *J Biomed Mater Res.* 41 : 154-161.

BAMBAUER, R., MESTRES, P., SCHIEL, R., SCHNEIDEWIND, J.M., GOUDJINO, R., LATZA, R., INNIGER, R., BAMBAUER, S., SIOSHANSI, P. (1998). Surface treated large bore catheters with silver based coatings versus untreated catheters for extracorporeal detoxification methods. *ASAIO J.* 44 : 303-308.

BARRETT, R.D., BISHARA, S.E., QUINN, J.K. (1993). Biodegradation of orthodontic appliances. Part I. Biodegradation of nickel and chromium in vitro. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 103 (1) : 8-14.

BASS, J.K., FINE, H., CISNEROS, G.J. (1993). Nickel hypersensitivity in the orthodontic patient. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 103 (3) : 280-285.

BENCH, R.W., GUGINO, C.F., HILGERS, J.J. (1977/1978). Bioprogressive Therapy. *J Clin Orthod* 11/12.: 1-12.



BERNARD, D. (1999). Évaluation in vitro de la fatigue de fils orthodontiques de nickel-titane soumis à un test de pliage en trois points. 116p. Mémoire de Maîtrise ès Sciences, Option Orthodontie. Université de Montréal.

BISHARA, S.E., BARRETT, R.D., SELIM, M.I. (1993). Biodegradation of orthodontic appliances. Part II. Changes in the blood level of nickel. Am J Orthod Dentofac Orthop. *103* (2) : 115-119.

BISHARA, S.E., WINTERBOTTOM, J.M., SULIEMAN, A.A., RIM, K., JAKOBSEN, J.R. (1995). Comparisons of the thermodynamic properties of three nickel-titanium orthodontic archwires. Angle Orthod. *65* (2) : 117-122.

BLANCO-DALMAU, L., CARRASQUILLO-ALBERTY, H., SILVA-PARRA, J. (1984). A study of nickel allergy. J Prosthet Dent. *52* (1) : 116-119.

BOURAUUEL, C., FRIES, T., DRESCHER, D., PLIETSCH, R. (1998). Surface roughness of orthodontic wires via atomic force microscopy, laser specular reflectance, and profilometry. Eur J Orthod. *20* : 79-92.

BRADLEY, G.T., BRANTLEY, W.A., CULBERTSON, B.M. (1996). Differential scanning calorimetry (DSC) analyses of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires. Am J Orthod Dentofac Orthop. *109* (6) : 589-597.

BURSTONE, C.J. (1981). Variable-Modulus Orthodontics. Am J Orthod. *80* (1) : 1-16.

BURSTONE, C.J., BALDWIN, J.J., LAWLESS, D.T. (1961). The application of continuous forces to orthodontics. *Angle Orthod.* 31 (1) : 1-14.

BURSTONE, C.J., GOLDBERG, A.J. (1980). Beta-titanium: A new orthodontic alloy. *Am J Orthod.* 77 (2) : 121-132.

BURSTONE, C.J., QIN, B., MORTON, J.Y. (1985). Chinese NiTi wire: A new orthodontic alloy. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 87 (6) : 445-452.

CHABROL, C. (1996). Implantation Ionique. *Technique de l'ingénieur. Matériaux Métalliques. Sous la direction de Gilles Pomey. Paris. 12-1996.* M4, M1219 : 1-6.

CHEN, G., WEN, X., ZHANG, N. (1998). Corrosion resistance and ion dissolution of titanium with different surface microroughness. *Biomed. Mater Eng.* 8 : 61-74.

CLINARD, K., VON FRAUNHOFER, J.A., KUFTINEC, M.M. (1981). The corrosion susceptibility of modern orthodontic spring wires. *J Dent Res.* 60 : 628.

DAI, K., CHU, Y. (1996). Studies and applications of NiTi shape memory alloys in the medical field in China. *Biomed Mater Eng.* 6 : 233-240.

DEARNALEY, G. (1988). Ion beam processes for industry, from eV to MeV. *Ion Implantation and Plasma Assisted Processes. Edited by R.F. Hochmann, H. Solnick-Legg, and K. O. Legg. Proceedings of the Conference on Ion Implantation and Plasma Assisted Processes for Industrial Applications. Atlanta, Georgia. May 22-25 : 1-7.*

DUNLAP, C.L., VINCENT, S.K., BARKER, B.F. (1989). Allergic reaction to orthodontic wire : report of case. *J Am Dent Assoc, 118 : 449-450.*

EDIE, J.W., ANDREASEN, G.F. (1980). Surface corrosion of Nitinol and Stainless Wires. *J Dent Res, 59 : 528.*

EDIE, J.W., ANDREASEN, G.F., ZAYTOUN, M.P. (1981). Surface corrosion of Nitinol and Stainless steel under clinical conditions. *Angle Orthod, 51(4) : 319-324.*

ENDO, K. (1995). Chemical modification of metallic implant surfaces with biofunctional proteins (Part I) Molecular structure and biological activity of a modified NiTi alloy surface. *Dent Mater J, 14 (2) : 185-198.*

ENDO, K. (1995). Chemical modification of metallic implant surfaces with biofunctional proteins (Part 2) Corrosion resistance of a chemically modified NiTi alloy. *Dent Mater J, 14 (2) : 199-210.*

ENDO, K., SACHDEVA, R., ARAKI, Y., OHNO, H. (1994). Effects of titanium nitride coatings on surface and corrosion of Ni-Ti alloy. *Dent Mater J, 13(2) : 228-239.*

GIANELLY, A.A. (1969). Force-induced changes in the vascularity of the periodontal ligament. *Am J Orthod*, 55 (1) : 5-11.

GIL, F.J., SOLANO, E., CAMPOS, A., BOCCIO, F., SAEZ, I. ALFONSO, M.V., PLANELL, J.A. (1998). Improvement of the friction behaviour of NiTi orthodontic archwires by nitrogen diffusion. *Biomed Mater Eng*, 8 : 335-342.

GRABER, T., VANARSDALL, R.L. (1994). Biomechanical Principles and Reactions. *Orthodontics - Current Principles and techniques, Tome I* : 96-192.

GRABER, T., VANARSDALL, R.L. (1994). Application of Bioengineering to Clinical Orthodontics. *Orthodontics - Current Principles and techniques, Tome I* : 235-267.

GREEN, S.M., GRANT, D.M., WOOD, J.V., JOHANSON, A., JOHNSON, E., SARHOLT-KRISTENSEN, L. (1993). Effect of N<sup>+</sup> implantation on the shape-memory behaviour and corrosion resistance of an equiatomic NiTi alloy. *J Mater Sci Lett*, 12 : 618-619.

GREPPI, A.L., SMITH, D.C., WOODSIDE, D.G. (1989). Nickel Hypersensitivity reactions in orthodontic patients : A literature review. *Univ Toronto Dent J*, 3 : 11-14.

GRIMSDOTTIR, M.R., GJERDET, N.R., HENSTEN-PETTERSEN, A. (1992). Composition and in vitro corrosion of orthodontic appliances. *Am J Orthod Dentofac Orthop*, 101 (6) : 525-532.

GRIMSDOTTIR, M.R., HENSTEN-PETTERSEN, A., KULLMANN, A. (1992). Cytotoxic effect of orthodontic appliances. *Eur J Orthod*, 14 : 47-53.

HARRIS, E.F., NEWMAN, S.M., NICHOLSON, J.A. (1988). Nitinol arch wire in a simulated oral environment: Changes in mechanical properties. *Am J Orthod Dentofac Orthop*, 93 (6) : 508-513.

HUDGINS, J.J., BAGBY, MD., ERICKSON, L.C. (1989). The effect of long-term deflection on permanent deformation of Nickel-Titanium archwires. *Angle Orthod*, 60 (4) : 283-287.

HURST, C.L., DUNCANSON Jr, M.G., NANDA, R.S., ANGOLKAR, P.V. (1990). An evaluation of the shape-memory phenomenon of nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofac Orthop*, 98 (1) : 72-76.

IBE, D.M., SEGNER, D. (1998). Superelastic Materials displaying different force levels within one archwire. *J Orofac Orthop*, 59 (1) : 29-38.

JIA, W., BEATTY, M.W., REINHARDT, R.A., PETRO, T.M., COHEN, D.M., MAZE, C.R., STROM, E.A., HOFFMAN, M. (1999). Nickel release from orthodontic arch wires and cellular immune response to various nickel concentrations. *J Biomed Mater Res*, 48 : 488-495.

KAGERER, E., KÖNIGER, M.E. (1989). Ion beam sputter deposition of thin film sensors for applications in highly loaded contacts. *Thin Solid Films*, 182 : 333-344.

KAPILA, S., REICHHOLD, G.W., ANDERSON, S., WATANABE, L.G. (1991). Effects of clinical recycling on mechanical properties of nickel-titanium alloy wires. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 100 (5) : 428-435.

KAPILA, S., SACHDEVA, R. (1989). Mechanical properties and clinical applications of orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 96 (2) :100-109.

KHIER, S.E., BRANTLEY, W.A., FOURNELLE, R.A. (1991). Bending properties of superelastic and nonsuperelastic nickel-titanium orthodontic wires. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 99 (4) : 310-318.

KULA, K., PHILLIPS, C., GIBILARO, A., PROFFIT, W.R. (1998). Effect of ion implantation of TMA archwires on the rate of orthodontic sliding space closure. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 114 (5) : 577-581.

KUSY, R.P. (1981). Comparison of nickel-titanium and beta titanium wire sizes to conventional orthodontic arch wire materials. *Am J Orthod.* 79 (6) : 625-629.

KUSY, R.P. (1997). A Review of contemporary archwires : Their properties and characteristics. *Angle Orthod.* 67 (3) : 197-208.

KUSY, R.P., TOBIN, E.J., WHITLEY, J.Q., SIOSHANSI, P. (1992). Frictional coefficients of ion-implanted alumina against ion-implanted beta-titanium in the low load, low velocity, single pass regime. *Dent Mater.* 8 : 167-172.

KUSY, R.P., TOBIN, E.J., WHITLEY, J.Q., SIOSHANSI, P. (1990). Ion implantation as a means of improving the sliding of orthodontic appliances. *Presented at the « Surface Science and Technology Workshop », U. Michigan, November 7.*

KUSY, R.P., WILSON, T.W. (1990). Dynamic mechanical properties of straight titanium alloy arch wires. *Dent Mater*, 6 : 228-236.

LEE, D-H., PARK, B., SAXENA, A., SERENE, T.P. (1996). Enhanced surface hardness by boron implantation in Nitinol alloy. *J Endodont*, 22 (10) : 543-546.

LENZA, M.A., MOORE, R.N., COHEN, D.M., HOFFMAN, M. (1993). Nickel sensitivity to orthodontic archwires. *J Dent Res*, 72 : 368.

LOMBARDI, S., YAHIA, L.H., KLEMBERG-SAPIEHA, J.E., PIRON, D.L., SELMANI, A., RIVARD, C.H., DROUIN, G. (1994). Improvement in corrosion resistance of NiTi shape memory alloy by plasma surface modification. *Proceedings of the first international conference on shape memory and superelastic technologies, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA.*

MAGNUSSON, B., BERGMAN, M., BERGMAN, B., SOREMARK, R. (1982). Nickel allergy and nickel-containing dental alloys. *Scand J Dent Res*, 90 : 163-167.

MALACZYNSKI, G.W., HAMDI, A.H., ELMOURSI, A.A., QIU, X. (1997). Ion implantation and diamond-like coatings of aluminum alloys. *J Mater Eng Perf.* 6 (2) : 223-239.

MAREK, M., TREHARNE, R.W. (1982). An in vitro study of the release of nickel from two surgical implant alloys. *Clin Orthop Relat Res.* 167 : 291-295.

MIURA, F., MOGI, M., OHURA, Y., HAMANAKA, H. (1986). The super-elastic property of the Japanese NiTi alloy wire for use in orthodontics. *Am J Orthod Dentofac Orthop.* 90 (1) :1-10.

MIURA, F., MOGI, M., OKAMOTO, Y. (1990). New application of superelastic NiTi rectangular wire. *J Clin Orthod.* 24 (9) : 544-548.

MOINE, P., POPOOLA, O., VILLAIN, J.P. (1986). Wear behaviour of N<sup>+</sup> implanted NiTi alloys. *Scrip Metal.* 20 (3) : 305-310.

MULLINS, W.S., BAGBY, M.D., NORMAN, T.L. (1996). Mechanical behavior of thermo-responsive orthodontic archwires. *Dent Mater.* 12 : 308-314.

PARK, H., SHEARER, T.R. (1983). In vitro release of nickel and chromium from simulated orthodontic appliances. *Am J Orthod.* 84 (2) : 156-159.

POPOOLA, O., DENANOT, M.F., MOINE, P., VILLAIN, J.P., CAHOREAU, M., CAISSO, J. (1989). Microstructural and analytical characterization of TiN<sub>x</sub> precipitation in N<sup>+</sup> implanted equiatomic NiTi alloys. *Acta Metall.* 37 (3) : 867-876.



PROFFIT, W.R. (1993). The biologic basis of orthodontic therapy. *Contemporary orthodontics* : 266-288.

PROFFIT, W.R. (1993). The biologic basis of orthodontic therapy. *Contemporary orthodontics* : 289-315.

PROFFIT, W.R. (1993). Contemporary Fixed Appliances. *Contemporary orthodontics* : 342-373.

RIVIÈRE, J.P. (1992). Surface modification by ion implantation and ion beam mixing. *Nucl Instrum Methods Phys Res Sect B. 68* (II) : 361-368.

RONDELLI, G., VICENTINI, B. (1999). Localized corrosion behaviour in simulated human body fluids of commercial Ni-Ti orthodontic wires. *Biomater. 20* : 785-792.

RYAN, R., WALKER, G., FREEMAN, K., CISNEROS, G.J. (1997). The effects of ion implantation on rate of tooth movement : An in vitro model. *Am J Orthod Dentofac Orthop. 112* (1) : 64-68.

RYHÄNEN, J., NIEMI, E., SERLO, W., NIEMELÄ, E., SANDVIK, P., PERNU, H., SALO, T. (1997). Biocompatibility of nickel-titanium shape memory metal and its corrosion behavior in human cell cultures. *J Biomed Mater Res. 35* : 451-457.

SACHDEVA R.C.L. (1994). Variable transformation temperature orthodontics : Copper Ni-Ti makes it a reality. *Clin Impress. 3* (1) : 2-5.

SARKAR, N.K., REDMOND, W., SCHWANINGER, B., GOLDBERG, A.J. (1983). The chloride corrosion behavior of four orthodontic wires. *J Oral Rehabil*, *10* : 121-128.

SARKAR, N.K., SCHWANINGER, B. (1980). The in-vivo corrosion of nitinol wire. *J Dent Res*, *59* : 528.

SCHAUS, J.G., NIKOLAI, R.J. (1986). Localized, transverse, flexural stiffnesses of continuous arch wires. *Am J Orthod*, *89* (5) : 407-414.

SCHWANINGER, B., SARKAR, N.K., FOSTER, B.E. (1982). Effect of long-term immersion corrosion on the flexural properties of nitinol. *Am J Orthod*, *82* (1) : 45-49.

SWARTZ, M. (1999). Titanium archwires. Understanding and Optimizing their use – Part I. *Treatment, Titanium and Technology. Conference In Montreal*. Aug 13 : 1-10

SEGNER, D., IBE, D. (1995). Properties of superelastic wires and their relevance to orthodontic treatment. *Eur J Orthod*, *17* : 395-402.

SHABALOVSKAYA, S.A. (1996). On the nature of the biocompatibility and on the medical applications of NiTi shape memory and superelastic alloys. *Biomed Mater Eng*, *6* : 267-289.

SCHULTZ, C. (1993). On « Constant » and « Continuous » Force : An important distinction. *Orthoworld – GAC*. 3

SPIECHOWICZ, E., GLANTZ, O., AXELL, T. (1984). Oral exposure to a nickel-containing dental alloy of persons with hypersensitive skin reactions to nickel. *Contact Dermatitis*, *10* : 206-211.

TAI, Y., DE LONG, R., GOODKIND, R.J., DOUGLAS, W.H., (1992). Leaching of nickel, chromium, and beryllium ions from base metal alloy in an artificial oral environment. *J Prosthet Dent*, *68* (4) : 692-697.

THIERRY, B., TABRIZIAN, M., SAVADOGO, O., YAHIA, L.H. (2000). Effects of sterilization processes on NiTi alloy : Surface characterization. *J Biomed Mater Res*, *49* : 88-98.

TRÉPANIER, C., LEUNG, T.K., TABRIZIAN, M., YAHIA, L.H., BIENVENU, J.G., TANGUAY, J.F., PIRON, D.L., BILODEAU, L. (1999). Preliminary investigation of the effects of surface treatments on biological response to shape memory NiTi stents. *J Biomed Mater Res*, *48* : 165-171.

TREPANIER, C., TABRIZIAN, M., YAHIA, L.H., BILODEAU, L., PIRON, D.L. (1998). Effect of Modification of oxide layer on NiTi Stent corrosion resistance. *J Biomed Mater Res*, *43* : 433-440.

TRIGWELL, S., SELVADURAY, G. (1997). Effects of surface finish on the corrosion of NiTi alloy for biomedical applications. *Proceedings of the second international conference on shape memory and superelastic technologies, Asilomar Conference Center, Pacific Grove, California, USA.*

VILLERMAUX, F. (1997). Amélioration de la biocompatibilité des agrafes d'ostéosynthèse en NiTi. 218 p. Mémoire de Maîtrise ès Sciences appliquées. Génie Biomédical. École Polytechnique de Montréal.

VILLERMAUX, F., TABRIZIAN, M., YAHIA, L.H., MEUNIER, M., PIRON, D.L. (1997). Excimer treatments of NiTi shape memory alloy biomaterials. Applied Surface Science. 109/110 : 62-66.

WATAHA, J.C., LOCKWOOD, P.E. (1998). Release of elements from dental casting alloys into cell-culture medium over 10 months. Dent Mater. 14 : 158-163.

WATERS, N.E., (1992). Orthodontic products update; Superelastic nickel-titanium wires. British J Orthod. 19 : 319-322.

WEST, A.E., JONES, M.L., NEWCOMBE, R.G. (1995). Multiflex versus superelastic : A randomized clinical trial of the tooth alignment ability of initial arch wires. Am J Orthod Dentofac Orthop. 108 (5) : 464-471.

WEVER, D.J., VELDHUIZEN, A.G., SANDER, M.M., SCHAKENRAAD, M., VAN HORN, J.R. (1997). Cytotoxicity, allergic and genotoxic activity of a nickel-titanium alloy. Biomaterials. 18 : 115-120.

CHAPITRE 9

A N N E X E S

## ANNEXE I : PUBLICITÉS DE LA COMPAGNIE GAC

Les trois prochaines pages sont des photocopies de dépliants publicitaires distribués par la compagnie GAC Intl. selon lesquels: (1) les fils NiTi IONGUARD relarguent moins de nickel que les fils des compétiteurs, (2) les fils Sentalloy relarguent moins de nickel que les fils Cu-Ni-Ti.

# Biological Tooth Movement: Another Friction-Reducing Breakthrough

In previous editions of OrthoWorld (Winter & Spring 1993) we discussed the latest GAC systems which offer unprecedented low friction. These systems, incorporating the Shoulder bracket, the Deltoid bracket, and the Allure NSB ceramic bracket, contributed not only to significantly less friction but to free sliding, full rotational control, dependability and aesthetics. Again, when these superior appliances were used in conjunction with our breakthrough Sentalloy BioForce arch wire, consistently outstanding results could be seen. Now we have taken BioForce even one step further.

The low forces of BioForce and the low friction of the Shoulder bracket greatly enhance treatment results with low friction, full control, and ideal biological tooth movement. The BioForce/Shoulder system eliminates the difficult finishing, appliance failure, and patient cooperation associated with other so-called low friction appliances. BioForce arch wire is the latest breakthrough, completing "this circle of treatment excellence" with a singular wire capable of gradually increasing light, constant forces. BioForce is a *body heat* activated arch wire that provides the ideal biological force necessary to move anteriors, bicuspid, and molars.

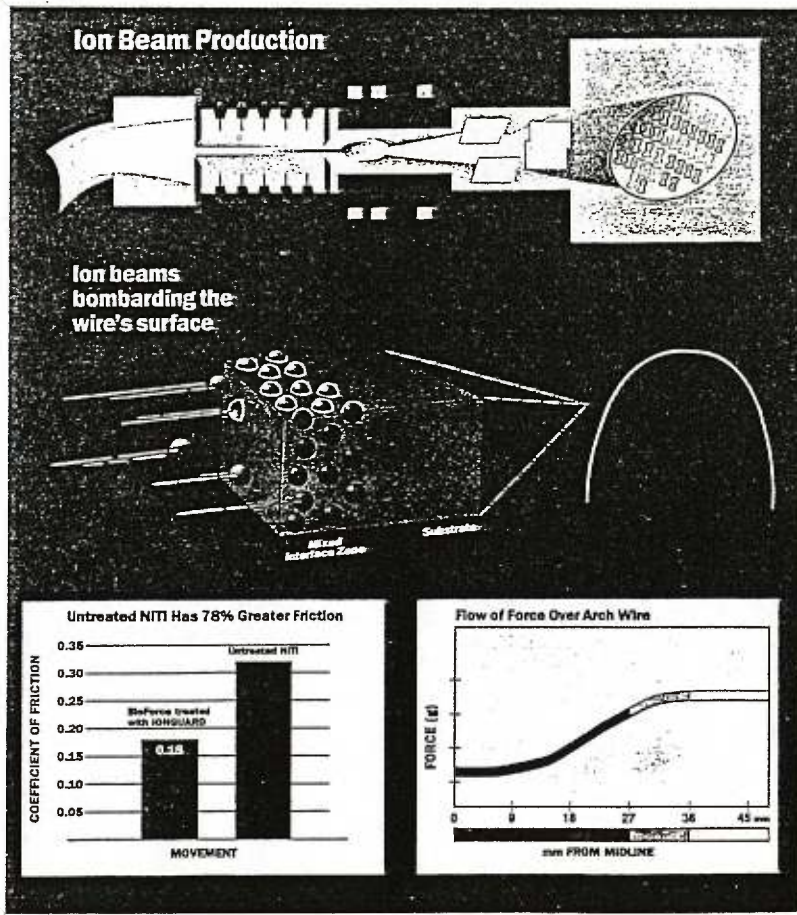
After extensive research, we have developed BioForce with IonGuard. Because of its ideal low range of forces, larger BioForce arch wires are used earlier in treatment. Nickel titanium wires, including BioForce, create greater friction than traditional steel wires because of their intricate latticed structure. To utilize all the important benefits of BioForce and to minimize friction,

we now implant the BioForce arch wire utilizing the IonGuard process.

The IonGuard process is an ion beam implantation of the surface of the wire. Nitrogen replaces nickel on the top 3 microns and seals the surface without altering any of the properties. The process produces sliding mechanics slightly better than an equivalent steel wire, and with *one half* the friction of a competitive NiTi wire. If you use ceramic or plastic brackets, Ion-

Guard is definitely indicated in order to achieve normal sliding mechanics. IonGuard also seals the occlusal surface to eliminate occlusal breakage.

BioForce Sentalloy and Neo Sentalloy, with IonGuard, should also dramatically reduce nickel leaching. Research to verify the initial results is now underway at a major university. As the latest tests are completed, we promise to keep you informed.



# A Superelasticity Update

From: Charles Schultz, President  
GAC International, Inc.

All NiTi wire is not the same. In fact, a wire can be NiTi without providing any real orthodontic benefit.

At the AAO Annual Meeting and at other meetings around the country, there has been a confusing array of NiTi "heat sensitive," "thermal," and "Neo Thermo" wires offered by various vendors. Many claim their wire is a "Sentalloy-type" wire or "just like Neo Sentalloy." The claims are great, but where are the research studies and the clinical results to back up these claims about the products you are being asked to buy?

Sentalloy<sup>®</sup>, the original superelastic NiTi appliance system, along with Neo Sentalloy and BioForce<sup>®</sup> have been thoroughly tested, and all our claims have been substantiated by independent research studies published in orthodontic journals over the past ten years. (See the enclosed bibliography)

*What, exactly, makes Sentalloy such an exceptional wire?*

## 1. HEAT (THERMAL) ACTIVATION

At low temperatures, Sentalloy appliances are soft, pliable, and easy to engage. It is not until it is warmed to body temperature (Sentalloy's activation temperature is 35°C) that shape memory and superelasticity are triggered, and the wire returns to its original arch form with light, near constant force. Sentalloy's heat activation expedites ligation and enhances patient comfort.

Note: Heat activation or thermal sensitivity may be a property of a wire, but if activation occurs at other than body temperature, this feature is not of benefit for orthodontics.

## 2. SUPERELASTICITY

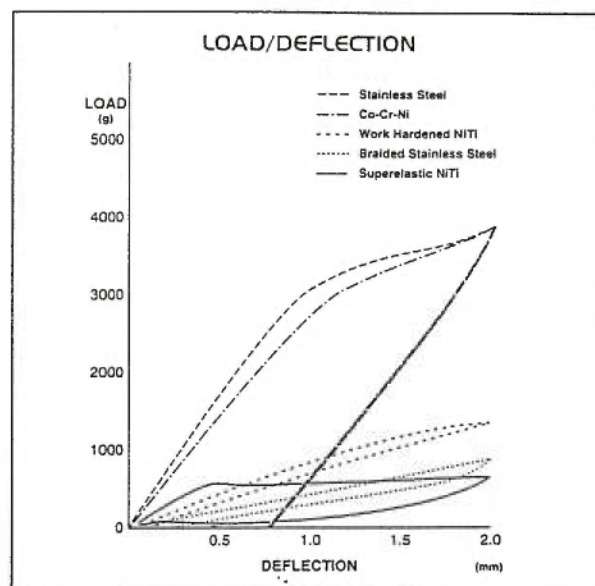
Even though severely deformed as it is placed in the mouth, Sentalloy exerts a light, near CONSTANT FORCE. The catalyst for this superelasticity is heat. Sentalloy's Martensitic reaction, which provides the constant force, is activated at near body temperature. For orthodontics the force provides ideal, physiological, tooth movement without wire breakage and with fewer wire changes. For the patient this light constant force means greater comfort.

## 3. SHAPE MEMORY EFFECT

Shape Memory Effect describes the overwhelming "desire" of a superelastic arch wire to return to its original arch form. Sentalloy's memory actually promotes tooth movement, with fewer wire changes for fewer patients visits.

## NEO SENTALLOY

This advanced, NiTi alloy edgewise wire combines greater heat sensitivity, high shape memory, and extremely low constant forces to provide a full size arch wire that can be inserted early in treatment.



## 5. ARCH FORM

Arch form precision is critical with shape memory arch wires. Once the shape is set, it is clinically impossible to change (without an ArchMate) without changing the properties of the wire. Sentalloy's AccuForm<sup>™</sup>, Ideal<sup>™</sup> and Standard<sup>™</sup> arch forms are exactly the same every time.

## 6. BIOFORCE<sup>™</sup> SENTALLOY

BioForce is a single strand, superelastic arch wire that provides forces that range from 80 grams in the central to 320 grams at the molars; specific biologically determined forces to move specific teeth — all in one arch wire. At any point the force is near constant. This patented wire is available only from GAC. Other "tri-force" or multiforce wires have dead zones that lead to greater breakage and force inconsistencies.

## 7. IONGUARD<sup>™</sup>

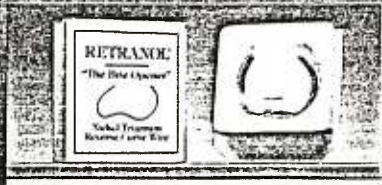
The IONGUARD process actually alters the wire's surface to provide a dramatically reduced coefficient of friction. It also seals the occlusal surface of the wire to eliminate breakage and reduce nickel leaching.

Don't look for just NiTi wire. Look for body heat activation; constant, ideal, physiological force; proven, precision shape memory; the greatest selection of sizes, arch forms, and forces. Look for independent research, not just manufacturer claims.

In study after study Sentalloy has shown consistent, predictable results and has always outperformed the competition. No one has more research or more published studies to back their claims than GAC. And Sentalloy is not a generic wire marketed by other orthodontic companies. Sentalloy is available only from GAC.

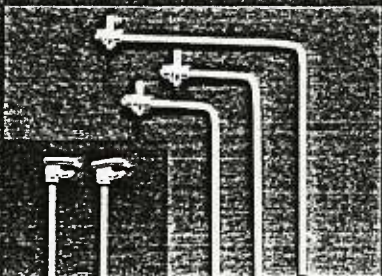
Sentalloy represents yet another example of excellence in orthodontic appliances. We at GAC never settle for second best, and we believe neither should any clinician. We look forward to having you be a part of our family of very satisfied Sentalloy users.





**RETRANOL™**

RETRANOL is made of work hardened NIT, to hold arch dimensions, while its three dimensional control causes bite opening, molar control, and curve of Spee correction.



**UPRIGHTING AND ROTATING SPRINGS**

For vertical slot brackets, these springs are externally activated to correct and hold rotated crowns. Rotating springs work only with MicroArch and OmniArch brackets.



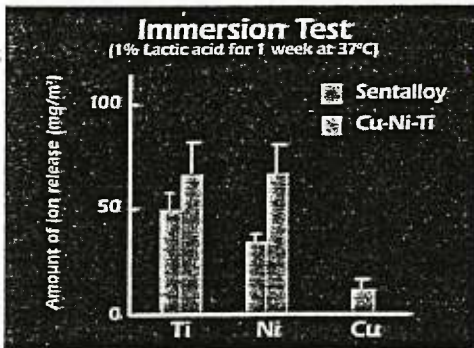
**ORTHO ICE™**

Sentalloy™ wire becomes remarkably soft and pliable after a quick, cooling blast of Ortho Ice. The temporarily lowered temperature allows the wire to be bent into positions not otherwise possible, without effecting the wire's unique properties of superelasticity and shape memory. Inexpensive, effective, and easy to use, Ortho Ice is another GAC exclusive. Available in a 6 oz. can with handy spray tube.



**Superelastic Force Retention**

"Sentalloy Coils retained virtually all of their force after a 1mm movement. The competitive coil lost one-half its force."



**Ion Release**

Cu Niti vs. Sentalloy

**SENTALLOY™ FIRST.**

Maximum Effectiveness,  
Maximum Patient Comfort,  
Everything Else is Second Best.



**800-645-5530**

185 Oval Drive • Central Islip, NY 11722  
<http://www.gacintl.com>

ANNEXE II : PHOTOS DE L'INSTRUMENTATION EMPLOYÉE  
DANS L'ÉTUDE



Figure 9.1 : MITUTOYO Absolute Digimatic (jauge digitale)



Figure 9.2 : Incubateur à air sec maintenu à 37°C (montrant l'agitateur et les flacons sur l'image de droite)



Figure 9.3 : Agitateur maintenu à 60 rpm et flacons expérimentaux

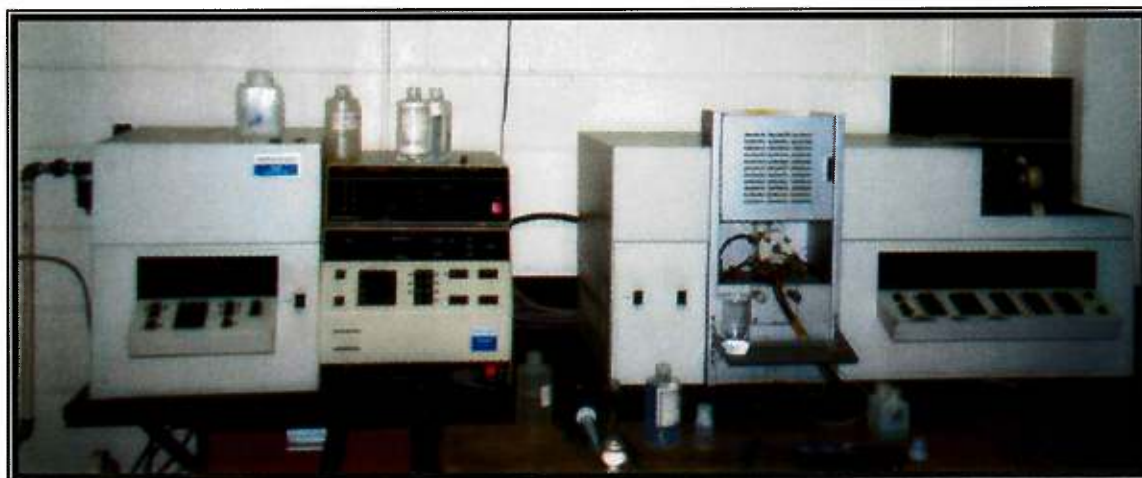


Figure 9.4 : Spectrophotomètre à absorption atomique

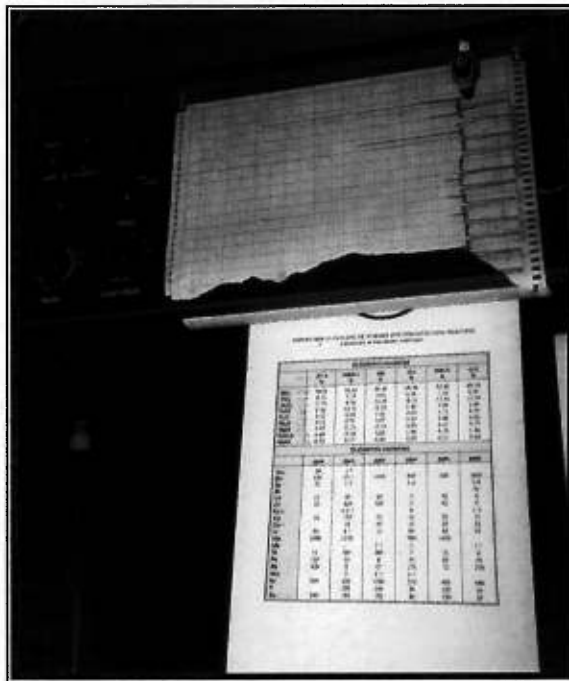


Figure 9.5 : Enregistreur (plotter) du spectrophotomètre

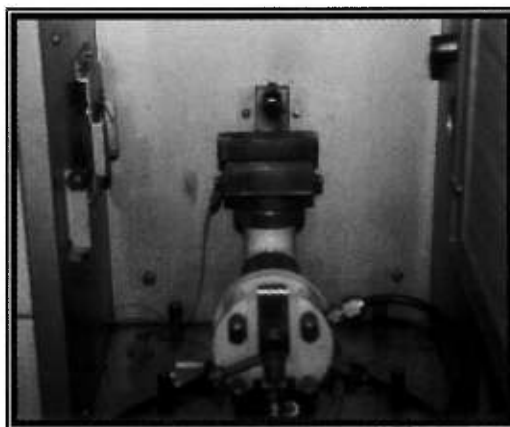


Figure 9.6 : Mise en place de l'échantillon dans l'entrée ou s'insère le four graphite du spectrophotomètre

### ANNEXE III : ANALYSES XPS

Les analyses XPS ont été accomplies par Mme Suzie Poulin, du Département de Génie Physique de l'École Polytechnique de Montréal. Les analyses furent effectuées avec le spectroscope à vacuum ESCALAB 3 MK II (Perkin-Elmer, Norwalk, Connecticut, USA.; Figures 9.7 et 9.8) qui utilise des rayons d'Al  $K_{\alpha}$ . Le rayon-x était généré avec un courant de 40 mA et un voltage d'accélération de 15 kV.

Les échantillons testés provenaient des groupes A, B et C, avant et après immersion dans la salive durant 21 jours. Cette analyse a tout d'abord permis de déterminer les constituants superficiels de nos fils puis, grâce aux spectres à hautes résolutions, de déterminer les liaisons chimiques entre ces différents constituants.

Les analyses furent effectuées sur les fils tels quels, mais la présence de plusieurs contaminants en surface empêchait de bien identifier les composantes; on a donc procédé à une gravure (nettoyage) à l'argon à 2kV et 1kV pendant 20 minutes, ce qui correspond à une profondeur de 600 Å.

Le principe de ces analyses est d'irradier un échantillon avec des rayons-x monoénergétiques et d'analyser les électrons émis. Les rayons-x employés ont un pouvoir de pénétration de la surface allant de 1 à 10 micromètres (Figures 9.9 et 9.10 ).



Figure 9.7 : PERKIN ELMER MODELE 550 – Spectroscopie par rayons-X photoélectriques



Figure 9.8 : Panneaux de contrôle pour le Spectroscopie

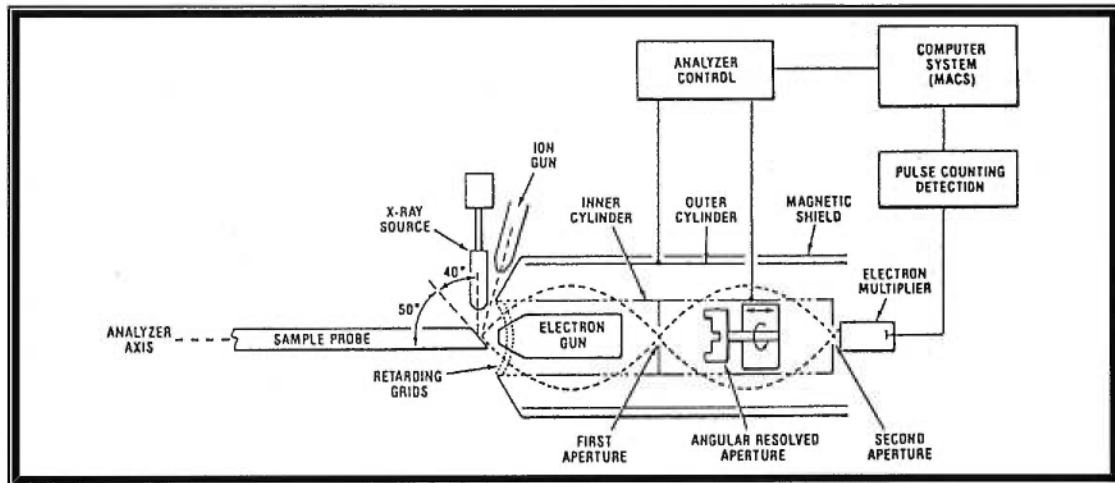


Figure 9.9 : Représentation schématique du spectroscope PHI, Modèle 550

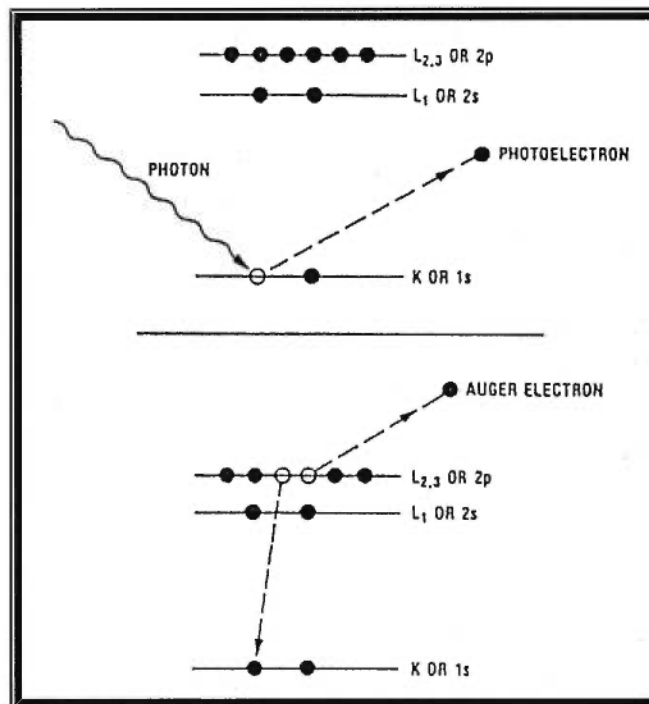


Figure 9.10 : Diagramme du processus photoélectrique (haut) et du processus Auger (bas).

Ce dernier ne fut pas employé dans notre étude.

### Résultats XPS

Les Tableaux XVII à XIX rapportent les résultats de l'opération de survol en XPS et les pourcentages atomiques des éléments présents en surface.

Fils avant salive			Fils avant salive + 20min ARGON		
<b>No. Pic</b>	<b>Élément</b>	<b>%atomique</b>			
1	O1s	14.95			
2	N1s	00.53			
3	Ca2p	00.32			
4	C1s	80.21			
5	Si2p	04.00			
			Étude arrêtée à cause de la présence uniquement de carbone et d'oxygène		
			<i>Fil E-Ni-Ti Univ. de Mtl</i>		
<b>No. Pic</b>	<b>Élément</b>	<b>%atomique</b>	<b>No. Pic</b>	<b>Élément</b>	<b>%atomique</b>
1	Na1s	00.23			
2	Ni2p	00.15	1	Cu2p	01.53
3	O1s	17.23	2	Ni2p	03.66
4	Ti2p	01.50	3	O1s	17.12
5	Ca2p	00.45	4	Ti2p	11.64
6	C1s	76.36	5	N1s	00.65
7	Si2p	04.07	6	Ca2p	00.76
			7	C1s	58.82
			8	Ar2p	01.47
			9	Si2p	04.33
			<i>Fil Cu-Ni-Ti ORMCO</i>		
<b>No. Pic</b>	<b>Élément</b>	<b>%atomique</b>	<b>No. Pic</b>	<b>Élément</b>	<b>%atomique</b>
1	O1s	22.92	1	Cu2p	01.57
2	Ti2p	01.72	2	Ni2p	07.29
3	Ca2p	00.82	3	O1s	25.34
4	C1s	68.50	4	Ti2p	14.20
5	Si2p	06.04	5	N1s	01.46
			6	Ca2p	00.85
			7	C1s	41.45
			8	Ar2p	01.81
			9	Si2p	06.03
			<i>Fil Neo-Sentalloy GAC INT.</i>		
<b>No. Pic</b>	<b>Élément</b>	<b>%atomique</b>	<b>No. Pic</b>	<b>Élément</b>	<b>%atomique</b>
1	Na1s	01.62	1	Cu2p	00.84
2	Ni2p	00.40	2	Ni2p	08.75
3	Fe2p	00.53	3	O1s	35.92
4	O1s	42.31	4	Ti2p	22.26
5	Ti2p	07.84	5	N1s	02.51
6	N1s	01.00	6	Ca2p	00.51
7	Ca2p	00.75	7	C1s	23.10
8	C1s	34.28	8	Ar2p	02.59
9	S2p	00.59	9	Si2p	03.52
10	Si2p	06.11			
11	Al2p	04.57			
			<i>Fil Ni-Ti IONGUARD GAC INT.</i>		

Tableau XVII : Résultats XPS des pourcentages atomiques retrouvés en surface avant immersion dans la salive (avant et après nettoyage de la surface à l'argon pendant 20 minutes)



Fils après salive			Fils après salive + 20min ARGON		
No.pic	Élément	%atomique	No.pic	Élément	%atomique
1	Na1s	02.26			
2	Zn2p	00.31			
3	Cu2p	00.38	1	Cu2p	01.51
			2	Ni2p	02.12
			3	F1s	02.89
4	O1s	41.65	4	O1s	48.40
5	Ti2p	05.30	5	Ti2p	21.84
6	N1s	02.17			
			6	Ca2p	00.87
7	K2p	00.78	7	C1s	20.11
8	C1s	36.46			
9	Cl2p	00.46	8	Ar2p	02.27
10	P2p	03.29			
11	Si2p	02.77			
12	Al2p	04.17			

**Fil Cu-Ni-Ti  
ORMCO**

No.pic	Élément	%atomique	No pic	Élément	%atomique
1	Na1s	01.85			
2	Zn2p	00.08			
			1	Cu2p	00.43
			2	Ni2p	02.37
3	O1s	42.84	3	O1s	53.82
4	Ti2p	03.14	4	Ti2p	19.16
5	N1s	00.71			
			5	Ca2p	00.98
			6	K2p	00.78
6	K2p	00.14	7	C1s	17.10
7	C1s	42.18			
8	Cl2p	00.96	8	Ar2p	01.89
			9	P2p	01.96
9	P2p	03.55	10	Si2p	01.51
10	Si2p	02.52			
11	Al2p	02.02			

**Fil Neo-Sentalloy  
GAC INT.**

No.pic	Élément	%atomique	No pic	Élément	%atomique
1	Na1s	02.24			
2	Zn2p	00.23			
			1	Cu2p	01.11
			2	Ni2p	01.45
3	O1s	46.09	3	O1s	53.86
4	Ti2p	08.07	4	Ti2p	20.66
5	N1s	02.62	5	N1s	02.67
6	Ca2p	00.73	6	Ca2p	00.64
7	K2p	00.52			
8	C1s	28.38	7	C1s	11.39
9	Cl2p	00.47	8	Ar2p	02.18
10	P2p	02.84			
11	Si2p	03.85	9	Al2p	06.03
12	Al2p	03.95			

**Fil Ni-Ti  
IONGUARD  
GAC INT.**

Tableau XVIII : Résultats XPS des pourcentages atomiques retrouvés en surface après immersion dans la salive (avant et après nettoyage de la surface à l'argon pendant 20 minutes)

HAUTE RESOLUTION XPS AVANT ET APRES SALIVE											
Groupe A (Neo-Sentalloy)				Groupe B (IONGUARD)			Groupe C (Cu-Ni-Ti)				
Traitement	Elément	BE	%surface	Identification	BE	%surface	Identification	BE	%surface	Identification	
<b>AVANT SALIVE (+ ARGON)</b>	C	282.9	6.4	C-Ti	282.9	15.3	C-Ti	283.1	5.4	C-Ti	
		285	54.1	C-C	285	30	C-C	285	44	C-C	
		285.9	22.9		285.8	46.6		285.8	39.1		
		287.6	12.6	C-O	286.9	8.3	C-O	286.9	8.7	C-O	
		289.4	4	O-C=O				288.5	2.9	O-C=O	
	O	531.1	52.2	TiO2	531.3	56.6	TiO2	531.3	68.6	TiO2	
		532.6	20.5	C=O + TiO	532.3	27.1	C=O + TiO	532.9	22.6	C=O + TiO	
		533.7	18	C-O	533.3	9.9	C-O	534.5	8.8	O=C-O-C=O	
		534.8	6	O=C-O-C=O	534.4	6.3	O=C-O-C=O				
		536.1	3.3								
	Ni	853.2	61.4	NiO	853.4	73.4	NiO	853.5	74.5	NiO	
		855.3	39.6	Ni2O3	855	26.6	Ni2O3	855.1	25.5	Ni2O3	
	Ti	455.4	33	TiO	455.5	39.8	TiO	455.6	33.8	TiO	
		456.9	22.3		456.9	23.6		457.1	20.7		
		458.1	22.7	TiO2	458.2	20.2	TiO2	458.4	18	TiO2	
		459.4	22.1	TiO2	459.4	16.4	TiO2	459.8	17.4	TiO2	
								461.4	10.1		
	N				397.7	64.2	NH2)C=O(NH2)				
					398.9	23.4	NH2				
					400.5	12.4	N2 adsorbé				
	Cu							933.2	91.3	CuO	
								935.5	8.7	Cu(OH)2 ?	
	<b>APRES SALIVE</b>	C	285	25.4	C-C	285	16.8	C-C	285	60	C-C
			286	28.3		285.9	27		286.1	21.7	
			287.3	34.7	C-O	286.9	38.4	C-O	287.4	11	C-O
			288.5	7.1	C=O	288.4	12.1	C=O	288.9	7.3	C=O
			289.8	4.5	O-C=O	290	5.8	O-C=O			
O		530	17	PO4	530.7	17.8	PO4	530.1	29.5	PO4	
		531.5	27	TiO2	531.8	27.1	TiO2	531.4	35.6	TiO2	
		532.8	24.5	C=O + TiO	532.7	26.2	C=O + TiO	532.5	22.1	C=O + TiO	
		533.8	29.9	C-O	533.7	20.8	C-O	533.5	9.6	C-O	
		535.2	1.7		534.8	8.3	O=C-O-C=O	535.7	3.3		
Ti		454.1	1.7	Ti*	455.3	4.5	TiO	458.8	100	TiO2	
		455.7	5.6	TiO	456.9	11.3					
		458.4	77.8	TiO2	458.7	25.3	TiO2				
		459.9	15	TiO2	459.7	34.7	TiO2				
					460.7	24.2					
<b>APRES SALIVE (+ ARGON)</b>		C	285	47.6	C-C	285	55.3	C-C	285	31.7	C-C
			285.9	29.1		286	30		285.8	36.6	
			287.1	13.9	C-O	287.7	10.2	C-O	287	24.9	C-O
			288.5	6	C=O	289.7	4.5	O-C=O	288.6	5	C=O
			290	3.4	O-C=O				290.9	1.8	O-C=O
		O	531.1	78.5	TiO2	531.5	79.7	TiO2	531.3	58.2	TiO2
			532.9	16.9	C=O + TiO	532.8	14.5	C=O + TiO	532.5	35.1	C=O + TiO
			534.3	4.5	O=C-O-C=O	534	5.8	O=C-O-C=O	534.2	6.7	O=C-O-C=O
		Ni	853	72.8	NiO+TiONi	853.3	64.1	NiO+TiONi	853.3	40.2	NiO+TiONi
			854.9	27.2	NiO	854.8	35.9	NiO	854.3	59.8	NiO
		Ti	455.3	5	TiO	456.2	9.5		455	5.4	
	456.9		6.2		457.9	19.2	TiO2	456.4	13.8		
	458.1		24.3	TiO2	459.6	51.7	TiO2	457.9	29.3	TiO2	
	459.7		64.5	TiO2	460.8	19.6		459.5	34.1	TiO2	
								460.9	17.4		

Tableau XIX : Résultats haute résolution montrant les liaisons chimiques anatomiques à la surface des

fils

## **DESCRIPTION DES RÉSULTATS**

### **A. Analyse des éléments de la surface**

Le but de cette analyse n'est pas d'expliquer la technique XPS mais plutôt de comparer les surfaces des fils avant et après immersion dans la salive artificielle pendant 21 jours. En se référant aux données colligées dans les Tableaux XVII et XIX, on peut résumer les résultats et expliquer les changements qui sont apparus à la surface des fils en fin d'expérience.

Lorsque les fils ont trempé dans la salive pendant 21 jours, on note des traces, non négligeables, de sodium, de potassium et de chlore qui proviennent des ingrédients employés dans la fabrication de la salive artificielle. Nous voulions éliminer ces contaminants pour pouvoir analyser les constituants de base, c'est-à-dire le nickel, le titane, le carbone et l'oxygène ainsi que le cuivre et l'azote lorsque présents. Pour cette raison, les résultats auxquels nous ferons référence (avant et après trempage dans la salive), sauf si autrement mentionné, sont ceux après nettoyage à l'argon.

Un point intéressant à observer est la présence d'une quantité non négligeable de silicium à la surface de chacun des fils; elle varie de 4 à 6%. Ce constituant se retrouve également après trempage dans la salive (entre 2,52 à 3,85%) et demeure une véritable énigme. La concentration est trop élevée (même après gravure à l'argon sur une épaisseur de 600 Å) pour pouvoir venir des emballages en plastique; on a donc formulé l'hypothèse que les fils contiennent tous du silicium dans l'alliage dont ils sont constitués. On a entrepris des démarches auprès des compagnies pour savoir si leurs fils contenaient du

silicium. La réponse obtenue de la compagnie TOMY, fabricant des fils Neo-Sentalloy et IONGUARD, fut une lettre stipulant que leurs fils ne contiennent pas de silicium (Voir lettre à la fin de l'Annexe III). La présence de cet élément en forte concentration continue de nous surprendre.

Une autre observation, remarquable et surprenante, demeure la présence de nickel en quantité négligeable à la surface des fils avant et après immersion. Cela corrobore les résultats rapportés dans la littérature (chapitre 2) mais nous donne certaines difficultés lorsqu'on désire expliquer les liens chimiques de tous les éléments. Pour pouvoir analyser la surface des fils en détails nous avons dû avoir recours à la gravure à l'argon.

#### **Fils E-nickel-titane (Université de Montréal)**

On observe surtout, en surface, du carbone et un peu d'oxygène. Des traces d'azote sont détectées ainsi qu'une concentration importante de silicium. Comme décrit auparavant, l'étude de ce fil fut arrêtée à ce stade étant donné l'absence totale de nickel et titane.

#### **Fils Cu-Ni-Ti (ORMCO)**

Avant l'expérience, ce fil présentait la plus forte concentration en carbone (59%) et la plus faible concentration en oxygène (17%) si comparé aux deux autres fils contenant du nickel-titane. Le titane (11,6%) est présent avec un ratio de 3 pour 1 par rapport au nickel (3,6%). Après immersion dans la salive la quantité de nickel diminue un peu (2%) alors que celle de titane devient deux fois plus importante en surface (22%). La surface devient également plus riche en oxygène (48%) et le pourcentage de carbone diminue considérablement (20%).

**Fils nickel-titane Neo-Sentalloy (GAC Intl.)**

Avant immersion, le titane (14%) est en quantité deux fois plus importante que le nickel (7%); le carbone (42%) et l'oxygène (25%) en sont les constituants principaux. Après trempage dans la salive, la quantité de nickel diminue (2,4%) alors que celle de titane augmente (19%). De même que pour le Cu-Ni-Ti, la surface devient plus riche en oxygène (54%) et plus pauvre en carbone (17%).

**Fils nickel-titane Neo-Sentalloy IONGUARD (GAC Intl.)**

Ce fil montre des résultats fort intéressants. Tout d'abord, il s'agit du fil présentant la plus forte concentration en oxygène avant immersion (36%) et le plus faible pourcentage de carbone (23%). Il présente également les plus fortes concentrations de nickel (9%) et de titane (22%). Après immersion, la situation est similaire à celle des autres fils: la quantité d'oxygène augmente (54%), et les quantités de carbone (11%) et de nickel (1,5%) diminuent. Il est étonnant, par contre, que la concentration de titane tende à diminuer légèrement (21%).

La proportion de nickel, à la surface de chaque fil, n'est pas reliée à la libération de cet élément dans la salive. Ce qui est important demeure la forme chimique sous laquelle se trouve chaque élément des divers alliages; l'analyse se fait uniquement par spectres à haute résolution.

## B. Analyse des spectres à haute résolution

L'analyse des spectres à haute résolution permet de déterminer les liens chimiques entre les différents éléments. Nous allons pouvoir vérifier sous quelles formes se trouvent le nickel et le titane superficiels et quelles sont les formes les plus propices à la libération de nickel.

Les fils étudiés ici sont le Cu-Ni-Ti, le nickel-titane Neo-Sentalloy non implanté et le nickel-titane Neo-Sentalloy IONGUARD, tous avant et après immersion dans la salive artificielle.

### Avant immersion dans la salive (avant nettoyage à l'argon)

#### *Analyse de l'azote pour le fil NiTi IONGUARD*

Azote : -lié en majorité (53,56%) avec le titane (Ti-N).

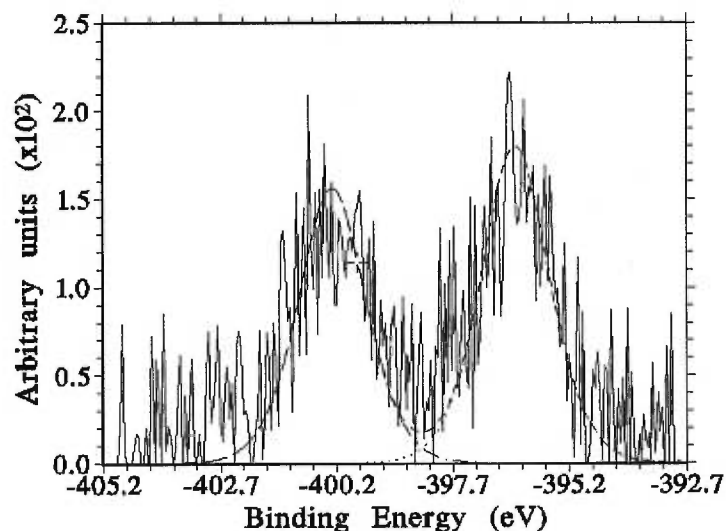


Figure 9.11 : Spectre XPS – Analyse de l'azote pour le fil NiTi IONGUARD (avant immersion dans la salive et avant nettoyage à l'argon)

**Avant immersion dans la salive (après nettoyage à l'argon)**

*Éléments observés en XPS pour les trois fils étudiés*

- Carbone : -sur tous les fils les carbones sont, pour la plupart, liés entre eux.
- Oxygène : -en grande majorité (52-69%) lié avec le titane.
- Nickel : -présent surtout sous la forme NiO, avec un pourcentage plus élevé de Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour le nickel-titane Neo-Sentalloy (39,6%) que pour les deux autres fils (~25%).
- Titane : -présent sous les formes TiO et TiO<sub>2</sub>. Plus de TiO que de TiO<sub>2</sub>; il y a présence de suboxydes entre les deux.

**Après immersion dans la salive (avant nettoyage à l'argon)**

*Éléments observés en XPS pour les trois fils étudiés*

- Carbone : -liés entre eux et avec l'oxygène.
- Oxygène : -lié avec le titane, le potassium et le carbone.
- Nickel : -indélectable.
- Titane : -présent uniquement sous sa forme oxydée TiO<sub>2</sub>.

*Après immersion dans la salive (après nettoyage à l'argon)*

*Éléments observés en XPS pour les trois fils étudiés*

Carbone : -sur tous les fils les carbones sont, pour la plupart, liés entre eux.

Oxygène : -lié en grande majorité (58-79%) avec le titane.

Nickel : -présent uniquement sous les formes NiO et TiONi. Aucun Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Titane : -présent sous sa forme TiO<sub>2</sub>.

En résumé :

1. L'azote détecté dans le fil NiTi IONGUARD (1,00%) est majoritairement lié avec le titane (53,56%) pour former un complexe TiN.
2. Le nickel-titane Neo-Sentalloy est l'échantillon dont le titane et le nickel sont les plus oxydés avant l'expérience.
3. La forme du nickel avant immersion est très semblable pour le nickel-titane IONGUARD et le Cu-Ni-Ti .
4. L'immersion semble avoir complètement fait disparaître, pour les trois échantillons, la forme oxydée Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> .



5. Pour les trois types de fils, la salive semble avoir oxydé complètement le titane en  $\text{TiO}_2$ .
6. La pulvérisation à l'argon, après trempage, semble faire réapparaître des suboxydes.

La salive a donc un effet marqué sur le Ti et sur le Ni (Voir Annexe IV et V pour les spectres XPS pour chacun des éléments retrouvés à la surface des fils).



September 8, 1999

Mr. Steve Novakowski  
[REDACTED]

Reference: University of Montreal's Request for NeoSentalloy Wire Silicium Content

Dear Steve,

Please be hereby notified that our NeoSentalloy wires do not contain any Silicium.

If you should have any further questions regarding our NeoSentalloy wires, please contact me.

Sincerely yours,  
[REDACTED]

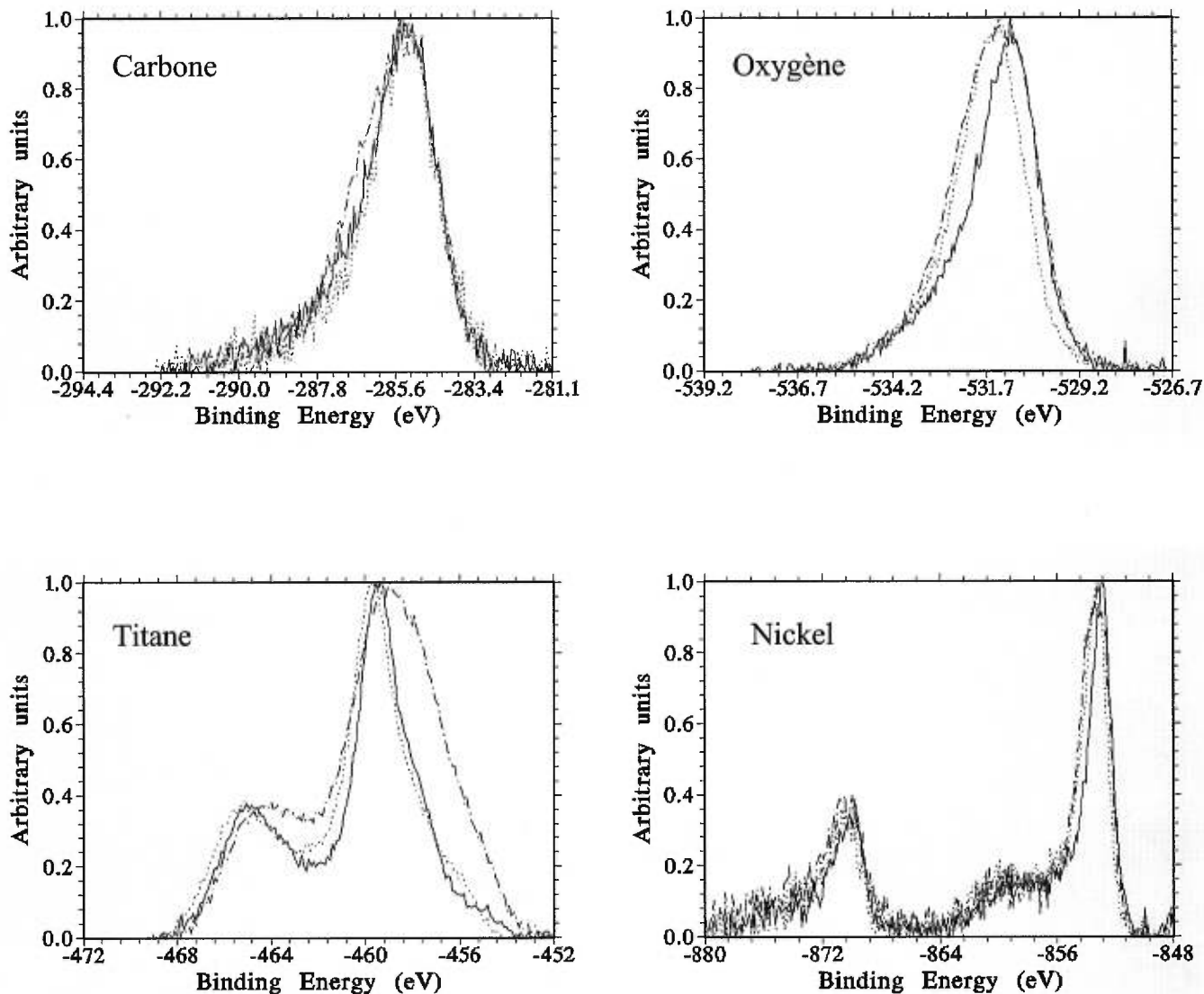
Mark Manni  
Manager of Quality Assurance & Regulatory Affairs

cc: E. Marill  
C. Schultz

## ANNEXE IV : SPECTRES XPS , COMPARAISONS INTER-GROUPES

Superpositions des spectres XPS obtenus pour les trois fils orthodontiques en nickel-titane. La présentation des spectres, pour chaque élément retrouvé en surface (carbone, oxygène, titane, nickel), est divisée en trois catégories : (1) avant immersion + pulvérisation à l'argon, (2) après immersion, et (3) après immersion + pulvérisation à l'argon.

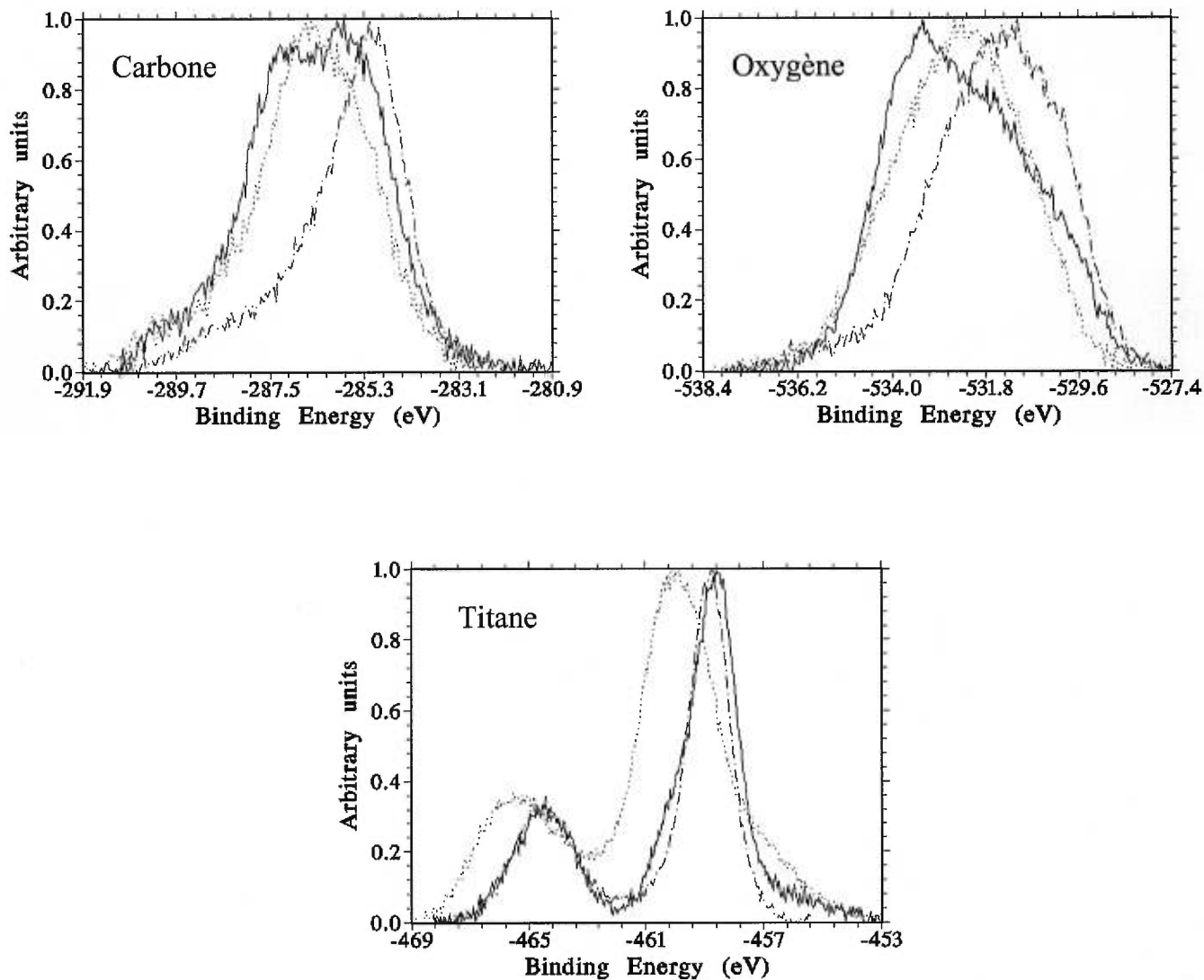
Figure 9.12 : Spectres XPS - Après immersion dans la salive et pulvérisation à l'argon pendant 20 minutes (résultats pour les trois groupes de fils : A,B,C)



***Légende :***

- Lignes pleines : Groupe A (NiTi Neo-Sentalloy)
- Lignes pontillées : Groupe B (NiTi IONGUARD)
- Tirets et points : Groupe C (Cu-Ni-Ti)

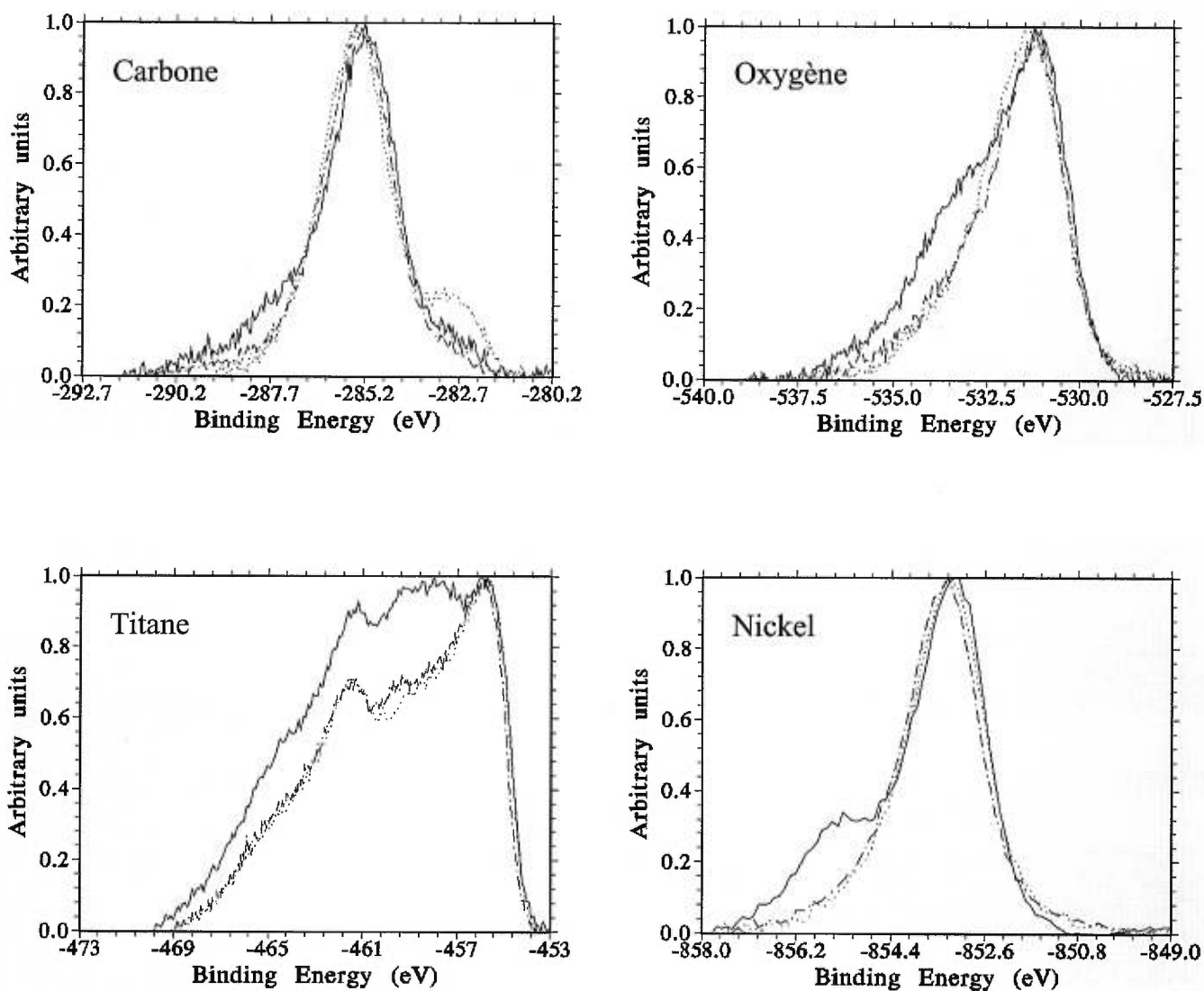
Figure 9.13 : Spectres XPS - Après immersion dans la salive (résultats pour les trois groupes de fils : A,B,C)



***Légende :***

- Lignes pleines : Groupe A (NiTi Neo-Sentalloy)
- Lignes pontillées : Groupe B (NiTi IONGUARD)
- Tirets et points : Groupe C (Cu-Ni-Ti)

Figure 9.14 : Spectres XPS - Avant immersion dans la salive et pulvérisation à l'argon pendant 20 minutes (résultats pour les trois groupes de fils : A,B,C)



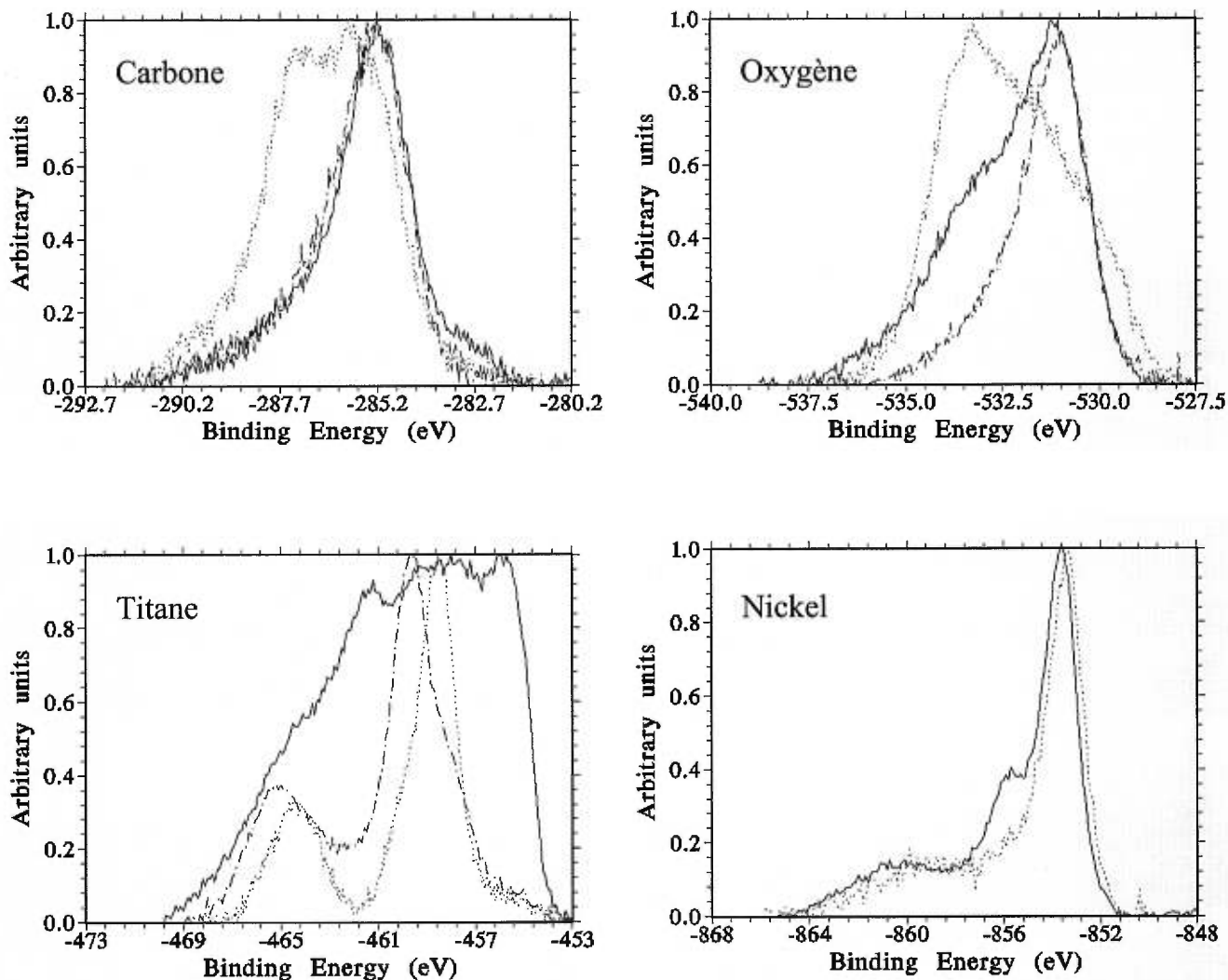
**Légende :**

- Lignes pleines : Groupe A (NiTi Neo-Sentalloy)
- Lignes pontillées : Groupe B (NiTi IONGUARD)
- Tirets et points : Groupe C (Cu-Ni-Ti)

## **ANNEXE V : SPECTRES XPS, COMPARAISONS INTRA-GROUPE**

Superpositions des spectres XPS, pour chacun des fils, démontrant l'effet de la salive sur les différents éléments retrouvés en surface (carbone, oxygène, titane, nickel). Chacun des trois fils est analysé individuellement : (1) NiTi Neo-Sentalloy, (2) NiTi IONGUARD, et (3) Cu-Ni-Ti.

Figure 9.15 : Spectres XPS – Résultats pour le Groupe A (NiTi Neo-Sentalloy) démontrant l'effet de la salive

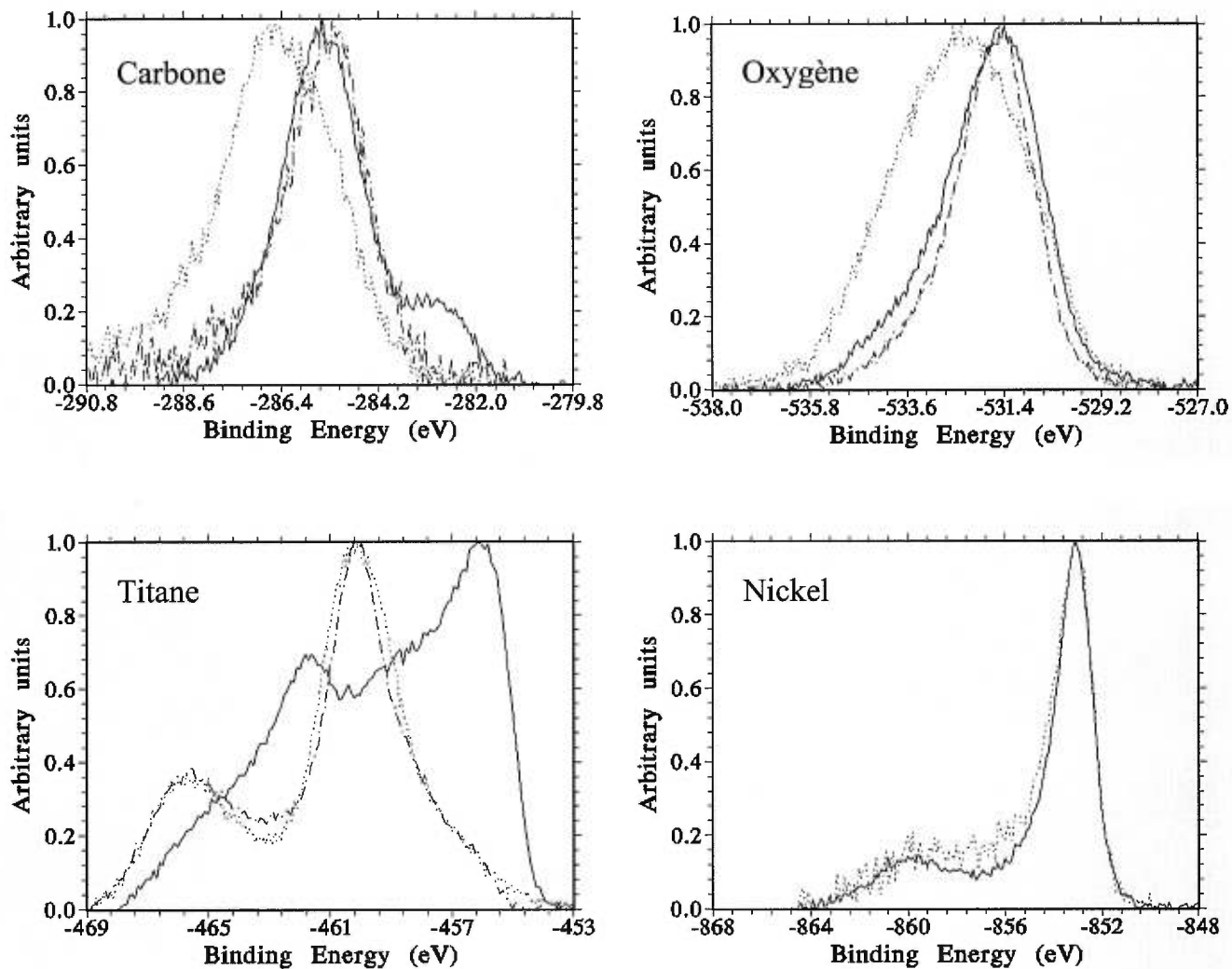


**Légende :**

- Lignes pleines : Avant immersion dans la salive
- Lignes pointillées : Après immersion dans la salive (21 jours)
- Tirets et points : Après immersion dans la salive (21 jours ) et pulvérisation à l'argon



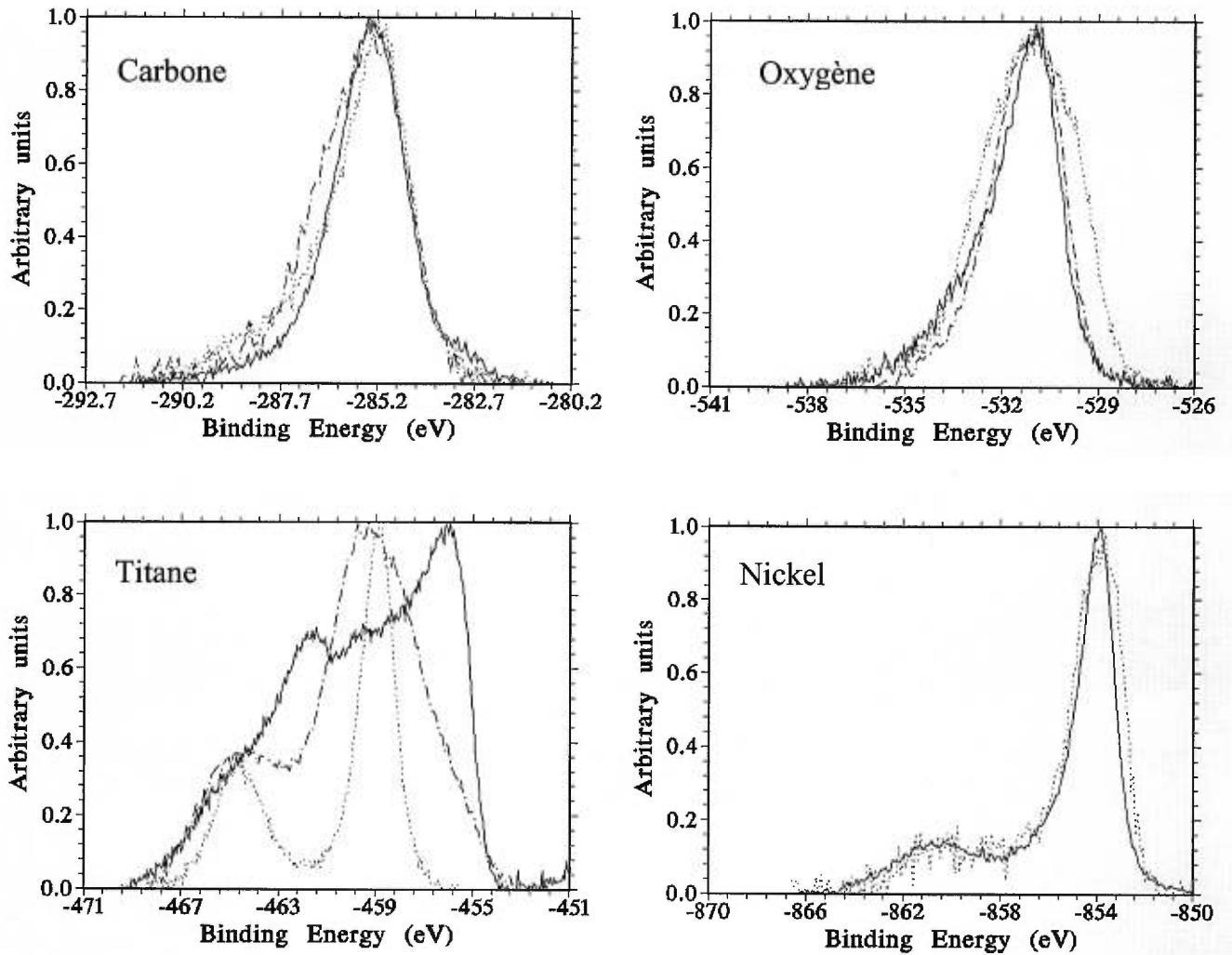
Figure 9.16 : Spectres XPS – Résultats pour le Groupe B (NiTi IONGUARD) démontrant l'effet de la salive



**Légende :**

- Lignes pleines : Avant immersion dans la salive
- Lignes pointillées : Après immersion dans la salive (21 jours)
- Tirets et points : Après immersion dans la salive (21 jours) et pulvérisation à l'argon

Figure 9.17 : Spectres XPS – Résultats pour le Groupe C (Cu-Ni-Ti) démontrant l'effet de la salive



***Légende :***

- Lignes pleines : Avant immersion dans la salive
- Lignes pointillées : Après immersion dans la salive (21 jours)
- Tirets et points : Après immersion dans la salive (21 jours) et pulvérisation à l'argon

## ANNEXE VI : ANALYSES PAR MICROSCOPIE À FORCE ATOMIQUE (AFM)

Les analyses AFM ont été faites au Département de Génie Physique de l'École Polytechnique de Montréal, à l'aide d'un microscope Topometrix TMX 2010 employant le logiciel Topometrix SPMLAB V 3.06.06.

Ces analyses dressaient, pour évaluation, la topographie de nos fils et jugeaient de leur rugosité, ceci seulement en début d'expérience avant immersion dans la salive (Figure 9.18).

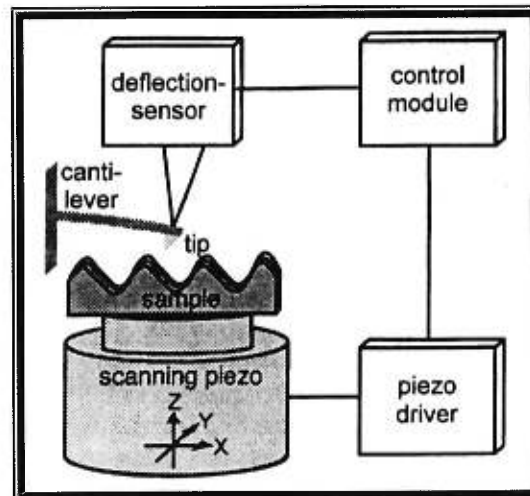


Figure 9.18 : Principe de la microscopie à force atomique:

Le détecteur est rapproché de la surface de l'échantillon qui se déplace grâce au scanner piézo; ceci produit des déflexions verticales, qui sont enregistrées par le détecteur, et donne une image microscopique de la surface.

Les images obtenues par microscopie à force atomique ont servi à observer et à caractériser la surface des fils orthodontiques. Nous avons d'abord observé les fils sur une surface de  $7\ \mu\text{m}$  par  $7\ \mu\text{m}$ ; nous sommes ensuite passés à un grossissement supérieur pour observer une surface de  $1\ \mu\text{m}$  par  $1\ \mu\text{m}$ . L'étape suivante fut l'analyse de ces images pour quantifier, en nanomètres, la profondeur du puits le plus profond visible en surface. Ceci nous a permis d'évaluer l'irrégularité et la rugosité de la surface en un endroit précis et de vérifier si la rugosité de la surface influençait le relargage du nickel.

L'analyse a été faite sur les fils en NiTi Neo-Sentalloy, en Cu-Ni-Ti, et en NiTi Neo-Sentalloy avec IONGUARD. Nous avons choisi de ne pas inclure les fils en acier inoxydable dans cette portion de l'étude puisque la littérature révèle que l'acier inoxydable présente, de façon caractéristique, la surface la plus lisse parmi toutes celles des nombreux alliages étudiés.

Les photos des Figures 9.19 à 9.22 montrent les surfaces de nos trois fils, observées à l'aide du microscope, ainsi que celle d'un autre fil en nickel-titane que l'on nommera "E-N-NiTi, Université de Montréal". Ce dernier a subi l'implantation expérimentale d'ions azote au Département de physique nucléaire de notre université. Nous voulions, initialement, tester la biocompatibilité de ce fil, mais les analyses en XPS démontrèrent que notre implantation fut un échec; nous avons voulu inclure l'image à simple titre d'information. Des expériences plus poussées devenaient nécessaires pour parvenir à perfectionner notre technique d'implantation et elles feront l'objet d'une étude ultérieure. Nous n'avons inclus que les images topographiques analysant une surface de  $49\ \mu\text{m}^2$ , car elles semblent être plus représentatives de la rugosité des fils. Cette partie de l'étude n'était strictement qu'un léger supplément d'informations face au sujet principal de notre recherche; nous

avons décidé de ne pas poursuivre le survol des fils en divers endroits pour ainsi caractériser plus précisément leur surface.

On note que le nickel-titane IONGUARD présente la surface la plus lisse (335 nm de profondeur pour le puits le plus profond), suivi du nickel-titane Neo-Sentalloy (516 nm) et finalement du Cu-Ni-Ti (1397 nm). Le fil en nickel-titane implanté à l'Université de Montréal présente une rugosité de 983 nm. Ces mesures sont uniquement présentées à titre d'informations et aucune conclusion statistiquement significative ne peut être tirée de ces résultats (intéressant de voir par contre que le fil le plus rugueux libère le plus de nickel, et le fil le plus lisse en libère le moins). Il faudrait procéder à l'analyse de la surface de chacun des fils en plusieurs endroits pour arriver à des statistiques valables. Il serait très intéressant de voir si un lien définitif existe entre le relargage de nickel et la rugosité des fils.

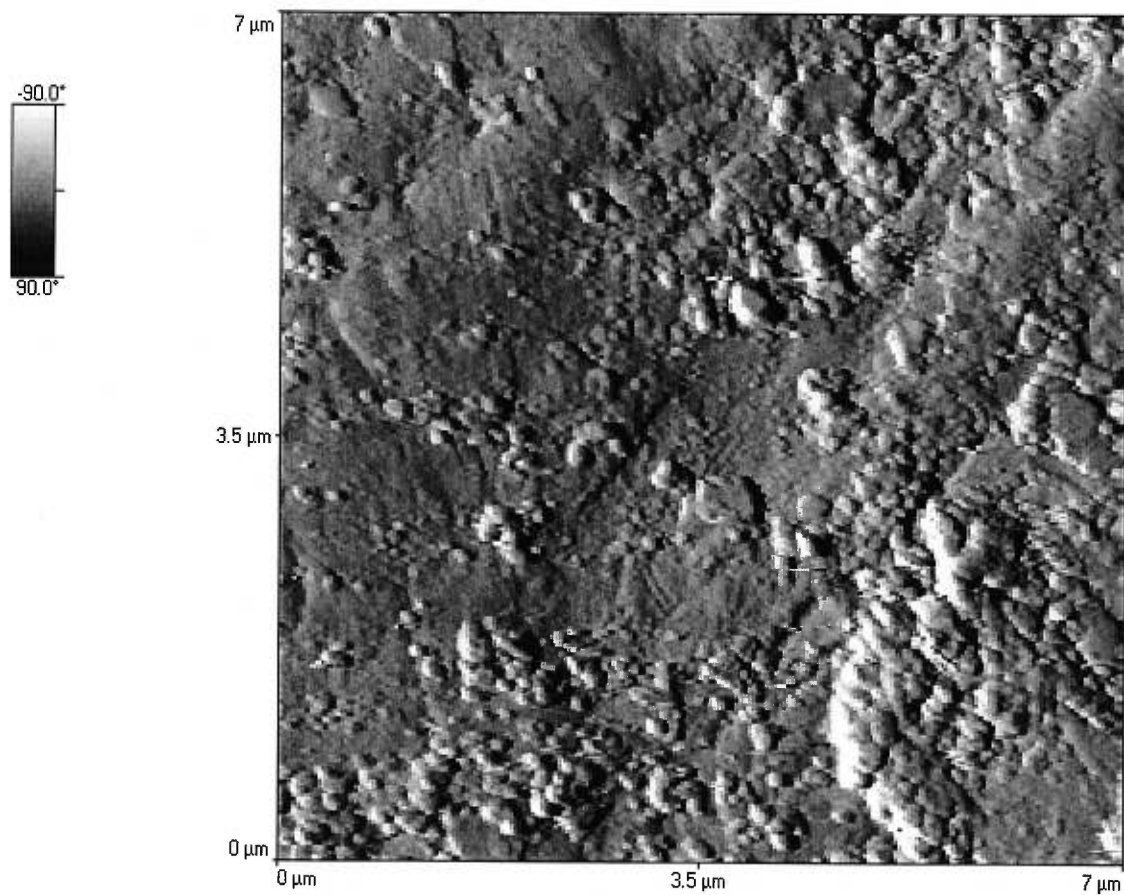
**TiNi**

Figure 9.19 : Image par AFM du NiTi Neo-Sentalloy.  
Image prise sur  $49\mu\text{m}^2$  avant immersion. Rugosité de 516 nm.  
(Fil de section rectangulaire 0,016" x 0,022")

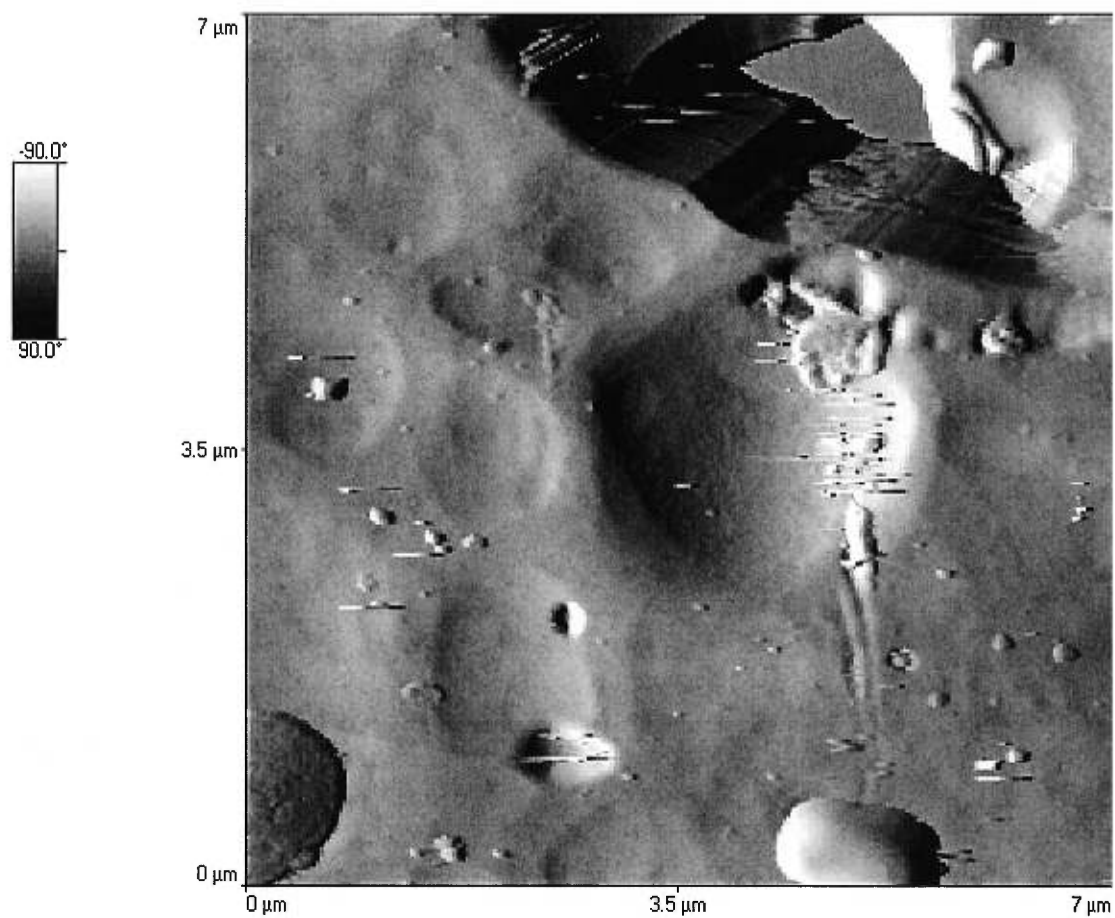
**CuTiNi**

Figure 9.20 : Image par AFM du Cu-Ni-Ti.  
Image prise sur  $49\mu\text{m}^2$  avant immersion. Rugosité de 1397 nm.  
(Fil de section rectangulaire 0,016" x 0,022")

## TiNi implanté GAC

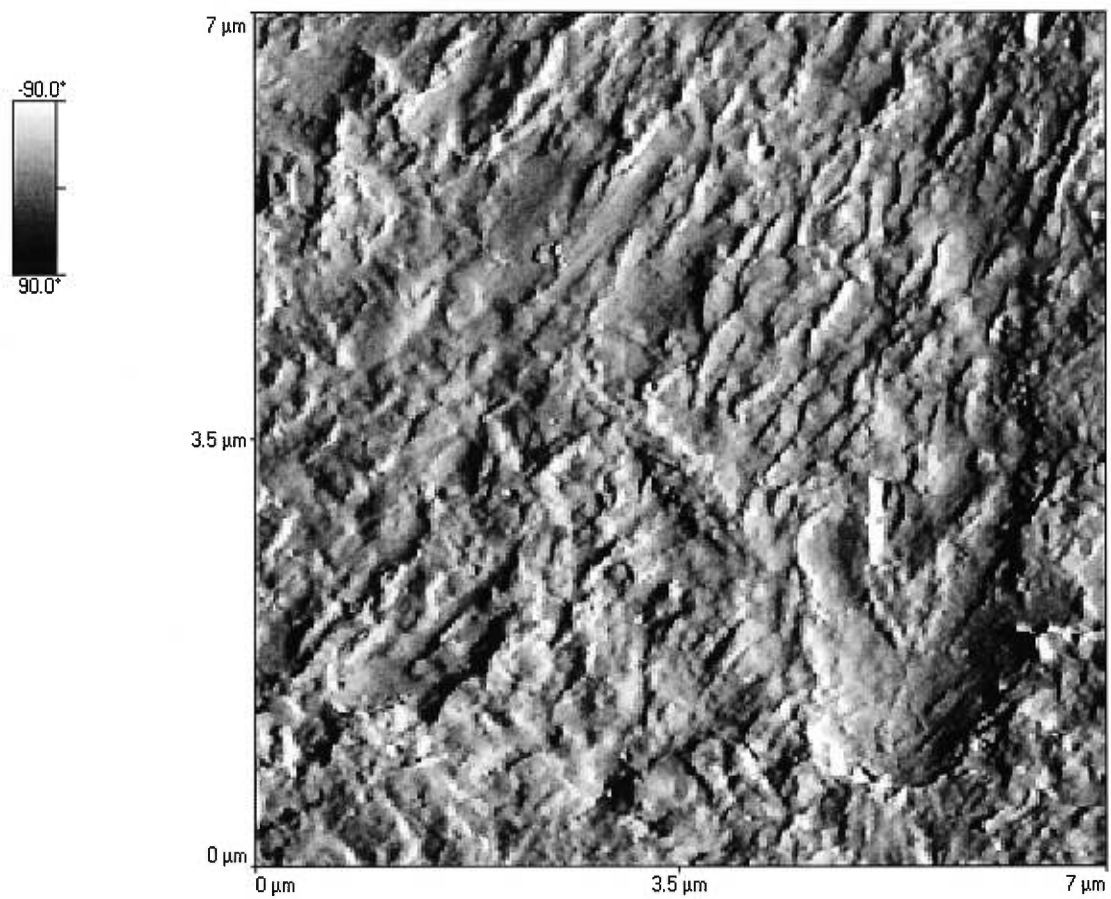


Figure 9.21 : Image par AFM du NiTi Neo-Sentalloy IONGUARD.

Image prise sur  $49\mu\text{m}^2$  avant immersion. Rugosité de 335 nm.

(Fil de section rectangulaire 0,016" x 0,022")



**TiNi**  
**Implanté U de M**

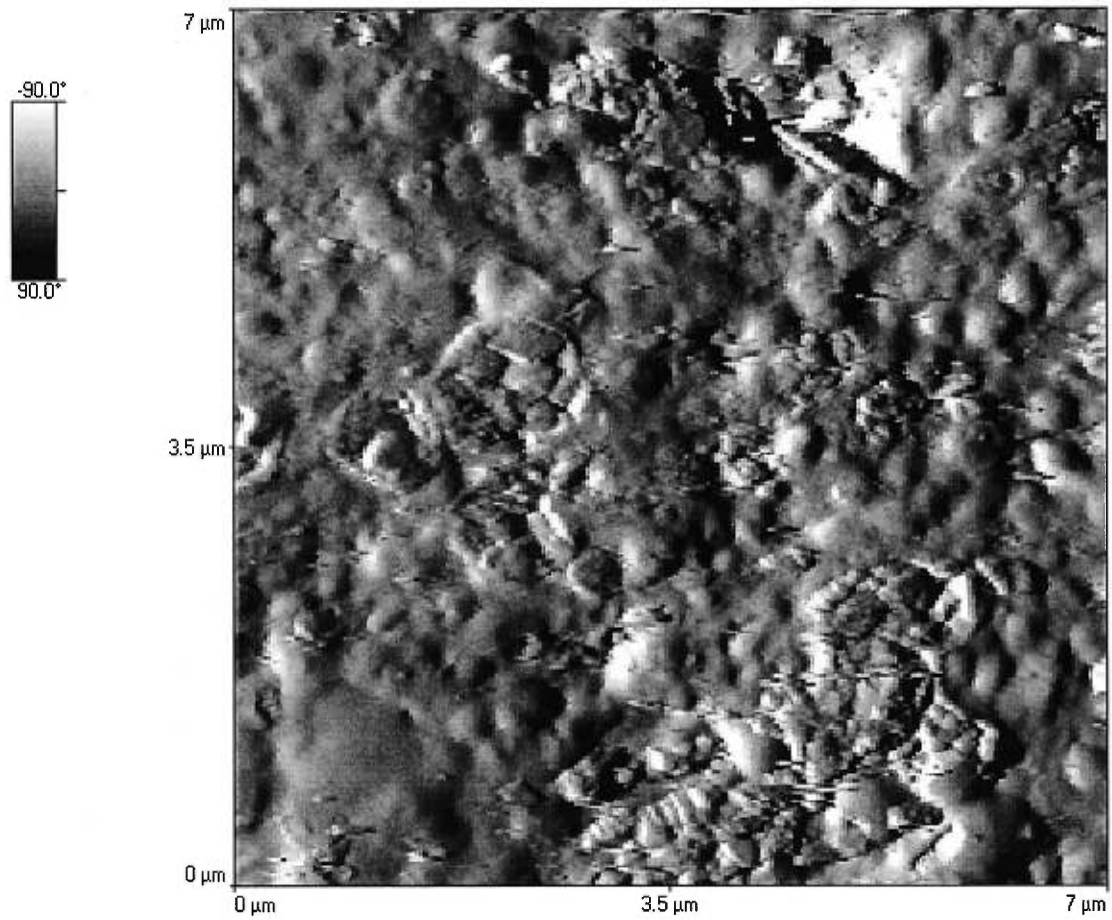


Figure 9.22 : Image par AFM du E-N-NiTi Neo-Sentalloy (expérimental, U. de Mtl).

Image prise sur  $49\mu\text{m}^2$  avant immersion. Rugosité de 983 nm.

(Fil de section ronde de diamètre 0,016")

## ANNEXE VII : ANALYSES PAR MICROSCOPIE À BALAYAGE ÉLECTRONIQUE (SEM)

Les analyses SEM ont été effectuées par Madame Sylvia Zalzal et le docteur Antonio Nanci dans le laboratoire de recherche de ce dernier à la Faculté de médecine dentaire de l'Université de Montréal. Ces analyses étaient un complément aux analyses AFM, et ce en analysant la rugosité de la surface des fils avant immersion; on voulait ainsi vérifier s'il existait un lien entre la dissolution du nickel et la topographie superficielle. Ces analyses furent effectuées à kilovoltage 2,0 avec un microscope Jeol JSM 6340F .

Les Figures 9.23 à 9.28 des fils étudiés sont représentatives des images obtenues par microscopie à balayage électronique. Chaque fil à été observé en un seul endroit mais sous trois grossissements différents. Chacune des figures comporte les trois images des divers grossissements identifiés par une lettre de la façon suivante:

« A » = Grossissement 500 X (image prise sur 244  $\mu\text{m}$  x 188 $\mu\text{m}$ )

« B » = Grossissement 2000 X (image prise sur 61  $\mu\text{m}$  x 47 $\mu\text{m}$ )

« C » = Grossissement 30000 X (image prise sur 4,1  $\mu\text{m}$  x 3,1 $\mu\text{m}$ )

La figure 9.23 est l'image du fil nickel-titane Neo-Sentalloy de GAC Intl. (section rectangulaire 0,016" x 0,022"); la figure 9.24 montre le fil nickel-titane IONGUARD de GAC Intl. (section rectangulaire 0,016" x 0,022"); la figure 9.25 est celle du fil Cu-Ni-Ti de la compagnie ORMCO (section rectangulaire 0,016" x 0,022"); la figure 9.26, elle, montre l'aspect microscopique de l'acier

inoxydable (section rectangulaire 0,016" x 0,022"). À titre d'informations, on a inclus des images des mêmes fils en nickel-titane de la compagnie GAC Intl. (section ronde de diamètre 0,016") après implantation à l'azote à l'Université de Montréal (figure 9.27) et avant implantation (figure 9.28). Encore une fois ces images servent à caractériser la surface des fils sans proposer une corrélation entre leur rugosité de surface et leur biocompatibilité. Une étude ultérieure tentera d'analyser les mêmes surfaces après immersion pour vérifier l'effet de la salive sur la piqûration.

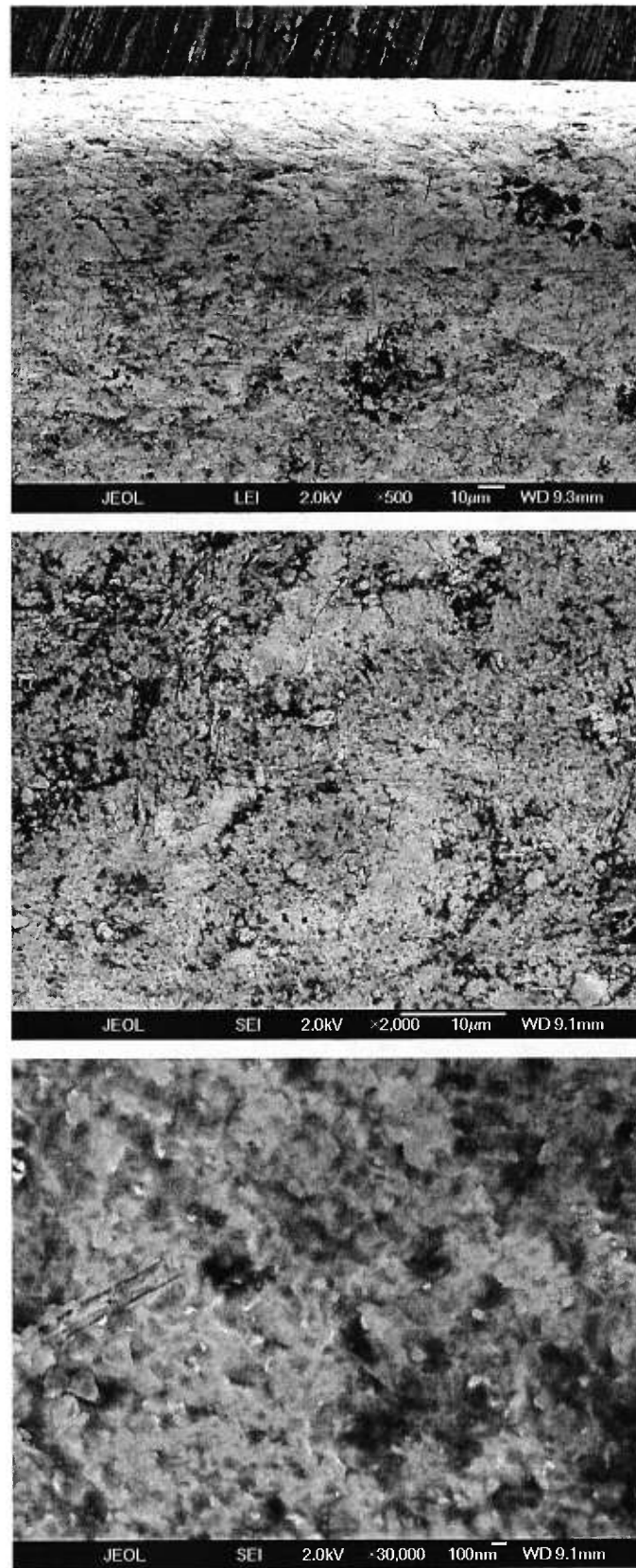


Figure 9.23 : Images par SEM du NiTi Neo-Sentalloy avant immersion.  
(Fil de section rectangulaire 0,016" x 0,022")

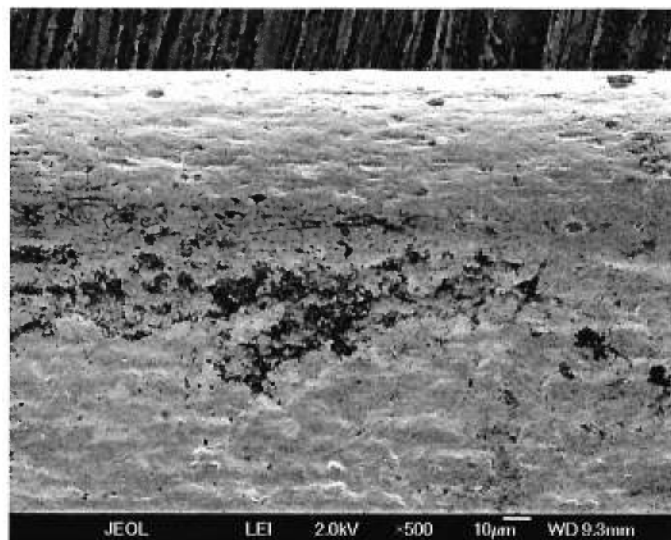
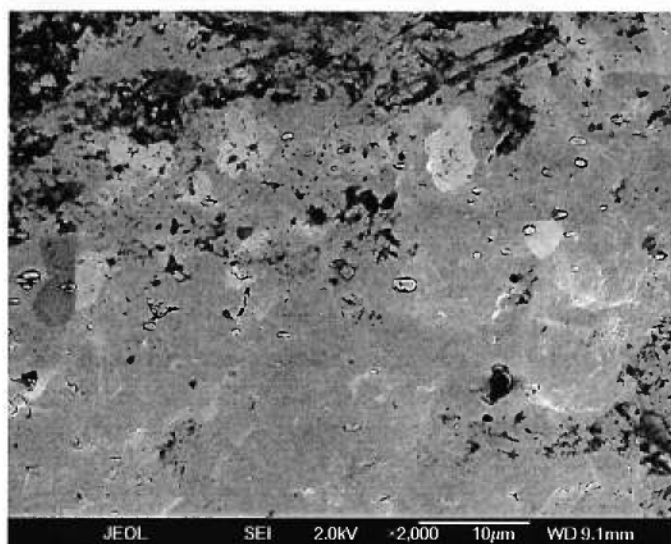
*A**B**C*

Figure 9.24 : Images par SEM du NiTi Neo-Sentalloy IONGUARD avant immersion.  
(Fil de section rectangulaire 0,016" x 0,022")

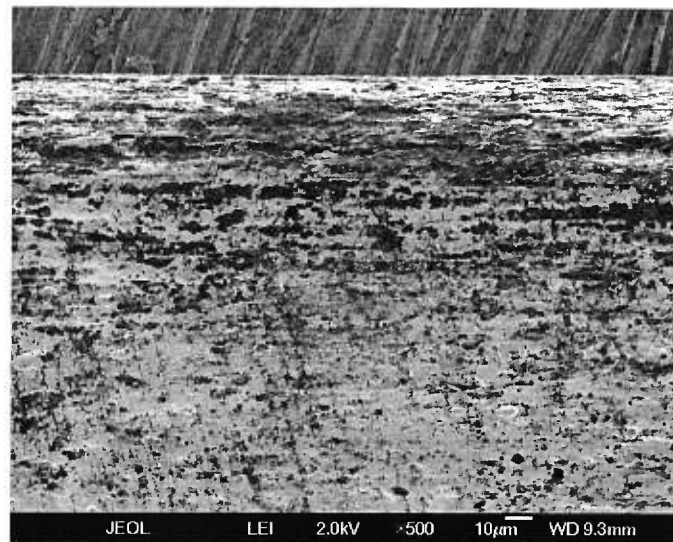
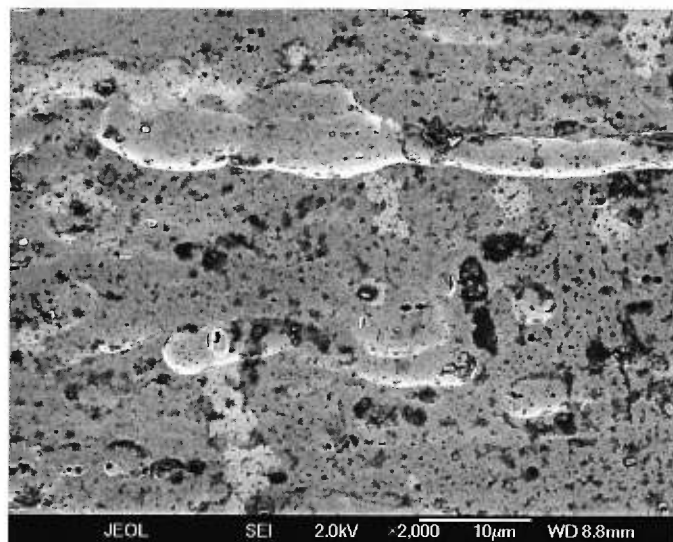
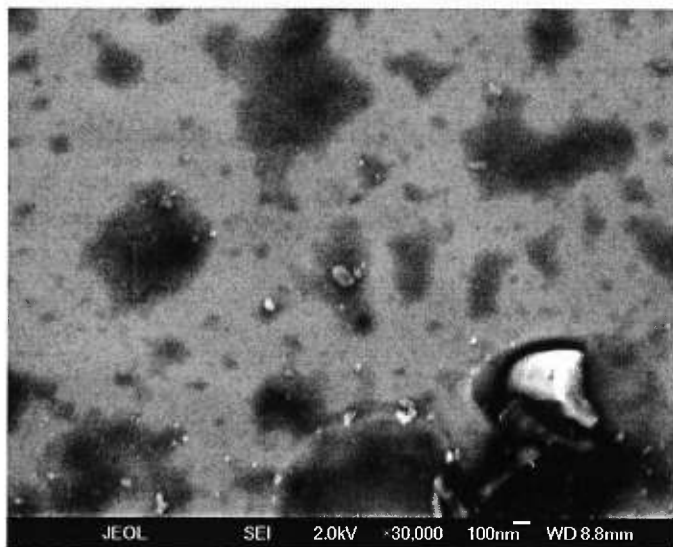
*A**B**C*

Figure 9.25 : Images par SEM du Cu-Ni-Ti avant immersion.

(Fil de section rectangulaire 0,016" x 0,022")

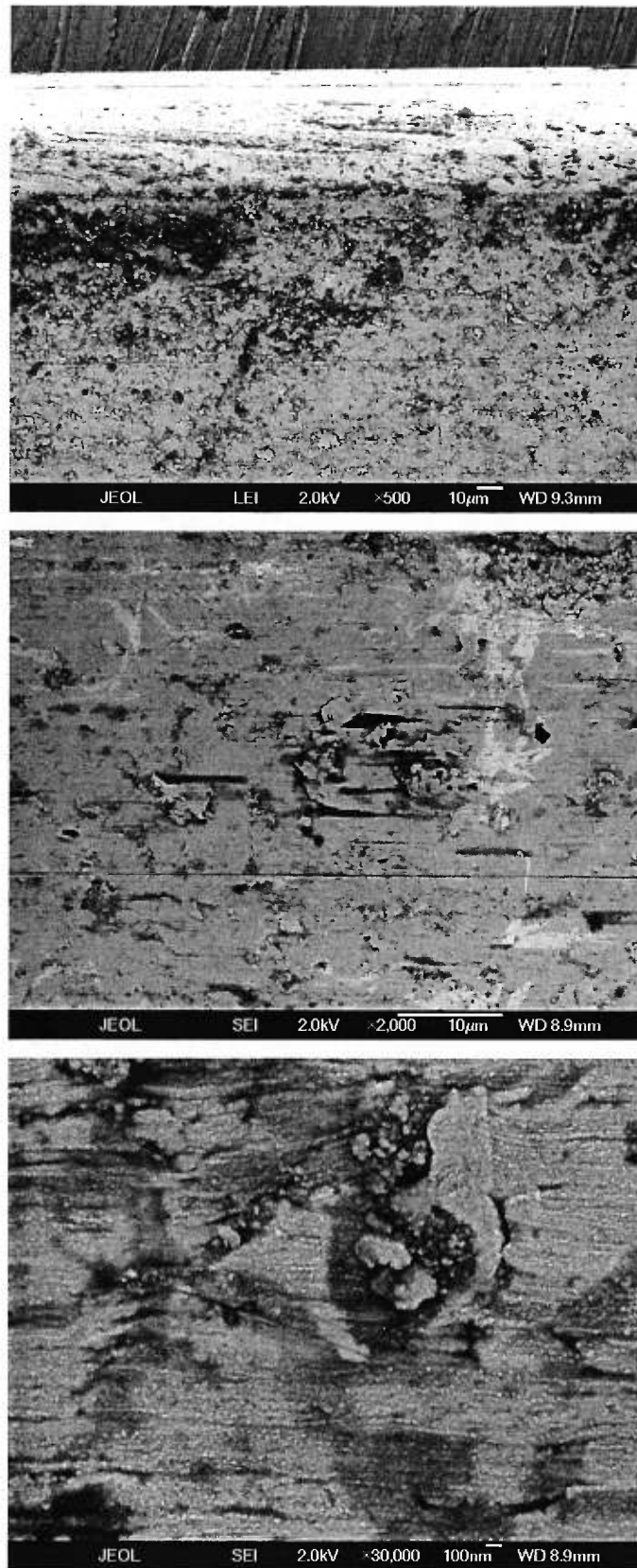
*A**B**C*

Figure 9.26 : Images par SEM de l'acier inoxydable avant immersion.  
(Fil de section rectangulaire 0,016" x 0,022")

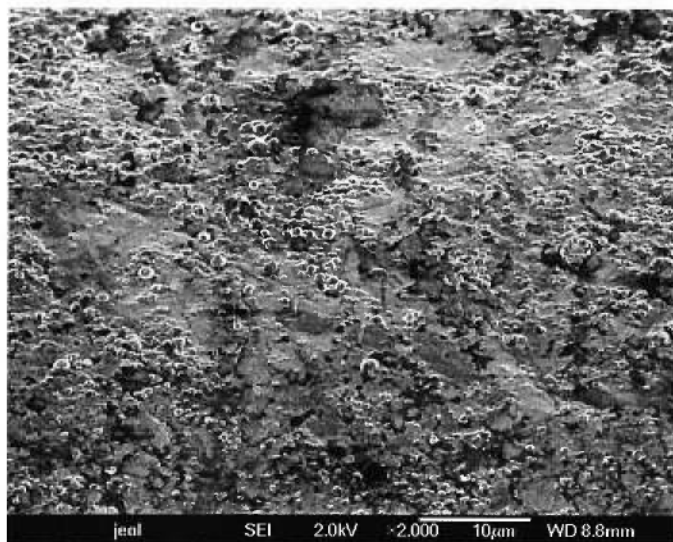
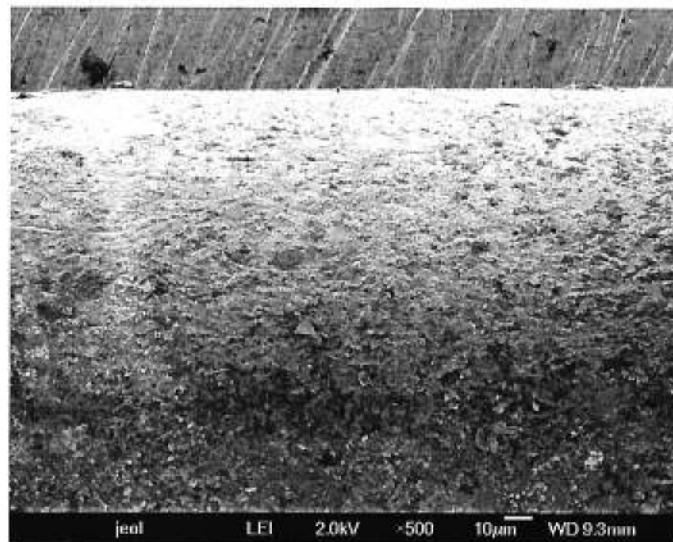


Figure 9.27 : Images par SEM du E-N-NiTi Neo-Sentalloy (expérimental U. de Mtl) avant immersion.  
(Fil de section ronde de diamètre 0,016")



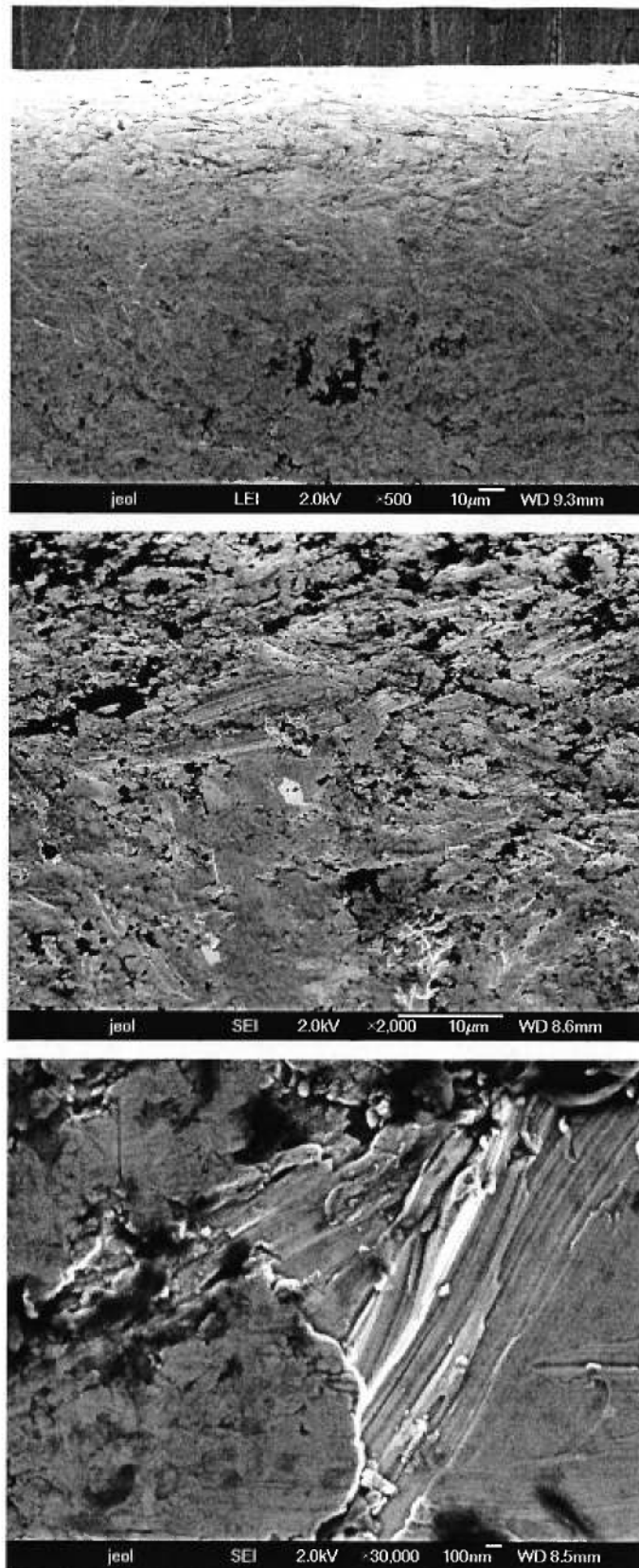


Figure 9.28 : Images par SEM du fil E-N-NiTi expérimental avant l'implantation et avant immersion.

(Fil de section ronde de diamètre 0,016")