

SHORT COMMUNICATION

SC8 - RESIDUAL STRESS EVALUATION NEAR BONE IMPLANT INTERFACE USING SYNCHROTRON DIFFRACTION

H. Citterio¹, B. Mireux^{2,3}, A. Benmarouane², T. Buslaps³, P. Millet¹, A. Lodini².

¹UFR Odontologie, LACM-DTI, Reims, France ²UFR Sciences Exactes et Naturelles, LACM-DTI, Reims Cedex 2, France ³ESRF, Grenoble, France

KEYWORDS

Implant, Hydroxyapatite, Bone, Synchrotron, Stress, X-ray

INTRODUCTION

Hydroxyapatite (HA) coatings sprayed on Ti-alloy (Ti-6Al-4V) substrate have shown a great interest in implantology. The combination of these two materials offers good osseointegration and mechanical properties. Coating process including sandblasting induces residual surface stress, which can cause failures at the interface Ti-alloy/HA [2]. We improved HA coating by spraying nanosized HA powder. This results in a nanostructured coating accelerating the bone remodelling process [3]. Investigations about the effect of texture on bone reconstitution have revealed that coatings with quality HA are superior for bone attachment because of the high number of nanosized HA crystallites. The amorphous fraction has been reduced with a heat treatment [4], thus creating more nucleation sites for bone reconstitution. Synchrotron X-rays provide a better spatial resolution than neutrons, enabling stress measurement in very thin layers, down to $0.5\mu\text{m}$ [5]. Being able to evaluate stress at this bone implant interface is of great interest because the loading on the implant influences the crystallites orientation [6]. Associated to new numerical methods, experimental techniques dedicated to the evaluation of residual stresses in the bulk and at the interfaces of materials have been improved [7]. In this work the effect of stress on bone remodelling will be investigated based on high energy X-ray diffraction.

MATERIALS AND METHODS

A nano-hydroxyapatite double side coated $20\times 11\times 2\text{mm}$ Ti-4Al-6V plate was implanted in a sheep's tibia. The sacrifice occurred three months after implantation. A certified laboratory according to ethic agreement has conducted operations.

The experiment was carried out in ID15A at the ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) using a "white beam" combined with energy dispersive diffraction. The white beam of high energy X rays is diffracted into two solid-state germanium detectors aligned in the horizontal and vertical plane respectively. The amplitude of Bragg peaks is recorded as defined by the Bragg law in terms of energy, thus we will be able to find the d-spacing from the data.

Two crossed beams define the active scattering gauge volume. The incident beam size is $0.1\times 0.1\text{mm}$. The slit opening in the scattering plane is set to 0.1mm and limited by the detector window (8mm) in the perpendicular plane. We choose a fixed diffraction angle of $2\theta=5^\circ$ which defines a very long gauge volume in beam direction and limits the spatial resolution parallel to the implant surface. We choose to put the bone-implant interface horizontally to get two diffraction directions in the interface plane with a simple rotation around the z-axis (Figure 1).

We measured two diffraction directions and then we turned the sample by 90 degrees counter clockwise around the z-axis. We had one common diffraction direction (on the z axis) in the two configurations, which can be used as a common reference. In both configurations we had 20 measurement points

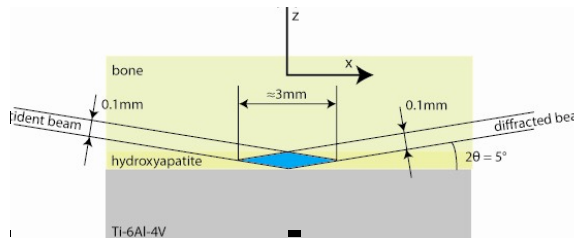


Figure 1: gauge volume definition

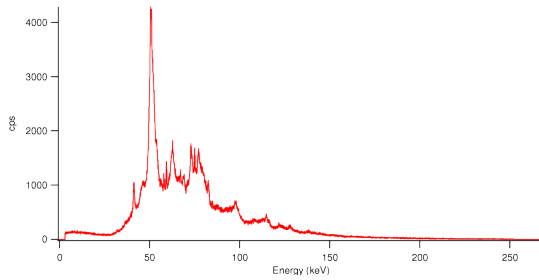


Figure 3: Energy diffraction pattern

symmetrically dispatched from 0 to 1 millimeter from the interfaces. We took one measurement point far from the interface (3mm) to have a reference. A counts-per-second (cps) vs. energy diffraction pattern (Figure 2) is obtained. In order to run a Rietveld refinement the diffraction patterns obtained in energy space were converted to 2θ -space via Q-space. The inherent approximation of the conversion from Q-space to 2θ -space is the calculation of a mean energy to define a wavelength. Subsequently the stresses had been calculated using the ISO/TTA3 standard: Polycrystalline materials – Determination of residual stresses by neutron diffraction. Although it is clearly visible in the diffraction data, the stresses related to the amorphous fraction of the bone have not been evaluated.

RESULTS

The calculated stresses are represented in

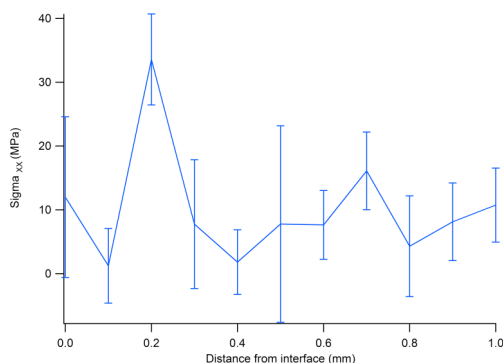


Figure 4: Calculated stresses on the x-axis

fig.3 and fig.4. The outliers have been removed to show a coherent view of the results

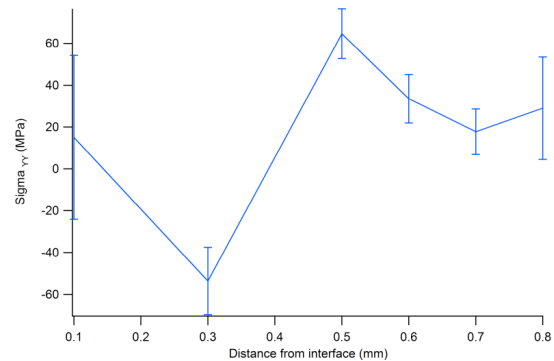


Figure 5: Calculated stresses on the y-axis

DISCUSSION

We determined that stress remains weak and vary moderately. This result was expected as the stress gradient must be very close to the interface and the chosen spatial resolution does not allow us to observe this evolution. We note that σ_{yy} shows a stronger variation than σ_{xx} , and have much more outliers too. This may be due to internal artifacts of the sample. Bone is a inhomogeneous material and presents non-uniformly distributed internal porosities over the areas of measurement. This effect is much more visible when measuring on the y-axis since it has required the beam to pass through a more important bone thickness, thus multiplying the artifacts. These porosities are thought to be the cause of such low stresses in the bone.

CONCLUSIONS

Stress evaluation at bone implant interface using high energy X-ray diffraction appears to be an interesting method to evaluate the quality of bone regeneration if we are able to use lower size gauge. Associated with texture and crystallinity index measurements, it will authorize us to compare different materials or coatings in term of bone maturation after implantation. Finally, all these measurements are realized in bulk materials which avoid stress artifact due to cross section of samples.

References

1. Mendonça G et al. (2008) *Biomaterials*, 29 3822–3835
2. Cofino B. et al. (2001) *Journal of Neutron Research*, 9 (2), 243-247

3. Citterio H et al. (2007) *Journal of Neutron Research*, 15 (3) 169-178
4. Jakani S. et al. (2007) *Journal of Neutron Research*, 15 (3) 225-229
5. Sicardy O et al. (2000) *Journal de Physique IV*, 10 Pr10-103-Pr10-113
6. Benmarouane A. et al. (2007) *Journal of Neutron Research*, 15 (3) 243-248
7. Carradó A. et al. (2001) *Journal of Neutron Research*, 9 (2) 193-200

SHORT COMMUNICATION

SC8 - EVALUATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR DIFFRACTION DE RAYONNEMENT SYNCHROTRON À PROXIMITÉ DE L'INTERFACE OS IMPLANT

H. Citterio¹, B. Mireux^{2,3}, A. Benmarouane², T. Buslaps³, P. Millet¹, A. Lodini².

¹UFR Odontologie, LACM-DTI, Reims, France ²UFR Sciences Exactes et Naturelles, LACM-DTI, Reims Cedex2, France ³ESRF, Grenoble, France

MOTS CLÉS

Implant, Hydroxyapatite, Os, Synchrotron, Contraintes, Rayons X

INTRODUCTION

Les revêtements d'Hydroxyapatite (HA) projetés par torche plasma sur alliage base titane (Ti-6Al-4V) permettent une ostéointégration rapide des implants. Cependant ce procédé de revêtement, incluant un sablage, induit une contrainte résiduelle de surface qui peut être à l'origine de rupture au niveau de l'interface Ti-alliage/HA.

Nous avons amélioré ce revêtement en projetant une poudre HA nanométrique. Il en résulte un revêtement nanostructuré susceptible d'améliorer encore le processus de remodelage osseux. Nous avons démontré qu'un nombre élevé de cristallites de HA de taille nanométrique (domaine de diffraction mesuré 90nm) était favorable en terme de texture osseuse à la cicatrisation après implantation. Le rayonnement X de haute énergie émis par synchrotron (ESRF Grenoble) va nous permettre d'évaluer les contraintes sur des couches très minces jusqu'à des épaisseurs de l'ordre de $0,5 \mu\text{m}$. Être capable d'évaluer ces contraintes à proximité de l'interface implant-os est d'un intérêt majeur car la mise en charge de l'implant influe sur l'orientation des cristallites.

MATÉRIELS ET MÉTHODES

Les implants revêtus d'hydroxyapatite nanostructurée sont sous forme de parallélépipèdes ($20 \times 11 \times 2 \text{mm}$) sont placés dans le tibia de mouton.

Le sacrifice intervient à trois mois après im-

plantation.

L'expérience a été conduite sur la ligne ID15A à l'ESRF (European Synchrotron Radiation Facility) en utilisant un "faisceau blanc" avec diffraction à dispersion d'énergie.

La taille du faisceau incident est $0,1 \times 0,1 \text{mm}$. La fente d'ouverture dans le plan de diffusion est fixée à $0,1 \text{mm}$ et limitée par la fenêtre du détecteur (8mm) dans le plan perpendiculaire. Nous avons choisi un angle de diffraction $2\theta = \text{fixe de } 5^\circ$ ce qui limite la résolution spatiale parallèlement à la surface de l'implant.

Nous avons positionné l'interface os-implant horizontalement pour obtenir deux directions de diffraction dans le plan d'interface avec une simple rotation autour de l'axe z (Figure 1).

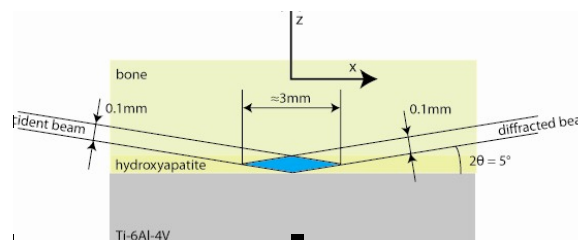


Fig. 1 : Faisceau incident et faisceau diffracté à proximité de l'interface

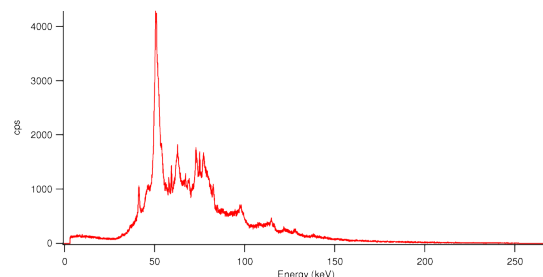


Fig. 2 : Spectre de diffraction en énergie

Nous avons enregistré un spectre de diffraction et puis nous avons tourné l'échantillon de 90 degrés dans le sens antihoraire autour de l'axe z.

Dans les deux configurations, nous avons enregistré 20 points de mesure de 0 à 1 millimètre de l'interface. Nous avons enfin pris un point de mesure loin de l'interface (3 mm) afin d'avoir une référence. Nous utilisons la méthode de Rietveld qui consiste à simuler un diffractogramme à partir d'un modèle cristallographique de l'échantillon, puis d'ajuster les paramètres de ce modèle afin que le diffractogramme simulé soit le plus proche possible du diffractogramme mesuré. Les contraintes sont évaluées ensuite en utilisant la norme ISO/TTA3: Matériaux polycristallins - Détermination des contraintes résiduelles par diffraction de neutrons. Bien qu'il soit clairement visible dans les données de diffraction, le stress lié à la fraction amorphe de l'os n'a pas été évalué

RÉSULTATS

Les contraintes calculées sont représentées sur les figures 6 et 7. Les valeurs aberrantes ont été enlevées pour montrer une vision cohérente des résultats.

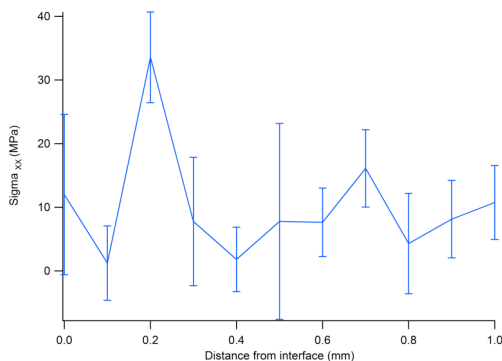


Fig. 3: Contraintes calculées dans l'axe des x

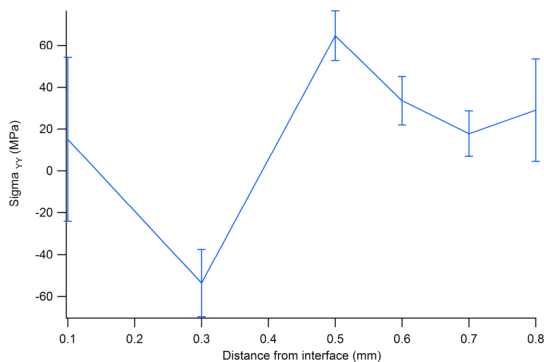


Fig. 4: Contraintes calculées dans l'axe des y

DISCUSSION

Nous avons mis en évidence que les contrain-

tes demeurent faibles et varient modérément. Ce résultat était attendu. Nous supposons que le gradient de contrainte doit être très proche de l'interface et qu'ainsi la résolution spatiale choisie ne nous permet pas d'observer son évolution. Nous notons que σ_{yy} montre une plus forte variation de σ_{xx} , et présente beaucoup plus de valeurs aberrantes. Cela peut être dû à des artefacts internes à l'échantillon. L'os est un matériau non homogène et peut présenter des porosités internes non-uniformément réparties sur les zones de mesure. Cet effet est beaucoup plus visible lorsque l'on mesure sur l'axe des y, car le faisceau doit passer par une épaisseur d'os plus importante, multipliant ainsi les artefacts.

CONCLUSIONS

L'évaluation des contraintes à l'interface implant os par diffraction des rayons X à haute énergie semble être une méthode intéressante pour évaluer la qualité de la régénération osseuse, à condition de pouvoir utiliser une jauge de taille inférieure. Associé aux mesures de l'indice de texture et de la cristallinité mises au point dans notre laboratoire, l'évaluation des contraintes nous autorisera à comparer différents matériaux ou revêtements implantaires en analysant la maturation osseuse après implantation. Enfin, toutes les mesures sont réalisées dans les matériaux massifs, ce qui évite les modifications des contraintes résiduelles dues à une section transversale des échantillons.

Bibliographie

1. Mendonça G et al. (2008) *Biomaterials*, 29 3822-3835
2. Cofino B. et al. (2001) *Journal of Neutron Research*, 9 (2), 243-247
3. Citterio H et al. (2007) *Journal of Neutron Research*, 15 (3) 169-178
4. Jakani S. et al. (2007) *Journal of Neutron Research*, 15 (3) 225-229
5. Sicardy O et al. (2000) *Journal de Physique IV*, 10 Pr10-103-Pr10-113
6. Benmarouane A. et al. (2007) *Journal of Neutron Research*, 15 (3) 243-248
7. Carradó A. et al. (2001) *Journal of Neutron Research*, 9 (2) 193-20