



Thèse

2023

Open Access

This version of the publication is provided by the author(s) and made available in accordance with the copyright holder(s).

Evaluation de la rugosité de surfaces de fracture et du cheminement de la fissure à travers la microstructure d'implants zircone fracturés en clinique

Romelli, Eric

How to cite

ROMELLI, Eric. Evaluation de la rugosité de surfaces de fracture et du cheminement de la fissure à travers la microstructure d'implants zircone fracturés en clinique. Doctoral Thesis, 2023. doi: 10.13097/archive-ouverte/unige:167976

This publication URL: <https://archive-ouverte.unige.ch/unige:167976>

Publication DOI: [10.13097/archive-ouverte/unige:167976](https://doi.org/10.13097/archive-ouverte/unige:167976)

Clinique universitaire de médecine dentaire
Division de Prothèse fixe et biomatériaux

Thèse préparée sous la direction de la Professeure Susanne SCHERRER

" Evaluation de la rugosité de surfaces de fracture et du cheminement de la fissure à travers la microstructure d'implants zircone fracturés en clinique "

Thèse

présentée à la Faculté de Médecine
de l'Université de Genève
pour obtenir le grade de Docteur en médecine
par

Eric ROMELLI

de

Onsernone, Tessin

Thèse n° 803

Genève

2023

Table des matières

1. Résumé	1-2
2. Introduction	3-5
3. Matériel et Méthode	3-18
3.1. Implants en zircone fracturés récupérés	5-6
3.2. Imagerie des surfaces de fracture par microscopie 3D numérique (Keyence VHX 5000)	7-8
3.3. Profilométrie des surfaces de fracture : profilomètre de non-contact (Cyberscan CT100)	8-12
3.4. Profilométrie des surfaces de fracture : MEB-3DSM (Sigma 300 VP)	12-16
3.4.1. Préparation des spécimens	
3.4.2. Métrologie 3DSM	
3.5. Analyse statistique des mesures de rugosité (Cyberscan CT100 et MEB-3DSM)	17
3.6. Imagerie des surfaces de fracture par MEB : fracture intergranulaire vs transgranulaire	18
4. Résultats	18-35
4.1. Imagerie des surfaces de fracture par microscopie 3D numérique (Keyence VHX 5000)	18
4.2. Profilométrie des surfaces de fracture (Cyberscan CT100)	19-29
4.3. Profilométrie par MEB-3DSM	29-33
4.4. Fracture intergranulaire vs transgranulaire (MEB)	33-36
5. Discussion	36-39
6. Conclusion	39
7. Références	40

1. Résumé

Objectifs :

Les implants en zircone type 3Y-TZP ont été progressivement mis sur le marché pour proposer une alternative aux implants métallique en titane. L'utilisation mondiale de ceux-ci reste toutefois assez faible, due principalement à une ténacité nettement inférieure aux implants en titane. Lorsqu'un implant en zircone se rompt sous l'effet de la mastication et que la pièce fracturée est récupérée, il est intéressant de faire une analyse complète de cette pièce afin de comprendre les raisons de l'échec prématuré. L'unité des biomatériaux de la division de Prothèse fixe et biomatériaux, au sein de la Clinique universitaire de médecine dentaire, a pu collecter 15 implants en zircone cassés cliniquement provenant de quatre fabricants différents. Ces implants ont, dans un premier temps, été analysés par la fractographie pour trouver l'origine de la fracture, c'est-à-dire le point de départ de la fracture sur chaque surface de fracture d'implant zircone. Les résultats fractographiques ont été publiés par notre groupe en 2019 ¹, mais ont également soulevé d'autres questions scientifiques. En effet, l'apparence optique des surfaces de fracture de ces implants était plutôt lisse pour deux marques d'implants et plutôt rugueuse pour les deux autres. Ainsi, les objectifs de cette recherche étaient de regarder plus en détail la surface de fracture des différents implants en zircone au niveau microscopique et nanométrique afin de mieux comprendre ce qui expliquerait cette apparence plus lisse ou plus rugueuse d'une surface de fracture en termes de rugosité, mais aussi d'identifier le mode de propagation de la fissure en relation avec la microstructure du matériau.

Matériel et méthode :

Sur un total de 15 implants zircone cassés cliniquement, 14 ont été utilisés dans cette thèse. Les implants récupérés par marque étaient 9 implants Axis (molaires et prémolaires), 3 implants Z-Systems (incisives), 1 implant Straumann (incisive) et 1 implant SDS (molaire). Les surfaces de fracture des implants ont été analysés par un profilomètre de non-contact (Cyberscan CT 100) au niveau de quatre zones d'intérêt réparties entre 0.4 mm et 2 mm au-dessus de l'origine de la fracture. Les paramètres de rugosité Ra, Rp, Rq ont été extraits des diverses zones d'intérêt et les résultats comparés entre les implants de même marque, et entre les marques d'implants. La rugosité de surface a également été évaluée au niveau nanométrique dans une zone centrale d'intérêt en utilisant le microscope électronique à balayage (MEB) à un grossissement de 5000 x et un programme de métrologie intégré (3DSM). Finalement, le mode de fracture à travers la microstructure de la zircone sur les surfaces de fractures des divers implants en zircone a été évalué à partir d'images de MEB (15'000 x) afin de déterminer le pourcentage de fracture intergranulaire ou transgranulaire dans le matériau.

Résultats :

Les paramètres de rugosité de la surface de fracture tels que mesurés par le profilomètre de non-contact ont montré des valeurs de rugosité faibles pour les implants Axis et SDS. Celles-ci n'étaient pas significativement différentes entre elles et entre les deux marques, confirmant l'apparence lisse déjà observée optiquement. Les paramètres de rugosité pour Z-Systems et Straumann étaient significativement plus élevées que celles de Axis et SDS, confirmant leur apparence plus rugueuse. Il n'y avait pas de différence significative entre ces 2 marques. Les valeurs de rugosité moyenne Ra, Rp et Rq obtenues à l'échelle nanométrique par le MEB et un programme d'analyse de métrologie de surface (3DSM) a confirmé que les valeurs Ra, Rq et Rp suivent la même tendance observée sur le profilomètre de non-contact, à savoir que Axis et SDS ont une rugosité moyenne significativement plus faible que Straumann et SDS. Le mode de fracture trans et intergranulaire visualisé par les images de MEB à 15'000 x a montré pour les implants Axis et SDS un rapport 60% / 40 % de trans/intergranulaire, tandis que Z-Systems et Straumann avaient un cheminement de fracture à dominance intergranulaire.

Conclusion :

Pour la première fois dans la littérature, la rugosité de surfaces de fracture d'implants en zircone cassés cliniquement a été mesurée par profilométrie de non-contact à l'échelle microscopique et par métrologie 3D optique à l'échelle nanométrique. L'apparence optique plus lisse des surfaces de fracture des implants Axis et SDS a été confirmée par des valeurs de rugosité faibles, tandis que les implants Straumann et Z-Systems avaient des valeurs significativement plus élevées. Le mode de cheminement de la fracture à travers la microstructure des divers implants a montré un mode mixte trans et intergranulaire avec une dominance transgranulaire pour les implants d'apparence lisse (Axis et SDS) et intergranulaire pour les implants plus rugueux (Straumann et Z-Systems). Une fracture intergranulaire indique une jonction entre les grains de faible résistance favorisant ce mode de fracture. Un cheminement par clivage à travers des grains de zircone (transgranulaire) ou à la jonction (intergranulaire) est lié à la contrainte de rupture et à la microstructure de la zircone. Toutefois, une généralisation précisant qu'une rupture transgranulaire représente une surface de fracture d'apparence plutôt lisse ne peut pas être faite. La signification de ces différences est à remettre dans le contexte clinique de l'énergie de rupture de ces implants. Straumann et Z-Systems, avec des surfaces de fracture plus rugueuses étaient des implants de petit diamètre (3.3) au niveau des incisives supérieures, tandis que SDS et Axis étaient de diamètres plus larges sur molaires et prémolaires (diamètres de 5.0 et 4.1 mm). Il est possible que les moments de force et concentrations de contraintes, générés sur les implants de petit diamètre aient contribué à une surface de fracture d'apparence plus rugueuse pour ces deux marques d'implants.

2. Introduction

La zircone (ZrO_2) stabilisée avec 3 moles % de Y_2O_3 , communément appelée 3Y-TZP (de l'anglais : tetragonal zirconia polycrystal) est utilisée pour la fabrication d'implants dentaires depuis plus de 15 ans et représente une alternative de traitement aux implants en titane comme l'attestent diverses revues systématiques ²⁻⁵. Les raisons majeures d'utilisation de la zircone 3Y-TZP comme matériau céramique pour des implants en lieu et place du titane sont d'une part son excellente ostéointégration et sa biocompatibilité exceptionnelle au niveau des tissus mous ⁶, ainsi que ses propriétés esthétiques et optiques supérieures (pas de métal visible en cas de récessions). Parmi les céramiques zircone, la 3Y-TZP est la plus résistante et la plus tenace grâce à sa capacité de transformation de phase cristallographique lors de contraintes mécaniques rendant le matériau plus résistant à la propagation d'une fissure ^{7,8}. Elle est ainsi considérée comme une céramique structurelle, biocompatible avec de multiples applications dans le milieu biomédical dentaire ^{9,10}. D'un point de vue du matériau, tous les implants en zircone 3Y-TZP sur le marché ne sont pas identiques et leurs propriétés vont dépendre du procédé de fabrication, de la composition chimique de la poudre, de son compactage, des conditions de sinterisation, de la dimension finale des grains de zircone, des phases cristallines présentes (tétragonale, cubique) et finalement de la texture de surface pour favoriser l'ostéointégration des implants ⁸.

Les études cliniques qui rapportent la survie d'implants en zircone existent mais sont peu fréquentes ^{3,11,12}. Les échecs cliniques sont principalement liés à des non-intégrations après chirurgie ou pertes de l'intégration après application de forces masticatoires ³. Bien que rare, les implants en zircone peuvent aussi casser ^{1,13,14}. La récupération des pièces fracturées *in situ* permet l'analyse par de la microscopie optique (stéréo), 3D numérique ou microscopie électronique à balayage (MEB) des surfaces de fracture en utilisant la fractographie afin comprendre le phénomène de rupture du matériau et remonter à l'origine de la fracture ^{15,16}. Quelques rares publications existent ayant analysé les surfaces de fractures d'implants en zircone 3Y-TZP en utilisant la fractographie ^{1,13,14}. La fractographie se base sur la reconnaissance de marques caractéristiques visibles sur la surface de fracture correspondant au cheminement de la fissure et qui permettent de remonter à l'origine de la fracture¹⁶. Ces marques proviennent du cheminement de la fissure à travers le matériau avec des petites différences de plans de propagation en fonction de la microstructure de la céramique et des tensions locales, laissant à la surface de fracture apparaître des sortes de lignes ou marques caractéristiques qu'on appelle des « hackle » indiquant la direction de propagation de la fissure. La cartographie de ces marques permet de remonter à l'origine de la fracture qui correspond à une zone de concentration maximale de contrainte de tension ¹⁵.

Dans une publication récente ¹, notre groupe de recherche de l'Unité des biomatériaux de la Division de Prothèse fixe et biomatériaux à la Clinique universitaire de médecine dentaire a pu analyser 15 implants 3Y-TZP fracturés cliniquement, provenant de 4 fabricants différents (Straumann, Axis Biodental, Z-Systems, SDS), en utilisant la fractographie. Pour tous les implants, l'origine de la fracture, le cheminement de la fracture et les marques caractéristiques ont été établies et ont montré que ces implants quel que soit leur procédé de fabrication et design ont tous fracturé de la même manière, c'est-à-dire en flexion avec des contraintes parfois accentuées par des contacts occlusaux excentriques engendrant des moments de forces plus importants. Toutefois, la surface de fracture montrait des différences visuelles d'apparence lisse ou rugueuse entre les diverses marques de fabricant d'implant zircon. Ces apparences proviennent normalement d'une différence microscopique du cheminement de la fissure à travers la microstructure du matériau. Une fracture qui se propage à la jonction entre les grains de zircon est appelée fracture intergranulaire et aura tendance à montrer une surface plutôt rugueuse. A l'inverse, une fracture qui passe à travers les grains est appelée transgranulaire et l'aspect de la surface de fracture sera plutôt lisse. De plus, sur les céramiques polycristallines comme la zircon, plus la contrainte de rupture est importante, plus grande sera l'énergie stockée dans la zircon et plus les marques caractéristiques à la surface de fractures seront visibles¹⁶. L'aspect de la surface de fracture sera plutôt lisse avec peu de marques caractéristiques en cas de fracture à faible énergie ou plutôt rugueuse lors d'énergies de fractures élevées ¹⁶. Les amorces de fissures dans les zones soumises à de la tension avec croissance jusqu'à une dimension critique engendrant la rupture du matériau vont dépendre des sollicitations mécaniques cycliques lors de la mastication, du design de l'implant et du procédé de fabrication de l'implant zircon¹.

L'analyse par la fractographie des implants zircon cassés durant leur fonction clinique dans notre étude ¹ n'a pas abordé la question sur les différences de rugosité des surfaces fracturées ayant un aspect plutôt lisse ou rugueux, ni sur une analyse microscopique détaillée du mode de fracture inter ou transgranulaire pour chaque implant. Est-ce que la rugosité change le long du trajet de la propagation de la fissure pour un même implant ? Est-ce que la rugosité de surface de fracture change pour des implants d'un même fabricant si l'implant a cassé après 2 semaines ou après 8 ans ? Est-ce que la rugosité des surfaces de fracture varie en fonction du procédé de fabrication et donc du fabricant ? Est-ce que la fissure se propage à la jonction entre les grains (intergranulaire) ou à travers les grains (transgranulaire) ou une combinaison des deux ? Est-ce qu'il y a une différence dans ces modes de fracture inter ou transgranulaire entre les implants de fabricants différents ? Toutes ces questions ouvertes n'ont jusqu'à présent jamais été étudiées pour les implants dentaires en zircon 3Y-TZP fracturés cliniquement. Les résultats peuvent amener des informations complémentaires à

l'analyse fractographique déjà effectuée en ce qui concerne le phénomène de rupture, le cheminement préférentiel de la fissure (inter et transgranulaire) et les procédés de fabrication.

Ainsi les objectifs de cet article sont :

1) mesurer la rugosité de la surface de fracture d'implants zircon 3Y-TZP provenant de l'étude de Scherrer et al ¹ avec un profilomètre de non-contact. Les paramètres de rugosité (Ra, Rp, Rq) seront extraits au niveau de 4 sites couvrant le cheminement de la fissure depuis son origine. Ils seront comparés i. pour un même implant, ii. entre les implants d'un même fabricant et iii. entre les implants de fabricants différents. Les hypothèses nulles postulées sont :

Hypothèse N°1 : il n'y a pas de différence de rugosité entre les différentes zones de mesure sur la surface de fracture d'un implant.

Hypothèse N°2 : il n'y a pas de différence de rugosité entre les implants d'un même fabricant.

Hypothèse N°3 : il n'y a pas de différence de rugosité entre les implants provenant de fabricants différents.

2) déterminer à l'aide du MEB et d'un logiciel 3D de métrologie de surface (3DSM) le pourcentage de fracture intergranulaire et transgranulaire sur la surface de fracture de l'implant dans une région proche de l'origine de la fracture.

3. Matériel et Méthode

3.1. Implants en zircon 3Y-TZP fracturés récupérés

Les échantillons disponibles pour ce travail de thèse sont 14 implants en zircon monotype (pilier-implant en une seule pièce) provenant de l'étude de Scherrer et al ¹. Les pièces d'implants récupérées (Tableau 1) étaient des implants 3Y-TZP de première génération provenant de quatre fabricants différents : Axis Biodental (Monobloc Integra) ; Z-Systems (Z-Look 3) ; Straumann (PURE Ceramic Implant) ; Swiss Dental Solutions (SDS 1.0 TZP CD). Les implants étaient répartis comme suit : AXIS Biodental (N=9 ; 7 prémolaires ; 2 molaires), Z-Systems (N=3 incisives centrales), Straumann (N=1 incisive latérale) et SDS (N=1 molaire). Straumann et Z-Systems étaient des implants de petit diamètre pour les dents antérieures (3.3 mm), Axis Biodental avait un diamètre classique de 4.1 mm pour les molaires et les prémolaires, tandis que SDS avait un grand diamètre de 5.0 mm pour un implant molaire.

Tableau 1 : Implants en zircone fracturés récupérés pour les mesures de topographie de surface				
Type d'implant	Implant FDI #	Survie (mois)	Nom et diamètre de l'implant (mm)	Fabricant (marque)
AXIS 15-2w	15	0.5	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental; Les Bois; CH
AXIS 37-3w	37	0.75	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
AXIS 15-3m	15	3	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
AXIS 45-4m	45	4	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
AXIS 14-6m	14	6	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
AXIS 44-8m	44	8	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
AXIS 35-4y	35	44	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
AXIS 25-6y	25	75	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
AXIS 26-8y	26	98	Monobloc Integra (4.1)	Axis Biodental
ZS 11-2y	11	25	Z-Look 3 (3.25)	Z-Systems; Oensing; CH
ZS 21-5y	21	69	Z-Look 3 (3.25)	Z-Systems
ZS 11-9y	11	108	Z-Look 3 (3.25)	Z-Systems
PURE 22-1y	22	18	PURE Ceramic (3.3)	Straumann; Basel; CH
SDS 46-1m	46	1	SDS 1.0 TZP CD (5.0)	Swiss Dental Solutions; Kreuzlingen; CH

Les parties fracturées récupérées étaient composées de la couronne de l'implant encore cimentée sur le pilier et de la moitié supérieure de l'implant constituée du col et des premiers filets (Fig.1). Les surfaces de fracture (Fig. 1d) seront le centre d'intérêt pour les mesures de rugosité et les comparaisons entre les différents types d'implants en zircone.

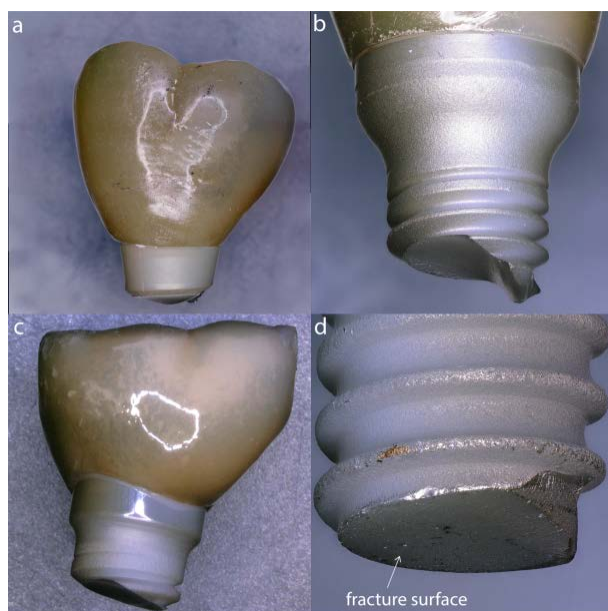


Fig. 1 : Illustration d'implants monotypes en zircone fracturés avec leurs reconstructions de couronnes. Fig. 1a : Axis Ø 4.1 mm ; Fig. 1b : Z-Systems Ø 3.25 mm ; Fig. 1c : SDS Ø 5.0 mm ; Fig. 1d : Straumann PURE Ø 3.3 mm. Les surfaces de fracture (Fig. 1d) seront le centre d'intérêt pour les mesures de rugosité et les comparaisons entre les différents types d'implants en zircone.

La méthode de fabrication pour Axis Biodental était basée sur un processus de moulage par injection suivi d'une sinterisation puis d'un pressage isostatique à chaud. Les implants de Z-Systems, Straumann et SDS ont été usinés à partir de blocs de poudre compactée et pré-sinterisée, avant d'être sinterisés suivi d'un procédé de pressage isostatique à chaud pour maximiser la densité de la zircone 3Y-TZP.

3.2. Imagerie des surfaces de fracture par microscopie 3D numérique (Keyence VHX 5000)

Toutes les surfaces de fractures ont d'abord été analysées à l'aide d'un microscope numérique 3D (Keyence VHX 5000) afin de les positionner de manière similaire dans le profilomètre pour les mesures de rugosité. La reconnaissance fractographique de deux caractéristiques clés présentes à la surface sont la courbe de compression caractéristiques de fractures en flexion et les « hackle » (mot anglophone) (Fig. 2). La courbe de compression est une large zone incurvée facilement reconnaissable et correspond à la fin de l'évènement de fracture lorsque le front de propagation de fissure pénètre une zone en compression et dévie de sa trajectoire rectiligne. Les « hackle » sont des lignes sur la surface de fracture permettant d'indiquer la direction de propagation de la fissure (dcp = direction of crack propagation) et permettent de remonter à l'origine de la fracture. Par convention dans cette recherche, la courbe de compression sera positionnée en haut et l'origine qui se trouve à l'opposé sera en bas. Un exemple est donné dans la figure 2, qui montre la surface de fracture de l'implant Axis 44. La courbe de compression correspond à la fin de l'évènement de fracture (exit).

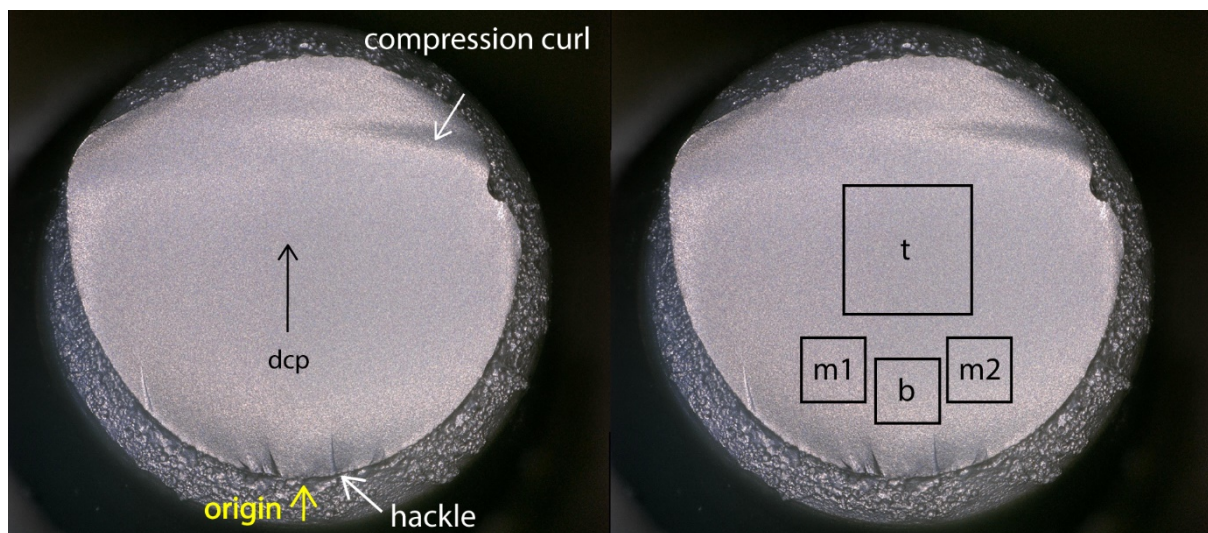


Fig. 2 : Orientation d'une surface de fracture typique d'un implant en zircone (Axis 44-8m). Par convention, la courbe de compression (compression curl) est en haut et l'origine (origin) en bas. Les hackles sont indicateurs de la direction de propagation de fissure (dcp = direction of crack propagation) indiquée par une flèche noire. Les surfaces exploitées pour l'analyse de la rugosité de surface sont représentées par des carrés noirs. Surfaces centre supérieur (t), milieu gauche (m1), milieu droit (m2) et centre bas (b).

Les zones d'intérêt pour les analyses de la rugosité de surface dans cette étude sont illustrées par des carrés noirs correspondant aux régions centre supérieur (t), milieu gauche (m1), milieu droit (m2) et centre bas (b), comme décrit plus en détail dans la section 3.3.

3.3. Profilométrie des surfaces de fracture : profilomètre de non-contact (Cyberscan CT100)

Un profilomètre de non-contact (Cyberscan CT 100 ; cyberTechnologies) (Fig. 3a) a été utilisé pour mesurer la topographie de surface et les paramètres de rugosité R_a , R_q , R_p sur des régions d'intérêt sélectionnées (b, m1, m2, t) (Fig. 3b). La sélection des quatre zones sur la surface de fracture de chaque implant en zircone est destinée à couvrir les variations de la rugosité de surface en fonction de l'emplacement (haut = t ; milieu = m1, m2 ; bas = b), de l'énergie de la rupture et de de son cheminement à travers la microstructure de la zircone.

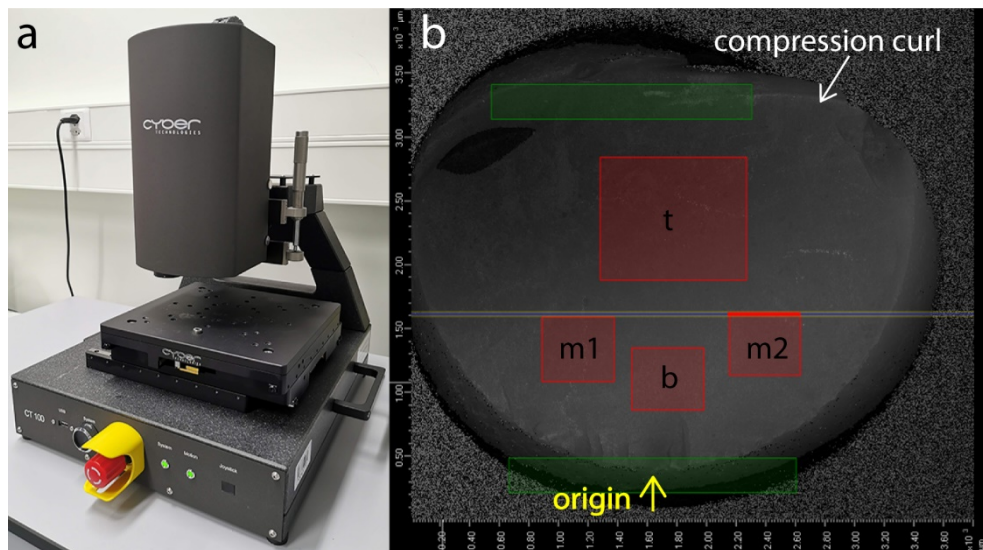


Figure 3 : Profilomètre sans contact (Cyberscan CT 100) et scan complet de la surface de fracture d'un implant en zircone. Les zones d'intérêt se trouvent dans les carrés rouges (t = centre haut ; m1 = milieu gauche ; m2 = milieu droit ; b = centre bas). L'origine de la fracture (flèche jaune) et courbe de compression représentant respectivement le début et la fin de l'évènement de fracture de l'implant.

Les paramètres de rugosité sont mesurés sur des zones d'intérêt sélectionnées, marquées par des carrés rouges sur la Fig. 3b. Le carré supérieur (t) correspond à une surface de $1000\ \mu\text{m} \times 1000\ \mu\text{m}$ et est situé dans la partie centrale de la surface de fracture de l'implant, sous la courbe de compression. Les trois autres carrés rouges plus petits au milieu et en bas (m1, m2, b) correspondent à des surfaces de $500\ \mu\text{m} \times 500\ \mu\text{m}$. Le carré du bas (b) est situé à environ 300 à 400 μm au-dessus de l'origine de la

fracture, évitant ainsi les lignes de hackles plus grandes ne présentant pas d'intérêt dans cette recherche.

Les surfaces de fracture de 9 implants Axis, 3 implants Z-Systems, 1 implant SDS et 1 implant Straumann PURE ont été mesurés avec le profilomètre. Celui-ci utilise un laser ou un capteur de lumière blanche qui émet sur une plateforme de granit à mouvement x-y. Deux capteurs (600 μm et 6000 μm) sont disponibles avec une résolution allant jusqu'à 3 nm, une plage de mesure allant jusqu'à 25 mm et une zone de balayage de déplacement maximale de 150 mm dans les directions x et y avec une résolution latérale de 0.05 μm .

La procédure de balayage de la surface fracturée a été standardisée et les paramètres optimisés afin d'obtenir les résultats les plus précis. Ainsi, le capteur de 600 μm a été utilisé pour scanner approximativement les deux tiers de la surface de fracture de l'implant, à l'exception de la zone de la courbe de compression (Fig. 3). La longueur de déplacement (qui correspond au diamètre de l'implant) a d'abord été sélectionnée. Le paramètre suivant à définir était la taille du pas de balayage, c'est-à-dire la distance entre deux points de donnés. Le plus petit pas de 1 μm a été choisi pour obtenir un maximum de précision dans le balayage et collecter un maximum de points de données. Un temps d'exposition de 2 ms a été choisi afin d'obtenir une image claire et visible. Le dernier paramètre important à régler était le seuil. L'intensité de la lumière réfléchie est mesurée en plus du calcul de la position et de la hauteur du point de mesure. Lorsque la lumière pénètre dans un matériau, une partie de celle-ci sera absorbée en fonction de la translucidité du matériau. Comme les céramiques de zircone sont des matériaux présentant une certaine translucidité, il est important de régler ce paramètre de manière adéquate. Le seuil est utilisé pour filtrer les fractions de lumière réfléchie de faible intensité. Si le seuil est réglé trop bas, le capteur peut détecter plus d'un signal (plusieurs signaux de faible intensité). Par conséquent, un seuil de 0,3 % a été déterminé à partir des scans préliminaires comme étant la valeur optimisée. Enfin, le temps de balayage pour chaque implant a duré environ 12 heures. Le Tableau 2 résume les paramètres de balayage avec le Cyberscan de la surface de fracture de chaque implant d'étude.

Tableau 2 : Résumé des paramètres de balayage (Cyberscan) de la surface de fracture de l'implant. La longueur du trajet est fonction du diamètre de l'implant.			
Longueur de déplacement (mm)	Taille du pas (μm)	Temps d'exposition (ms)	Seuil (%)
3 à 5	1	2	0.3

Les paramètres de rugosité sélectionnés dans le profilomètre de non-contact sont le R_a , R_p et R_q et définis comme suit (Fig. 4):

R_a : moyenne arithmétique de la valeur de rugosité. C'est la valeur de rugosité la plus communément utilisée. Elle correspond à une évaluation moyenne de l'amplitude de rugosité.

R_p : hauteur maximale moyenne des pics sur une longueur évaluée

R_q : racine carrée moyenne de la rugosité de surface, ce qui correspond à la déviation standard de la distribution de la rugosité, apporte une valeur plus physique à la rugosité mais donne la même information que R_a

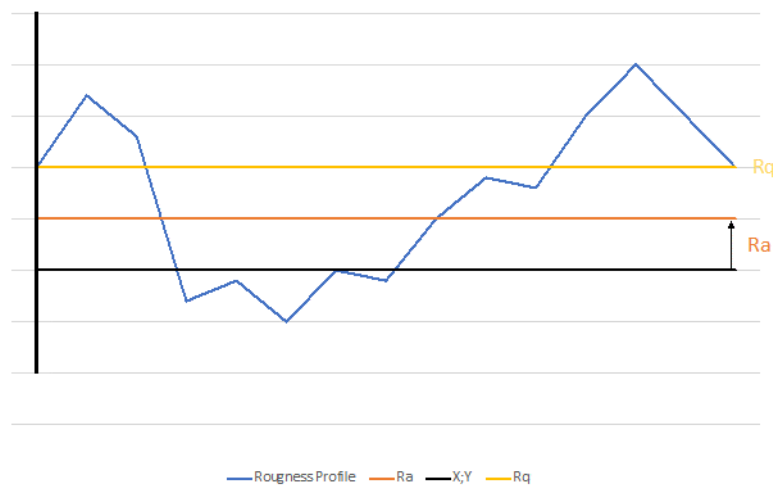


Fig. 4 : Représentation schématique d'un profil de rugosité de surface (courbe bleu) avec les mesures de R_a et R_q .

Le logiciel de métrologie du Cyberscan calcule des paramètres de rugosités moyens (R_a , R_p , R_q) de chaque surface sélectionnée (t , m_1 , m_2 , b) en suivant des profils verticaux et horizontaux avec un pas de scan tous les $1\ \mu\text{m}$ (Fig. 5a). Toutefois, la fracture se propageant de bas (origine) vers le haut (courbe de compression) 5 profils individuels horizontaux, donc perpendiculaires au front de propagation de la fissure, ont ensuite été tirés manuellement pour chaque surface choisie (Fig. 5b). Pour la grande zone (t) ($1000 \times 1000\ \mu\text{m}$), cinq profils individuels horizontaux espacés tous les $200\ \mu\text{m}$ ont été générés, tandis que pour les zones plus petites (m_1 , m_2 et b , $500 \times 500\ \mu\text{m}$), cinq profils individuels horizontaux ont été générés tous les $100\ \mu\text{m}$. Pour chaque profil individuel, les paramètres de rugosité R_a , R_p , R_q ont été extraits et les moyennes calculées pour les 5 profils par surface. Les valeurs de rugosité moyenne obtenues automatiquement par le logiciel du profilomètre pour l'ensemble de la surface

(profils horizontaux et verticaux) ne seront utilisées qu'à titre d'informations comparatives aux mesures manuelles effectuées (profils individuels horizontaux) qui nous intéressent en premier lieu car ils sont tirés dans une orientation perpendiculaire au front de propagation des fissures.

Average Ra (horizontal and vertical profiles) Mean Ra, Rp, Rq (horizontal profiles)

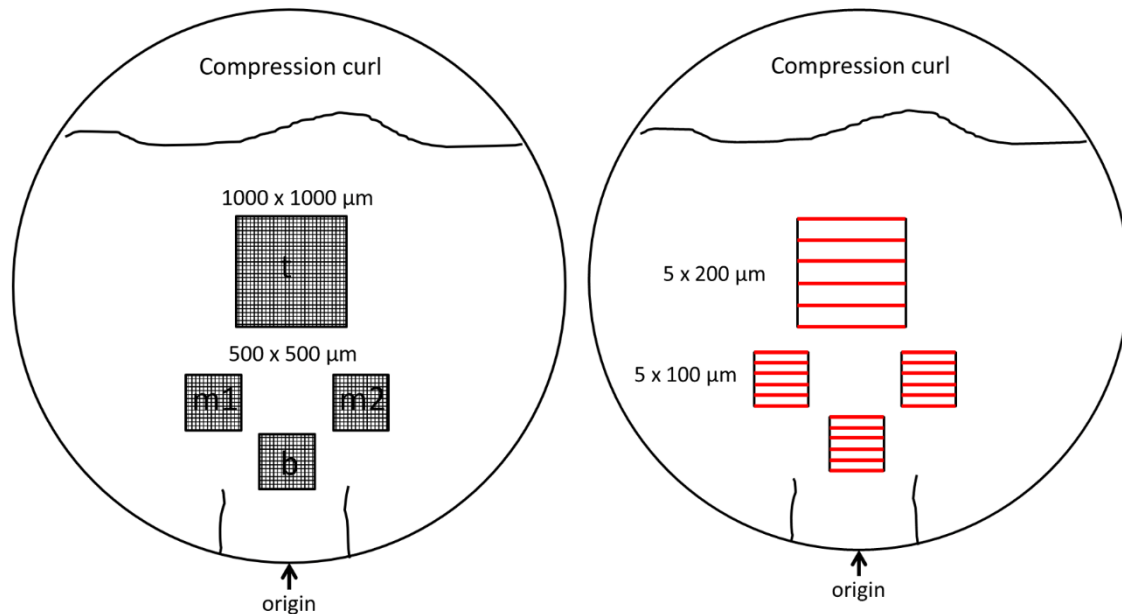


Figure 5 : Vue d'ensemble des zones d'intérêt sélectionnées (t, m1, m2 ,b) et lignes de scan pour les paramètres de rugosité. Ra moyen de profils horizontaux et verticaux des surfaces d'intérêt (Fig. 4a) fourni par le logiciel et les valeurs moyennes de Ra, Rp, Rq des 5 profils individuels dans chaque zone d'intérêt (Fig. 4b).

Dans le logiciel du profilomètre Cyberscan, chaque profil mesuré est représenté par un graphique reproduit tel qu'illustré dans la figure 6 ci-dessous. La zone délimitée rouge (P1) correspond au profil horizontal mesuré. La courbe bleue correspond au profil de la surface de facture de l'implant. La courbe violette est le profil de « waviness » (ondulation) calculée automatiquement de la zone de mesure. Celle-ci n'est pas relevée dans les résultats ne faisant pas partie des sujets de discussion. Enfin le profil de rugosité est calculé par le software et marqué horizontalement en rouge à la hauteur 0. Les valeurs de Ra, Rq et Rp seront extraites de ces données.

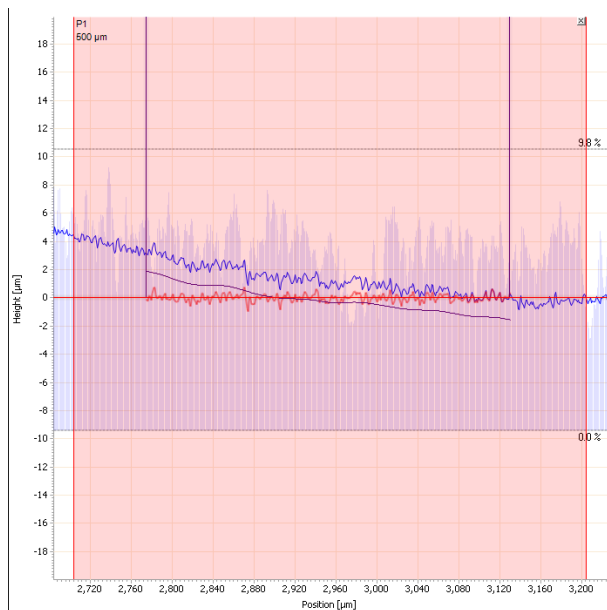


Fig. 6 : Axis 15 2w : Graphique représentant le profil de fracture.

3.4. Profilométrie des surfaces de fracture : MEB-3DSM (Sigma 300 VP)

L'évaluation de la rugosité de surface au niveau de la microstructure de la zircone (échelle nanométrique) a été réalisée à l'aide de la microscopie électronique à balayage (MEB) (Sigma 300 VP, Zeiss) et d'un logiciel de modélisation de surface 3D (3DSM v1.6.9) intégré dans le MEB. La reconstruction 3D de la topographie de surface est obtenue à partir d'un détecteur de rétrodiffusion à quatre quadrants (AsB®/4QBS) du microscope électronique à balayage. Le logiciel 3DSM utilise des algorithmes d'ombrage pour reconstruire la topographie de surface à partir de laquelle les paramètres de métrologie de surface (profils de surface et aire) sont extraits.

3.4.1 : Préparation des spécimens

Les pièces d'implants fracturés récupérés ont été nettoyés 3 minutes dans un bain à ultrasons avec de l'hypochlorite de sodium (4 %), puis 3 minutes dans de l'eau distillée et 3 minutes dans de l'éthanol pur, avant de revêtir la surface de fracture d'une fine couche d'or (20 nm) par pulvérisation cathodique (BT150, HHV) afin d'améliorer la réflectivité pour une imagerie optimale.

3.4.2 : Métrologie 3DSM

Les images initiales de la surface de fracture de l'implant sont prises en mode électrons secondaires à 10 kV. Un faible grossissement (20x) donnera une première image de situation et d'orientation (courbe de compression vers le haut, origine centrée en bas) (Fig. 7a). Une deuxième image à un grossissement de 100x (Fig. 7b) permet de mieux cibler la zone d'intérêt représentée par le carré blanc. Elle se situe

entre 300 et 400 μm au-dessus de l'origine, dans la zone d'intérêt du centre bas (zone b) utilisée pour la profilométrie avec le Cyberscan.

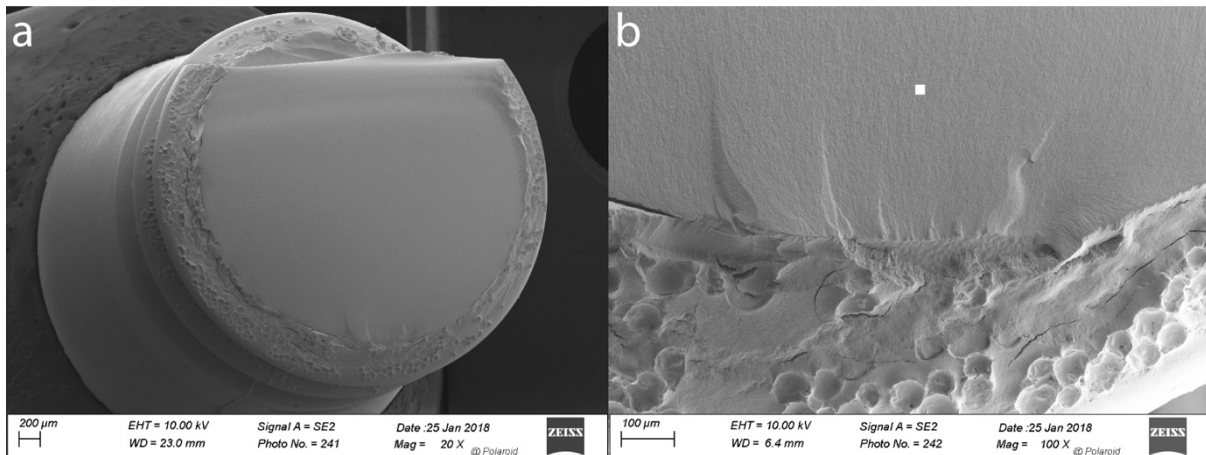


Fig. 7 : Vue d'ensemble de la surface de la fracture avec l'origine de la fracture en bas (Fig. 7a). Agrandissement à 100x et zone d'intérêt pour la métrologie 3DSM indiquée par le carré blanc au-dessus de l'origine de la fracture (Fig. 7b).

Au niveau du carré blanc (Fig. 7b) la surface de fracture sera analysée avec un agrandissement de 5000 x. Quatre images seront prises sous quatre angles différents avec un détecteur de rétrodiffusion sélectif à quatre quadrants (4QBSD).

La figure 8 illustre un exemple de ces quatre images prises à 5'000 x et qui correspondent à une surface de fracture de 17 μm x 23 μm dans la zone d'intérêt b (carré blanc). Ce grossissement à 5'000 x permettra de mesurer la rugosité au niveau microstructure à l'échelle nanométrique.

Une procédure automatisée de l'acquisition d'un profil de rugosité par imagerie MEB-3DSM est décrite étape par étape dans la figure 9. A partir de ces images 4QBSD, une reconstruction 3D de la topographie de la surface est obtenue en utilisant un algorithme shape-for-shading (3DSM, Zeiss) (Fig. 10). Ensuite, un raffinement est obtenu en supprimant les formes (Fig. 11), suivi de l'utilisation de filtres spécifiques et de l'extraction de zones pour l'évaluation métrologique (Fig. 12). Finalement un exemple d'un profil unique extrait de la surface mesuré à la hauteur de 10 μm est représenté dans la figure 13.

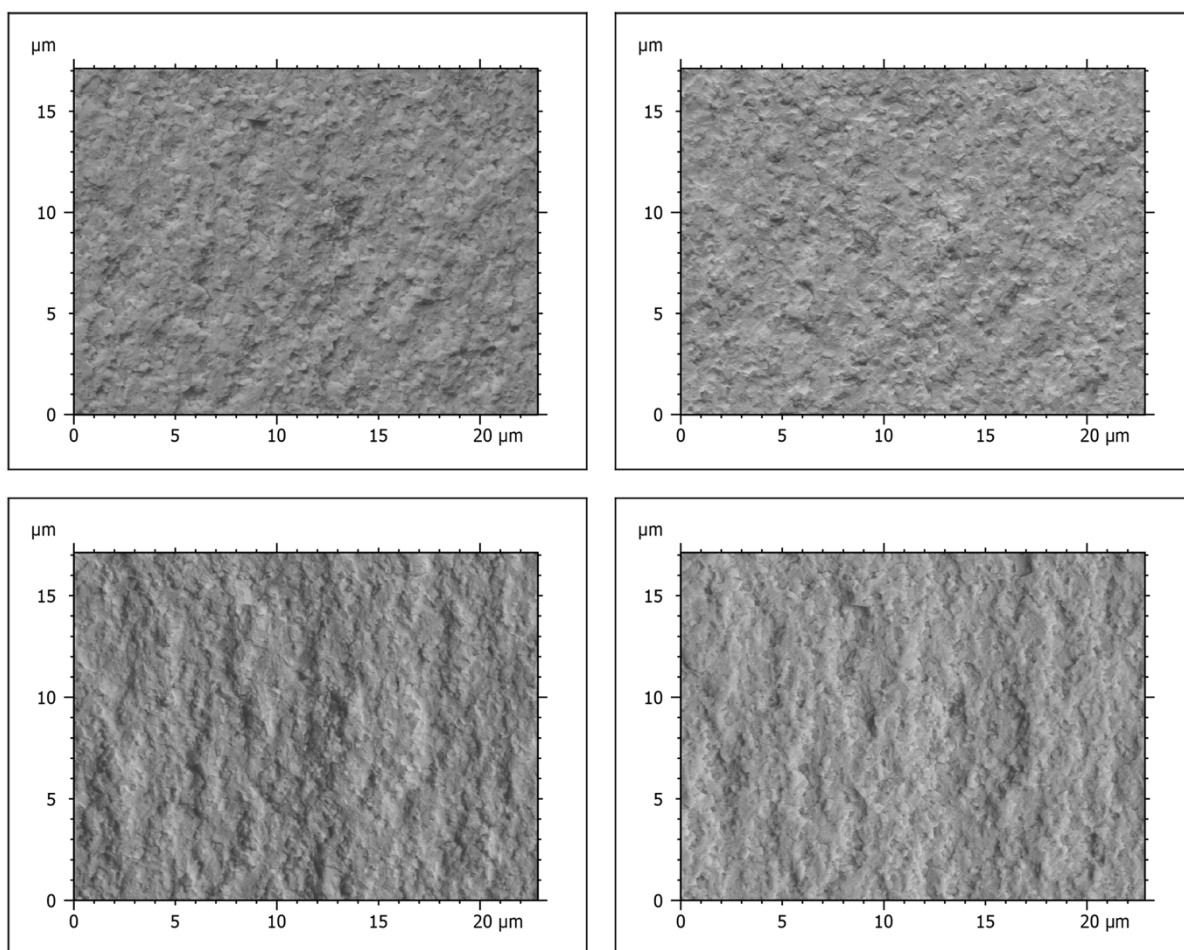


Fig. 8 : Quatre images en mode d'électrons rétrodiffusés à 5000 x sont prises sous quatre angles différents (4QBSD).

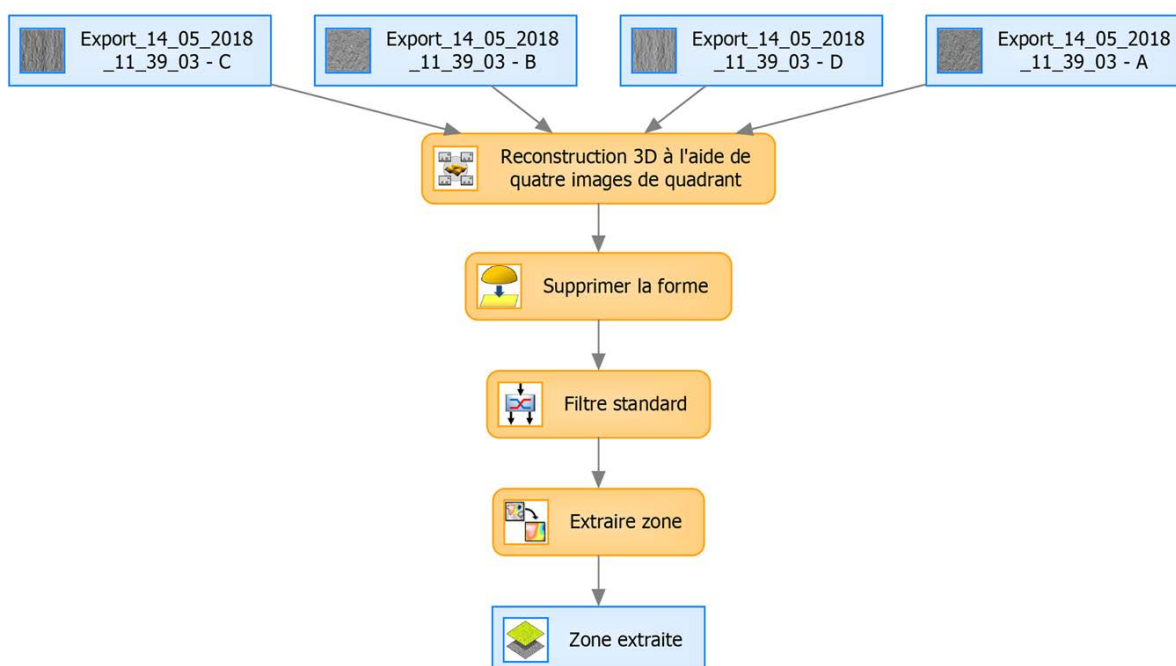


Fig. 9 : étape par étape, d'extraction de la zone de mesure à partir des images 4QBS.

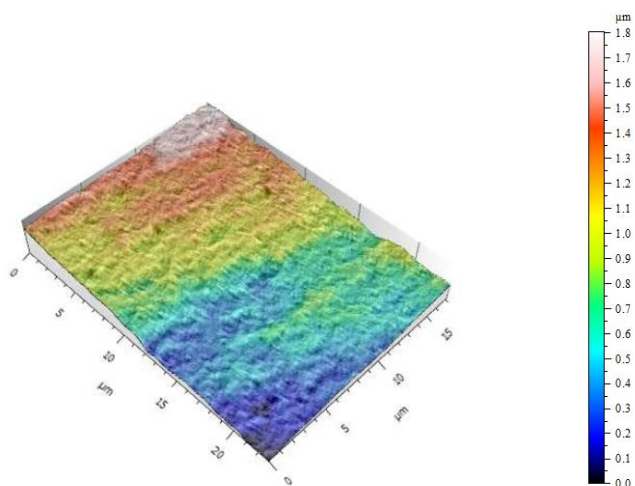


Fig. 10 : Reconstruction 3D basée sur les images 4QBS. Les différentes couleurs représentent la hauteur en μm . A noter la pente sur la surface reconstruite.

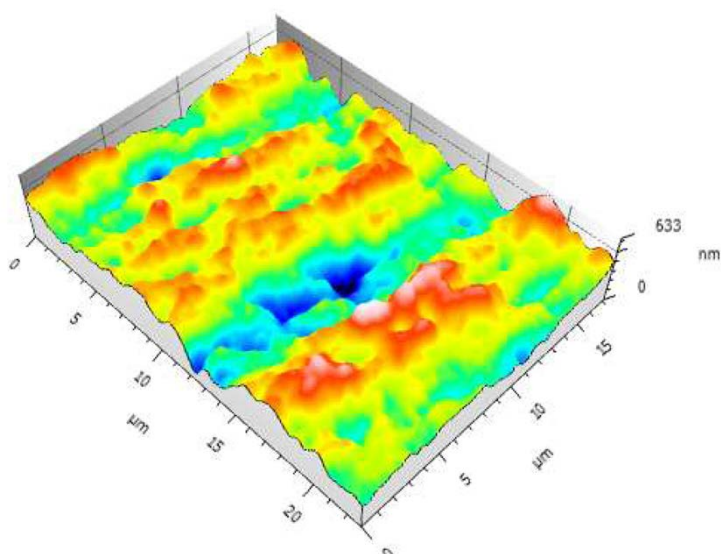
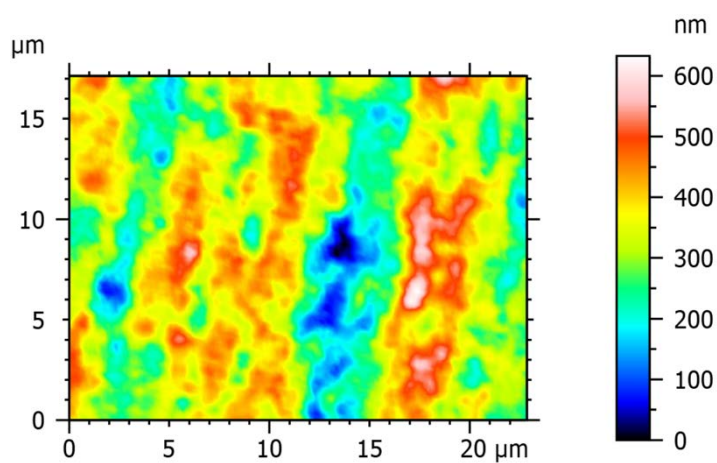


Fig. 11 : Suppression de la forme sur la reconstitution 2D (haut) et 3D (bas). Les différentes couleurs représentent les différentes hauteurs.

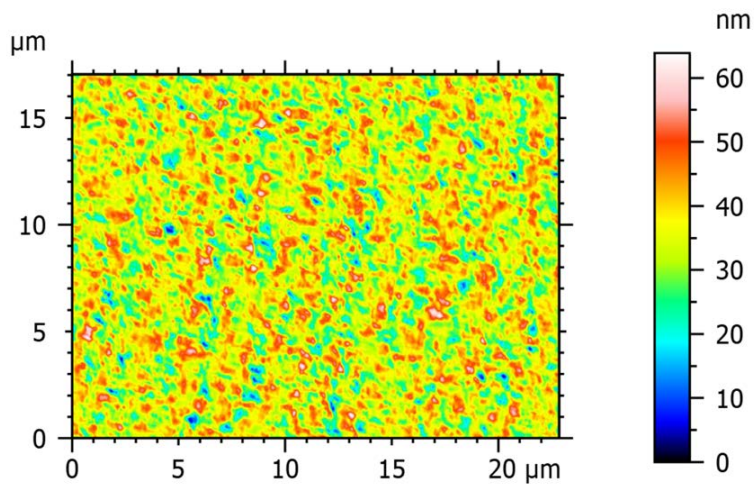


Fig. 12 : Image après filtrage standard. Les composants de rugosité et d'ondulation sont séparés. Le type de filtre utilisé est un filtre gaussien (ISO 16610-61) avec un cut-off (indice d'imbrication) de 0.8 μm . Le filtrage sert de normalisation pour les résultats.

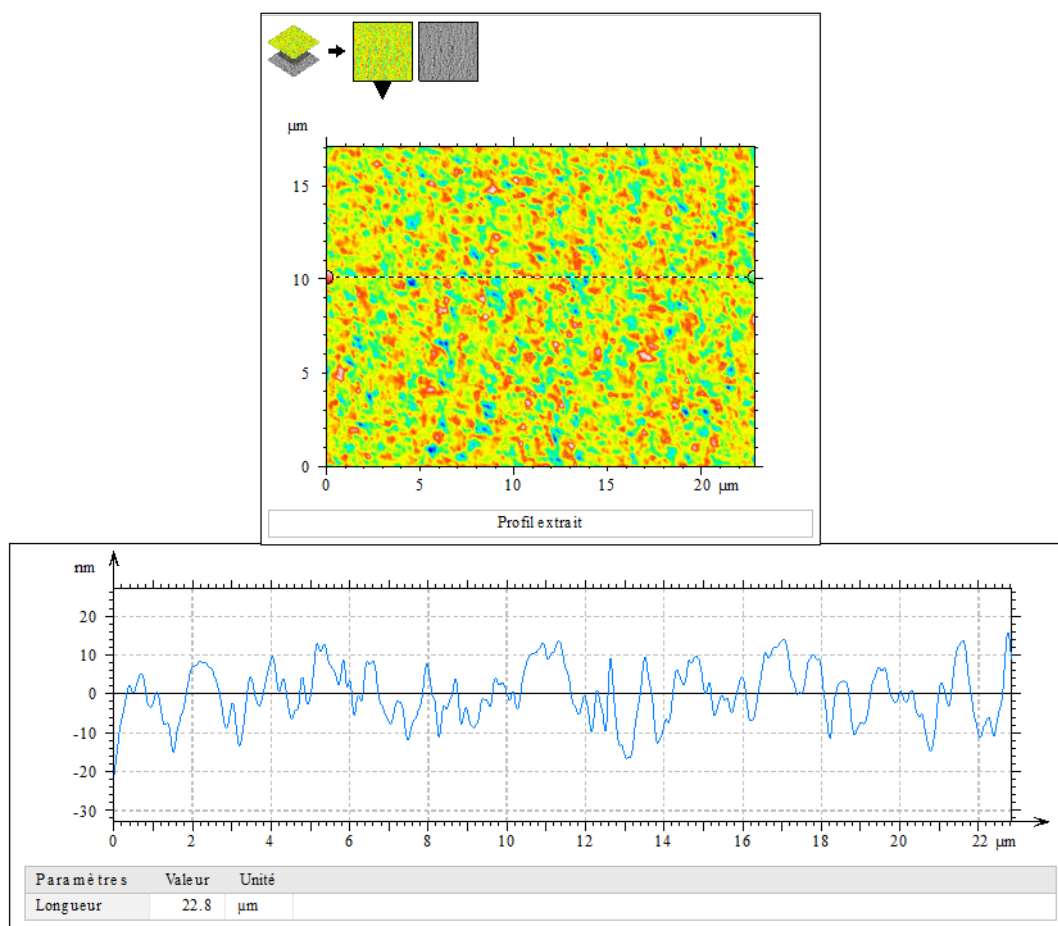


Fig.13 : Exemple de profil extrait à la hauteur de 10 μm sur l'axe Y de la surface mesurée.

3.5. Analyse statistique des mesures de rugosité (Cyberscan CT100 et MEB-3DSM)

Une analyse statistique a été effectuée avec le logiciel SPSS (IBM), version 26. La normalité de la distribution des données est vérifiée par le test de Shapiro-Wilk. Un test Duncan est ensuite utilisé pour démontrer les différences statistiques au sein des différents implants.

Pour la profilométrie par 3DSM et le Cyberscan, les variables dépendantes sont Ra, Rp et Rq et les variables indépendantes étaient le « type d'implant » (signifiant chaque implant différent) et la « marque de l'implant » (Axis, Z-Sytems, SDS, Straumann PURE). Le niveau de confiance est fixé à 95%. Une interaction entre les variables indépendantes (type d'implant et marque d'implant) significative signifie que les différences de rugosité observées entre les types d'implants dépendent de chaque marque d'implant (ANOVA à deux voies ; $p < 0.05$).

Pour les mesures avec profilométrie Cyberscan les implants sont séparés en sous-groupes

- pour chaque résultats Ra, Rp et Rq
- pour chaque zones b, m1, m2 et t

Pour la métrologie 3DSM les même séparations de sous-groupes Ra, Rp, Rq est effectuée.

3.6. Imagerie des surfaces de fracture par MEB : fracture intergranulaire vs transgranulaire

Le cheminement de la fracture à travers le matériau de l'implant peut passer soit à travers un grain de zircone, ce qui est alors appelé une fracture transgranulaire (tg), soit se propager à l'interface (jonction) entre les grains, dans ce cas il s'agit d'une fracture intergranulaire (ig). Sur une surface de fracture, les deux types de fractures inter ou transgranulaires sont présentes. Pour mesurer les pourcentages d'ig ou de tg, des images MEB sont prises à un grossissement de 10'000x ou 15'000x (Fig.14a). Afin d'estimer le pourcentage de fracture trans et intergranulaire, la surface totale de l'image est divisée en 16 secteurs et les zones de fracture intergranulaire facilement reconnaissables seront contourées comme montré en exemple sur la figure 14b. Pour chaque secteur, le pourcentage de surface de fracture intergranulaire exposée est estimé et une moyenne est calculée. La surface restante sur l'image montre une fracture transgranulaire.

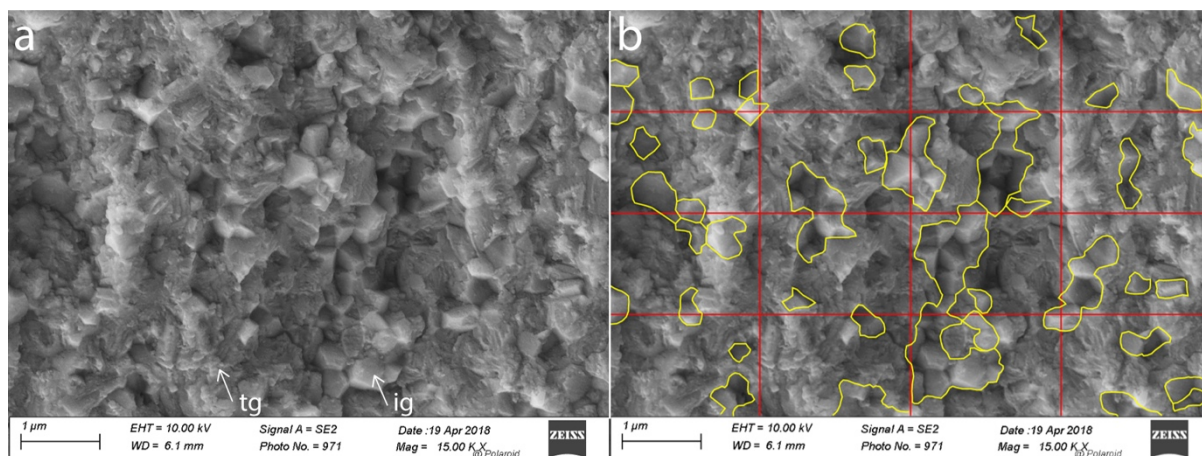


Fig. 14 : Illustration d'une image MEB à grossissement 15'000 x de la surface de fracture d'un implant zircone (a). Le cheminement de la fracture est mixte, transgranulaire (tg) et intergranulaire (ig). La surface de l'image est divisée en 16 secteurs et les zones de fracture ig sont contourées en jaune (b), la surface de fracture restante étant transgranulaire. Les estimations en pourcentage pour chaque secteur sont calculées et une moyenne relative.

4. Résultats

4.1. Imagerie des surfaces de fracture par microscopie 3D numérique (Keyence VHX 5000)

Une première prise d'image avec le microscope Keyence de la surface de fracture pour chaque marque d'implant est illustrée dans la figure 15. Les surfaces de fractures des implants Straumann (a), Z-Systems (b), Swiss Dental Systems SDS (c) et Axis Biomedical (d) montrent à faible grossissement déjà des rugosités différentes. Straumann (a) et Z-Systems (b) ont des surfaces de fracture d'apparence plus rugueuses que SDS (c) et Axis (d) plus lisses. Comme déjà expliqué dans la figure 2a, la courbe de compression est facilement identifiable en haut des images et était présente sur toutes les surfaces de fracture.

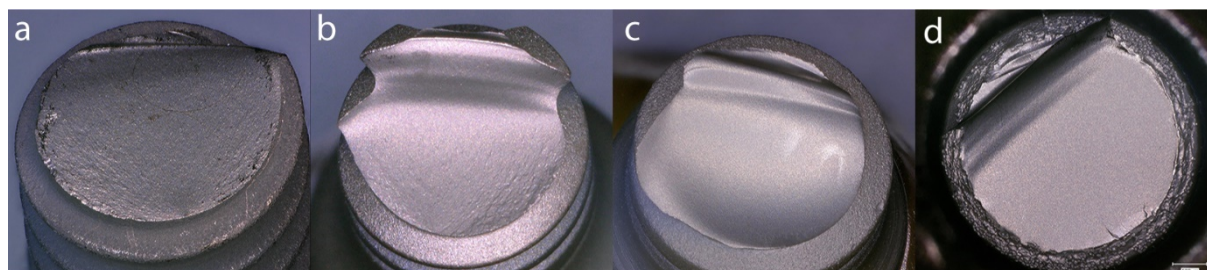


Fig. 15 : Image des surfaces de fractures de 4 implants de fabricants différents : Straumann (a), Z-Systems (b), Swiss Dental Systems (c), AXIS Biomedical (d)

4.2. Profilométrie des surfaces de fracture (Cyberscan CT100)

Le tableau 3 résume les mesures moyennes Ra, Rq et Rp obtenues pour tous les 5 profils individuels horizontaux dans chacune des zones d'intérêt (t, m1, m2, b) (N=5 par zone) pour tous les types d'implants ainsi que les valeurs moyennes de rugosité et la déviation standard (SD) calculées regroupant les 4 sites pour chaque implant. Les petites lettres d'alphabet correspondent aux résultats statistiques du test Duncan. Tout résultat comportant la même lettre n'a pas montré de différence significative. Chaque lettre correspond à un sous-groupe statistique. Ainsi, les Ra des implants Axis et SDS d'apparence lisse de surface de fracture (Fig. 15 c,d) ont une rugosité faible (Ra moyen entre 0.16 et 0.23) et ne sont pas significativement différents entre eux. Ceci est le cas pour les quatre zones Ra b, m1, m2 et t. Les implants avec surface de fracture plus rugueuse sont Z Systems et Pure. Pour PURE, le Ra moyen est de 0.51 et pour Z-Systems il varie entre 0.3 et 0.54. PURE et Z-Systems sont significativement différents de Axis et SDS. Toutefois, PURE et Z-Systems sont également significativement différents entre eux, au niveau de trois zones (b, m1, m2).

Tableau 3: Ra résultats (µm)						
Type d'implant	Ra b	Ra m1	Ra m2	Ra t	Moyenne	± SD
AXIS 15-2w	0.22 ^{b,c}	0.23 ^{a,b}	0.22 ^e	0.25 ^{a,b}	0.23	0.01
AXIS 37-3w	0.14 ^a	0.15 ^a	0.16 ^a	0.19 ^a	0.16	0.02
AXIS 15-3m	0.23 ^{c,d}	0.27 ^{b,c}	0.24 ^{c,d,e}	0.27 ^{b,c}	0.25	0.02
AXIS 45-4m	0.21 ^{b,c}	0.21 ^{a,b}	0.23 ^{d,e}	0.26 ^b	0.23	0.02
AXIS 14-6m	0.20 ^{b,c}	0.19 ^{a,b}	0.19 ^b	0.21 ^{a,b}	0.20	0.01
AXIS 44-8m	0.21 ^{b,c}	0.22 ^{a,b}	0.24 ^e	0.24 ^{a,b}	0.23	0.02
AXIS 35-4y	0.2 ^{b,c}	0.19 ^{a,b}	0.2 ^{b,c,d}	0.21 ^{a,b}	0.2	0.01
AXIS 25-6y	0.19 ^b	0.20 ^{a,b}	0.21 ^{b,c,d}	0.23 ^{a,b}	0.21	0.02
AXIS 26-8y	0.20 ^{b,c}	0.19 ^{a,b}	0.20 ^{b,c}	0.22 ^{a,b}	0.20	0.01
ZS 11-2y	0.29 ^e	0.31 ^{c,d}	0.28 ^f	0.32 ^c	0.3	0.02
ZS 21-5y	0.47 ^g	0.59 ^f	0.53 ⁱ	0.56 ^e	0.54	0.05
ZS 11-9y	0.34 ^f	0.36 ^d	0.36 ^g	0.44 ^d	0.38	0.04
PURE 22-1y	0.51 ^h	0.50 ^e	0.47 ^h	0.56 ^e	0.51	0.04
SDS 46-1m	0.25 ^d	0.22 ^{a,b}	0.21 ^{b,c,d}	0.22 ^{a,b}	0.22	0.02

Les figures 16, 17, 18, 19 représente les résultats statistiques sous forme graphique (box plots) de ces valeurs Ra pour les diverses zones d'intérêt (b, m1, m2, t). La médiane ou le 50e percentile, c'est-à-dire les valeurs en dessous desquelles 50 % des résultats se situent, est la ligne sombre au milieu de la boîte (box). Le 25e percentile, c'est-à-dire les valeurs en dessous desquelles se situent 25 % des résultats, est représenté par le bas de la boîte et le 75e percentile, c'est-à-dire les valeurs en dessous

desquelles se situent 75 % des résultats, est représenté par le haut de la boîte. Les barres en T qui partent des cases sont appelées moustaches, les lignes horizontales (t) représentent les valeurs minimales et maximales, à l'exclusion des valeurs aberrantes. Les chiffres isolés sont des valeurs aberrantes détectées par le logiciel statistique qui n'ont pas été supprimées de l'analyse pour assurer la transparence de la présentation des données. Les cercles représentent les valeurs extrêmes et sont appelés valeurs aberrantes légères, elles sont définies comme des valeurs qui ne tombent pas dans les moustaches. Les astérisques sont des valeurs extrêmes, ils apparaissent dans le graphique lorsqu'il y a des valeurs supérieures à 3 fois la hauteur des cases.

Dans la figure 16 ci-dessous nous observons une distribution de rugosité dans la zone d'intérêt b similaire pour les implants Axis et SDS, faisant partie des premiers sous-groupes (a,b,c,d) (cf. tableau 3). Les implants ZS et PURE sont plus rugueux et font partie des sous-groupes (e,f,g,h) (cf. tableau 3).

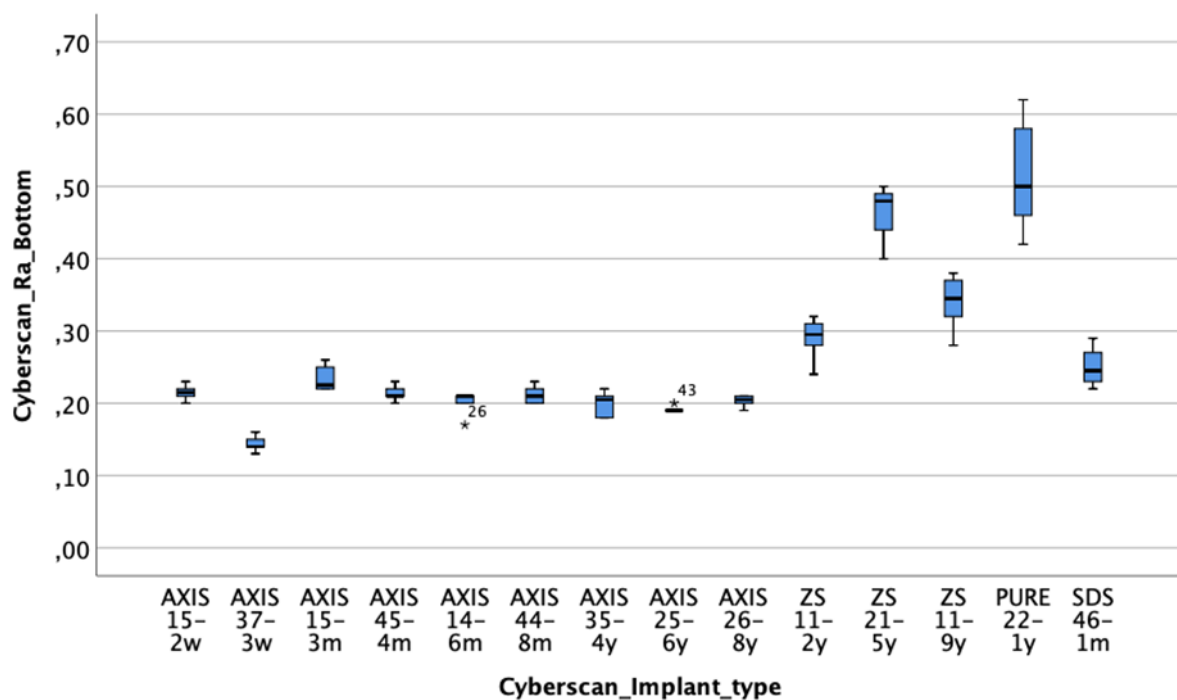


Fig. 16 : Représentation graphique de la distribution statistique Ra pour la zone b

Dans les figures 17 (zone m1), 18 (zone m2) et 19 (zone t), les mêmes schémas de distribution de rugosité Ra sont reproduits que dans la Figure 16 (zone b). Ainsi, les implants Axis et SDS sont moins rugueux que les implants ZS et PURE.

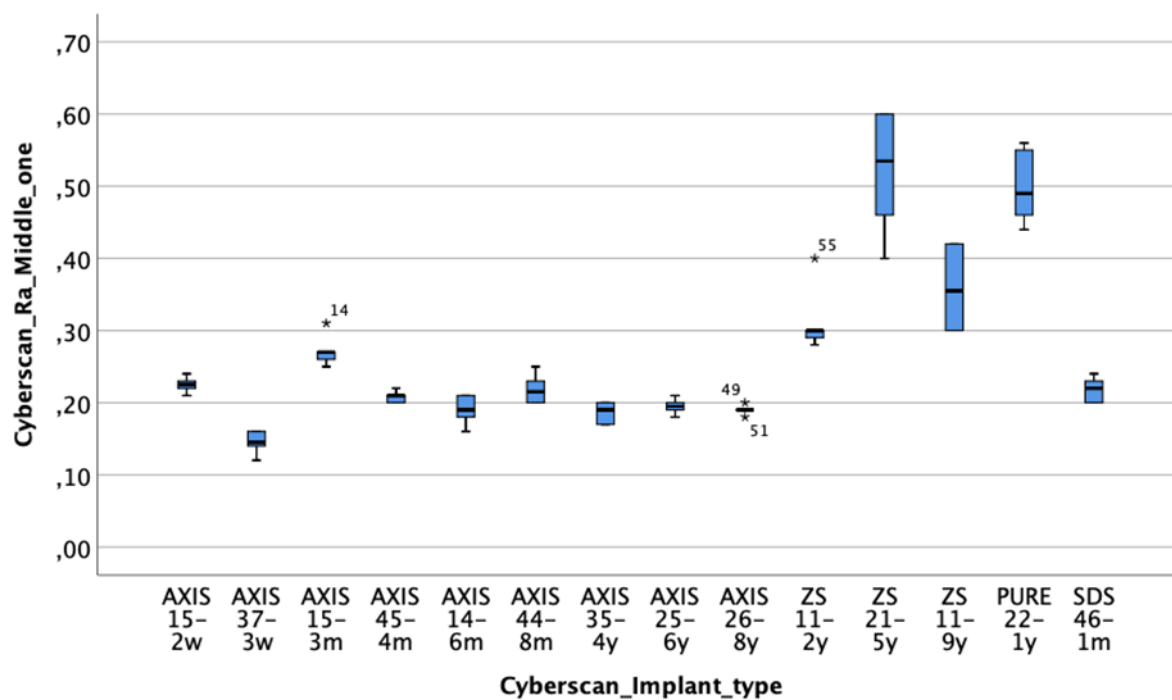


Fig. 17 : Représentation graphique de la distribution statistique Ra pour la zone m1

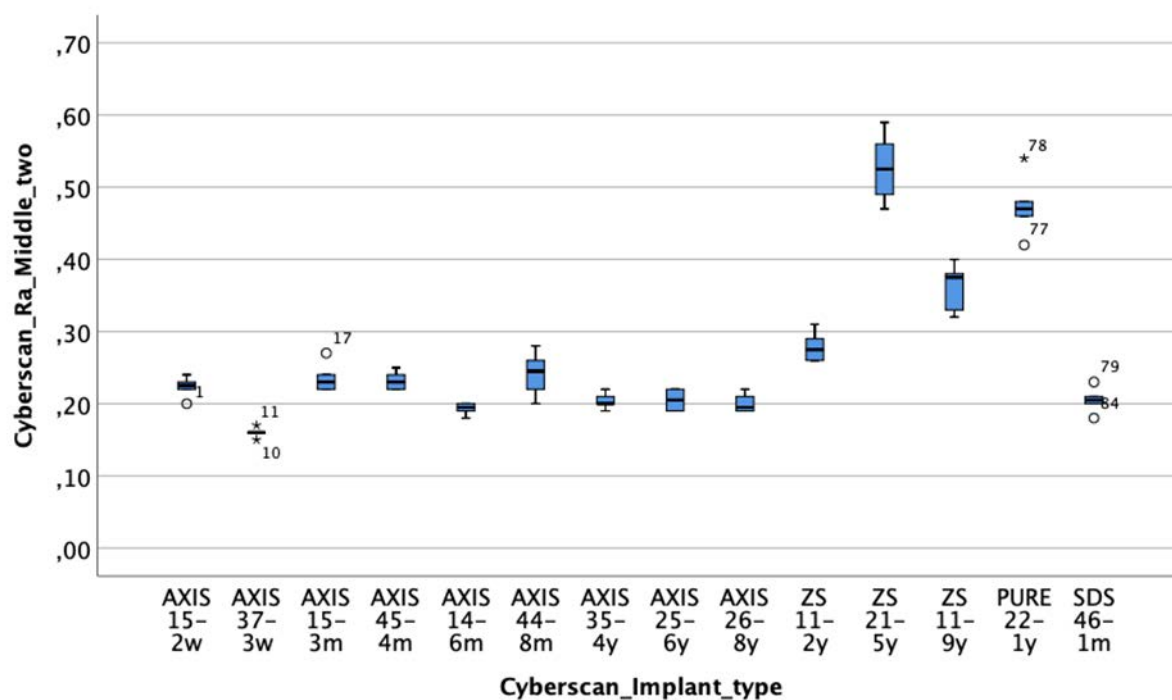


Fig. 18 : Représentation graphique de la distribution statistique Ra pour la zone m2

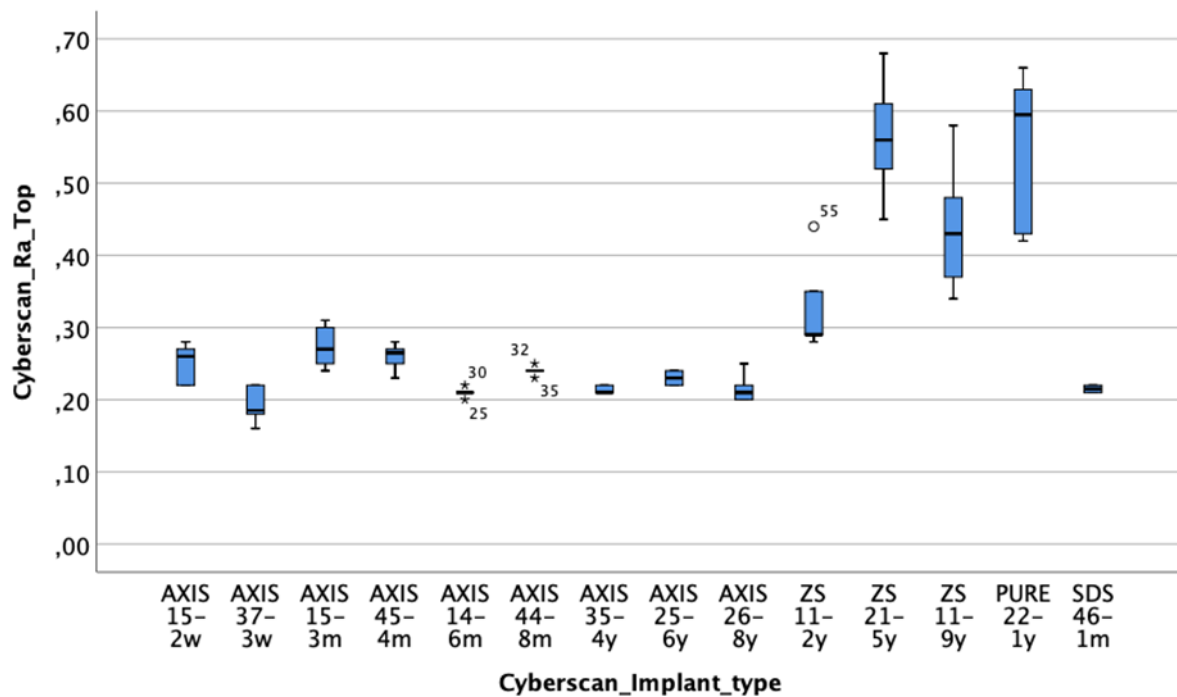


Fig. 19 : Représentation graphique de la distribution statistique Ra pour la zone t

L'interaction entre les variables indépendantes (type d'implant et marque d'implant) était significative, ce qui signifie que les différences observées entre les types d'implants dépendaient de chaque marque d'implant (ANOVA à deux voies ($p=0.000$)). Un test Duncan a été utilisé pour démontrer les différences statistiques au sein des différents implants. Des différences significatives ont été détectées entre les groupes ($p<0.05$). Les implants appartenant à des groupes différents (e,f,g,h) (Fig. 17 à 19) sont significativement différents au niveau $p=0.05$ (test post hoc de Duncan).

Le tableau 4 et les figures 20 à 23 (box plots) ci-dessous représentent les valeurs de Rq au niveau des quatre zones d'intérêt (b, m1, m2, t). Rq est une représentation de la déviation standard de la distribution de hauteur. Elle suit la même distribution que pour le paramètre Ra. La distribution en sous-groupes suit la même tendance que pour les résultats Ra pour toutes les zones b, m1, m2 et t. En calculant la moyenne des zones les implants de marque Axis et SDS ont un Rq restant dans des valeurs entre 0.20 et 0.32µm, alors que les implants Z-Systems et Straumann PURE se trouvent entre 0.37 et 0.64.

Tableau 4: Rq résultats (µm)						
Type d'implant	Rq b	Rq m1	Rq m2	Rq t	moyenne	± SD
AXIS 15-2w	0.27 ^{b,c}	0.27 ^{a,b}	0.29 ^{c,d}	0.32 ^{a,b}	0.28	0.02
AXIS 37-3w	0.18 ^a	0.18 ^a	0.20 ^a	0.24 ^a	0.20	0.03
AXIS 15-3m	0.29 ^{b,c}	0.34 ^{b,d}	0.3 ^d	0.35 ^{b,c}	0.32	0.03
AXIS 45-4m	0.27 ^{b,c}	0.26 ^{a,b}	0.29 ^{c,d}	0.33 ^{a,b}	0.28	0.03
AXIS 14-6m	0.25 ^b	0.24 ^{a,b}	0.25 ^{b,c}	0.27 ^{a,b}	0.25	0.01
AXIS 44-8m	0.27 ^{b,c}	0.27 ^{a,b}	0.3 ^d	0.31 ^{a,b}	0.29	0.02
AXIS 35-4y	0.25 ^b	0.24 ^{a,b}	0.26 ^{b,c}	0.27 ^{a,b}	0.25	0.01
AXIS 25-6y	0.24 ^b	0.25 ^{a,b}	0.25 ^{b,c}	0.29 ^{a,b}	0.26	0.02
AXIS 26-8y	0.25 ^b	0.24 ^{a,b}	0.25 ^b	0.27 ^{a,b}	0.25	0.01
ZS 11-2y	0.36 ^d	0.38 ^{d,e}	0.34 ^e	0.41 ^c	0.37	0.03
ZS 21-5y	0.58 ^f	0.74 ^g	0.66 ^h	0.71 ^e	0.67	0.07
ZS 11-9y	0.43 ^e	0.45 ^e	0.46 ^f	0.57 ^d	0.48	0.06
PURE 22-1y	0.64 ^g	0.63 ^f	0.59 ^g	0.7 ^e	0.64	0.05
SDS 46-1m	0.31 ^c	0.28 ^{a,b}	0.26 ^{b,c}	0.27 ^{a,b}	0.28	0.02

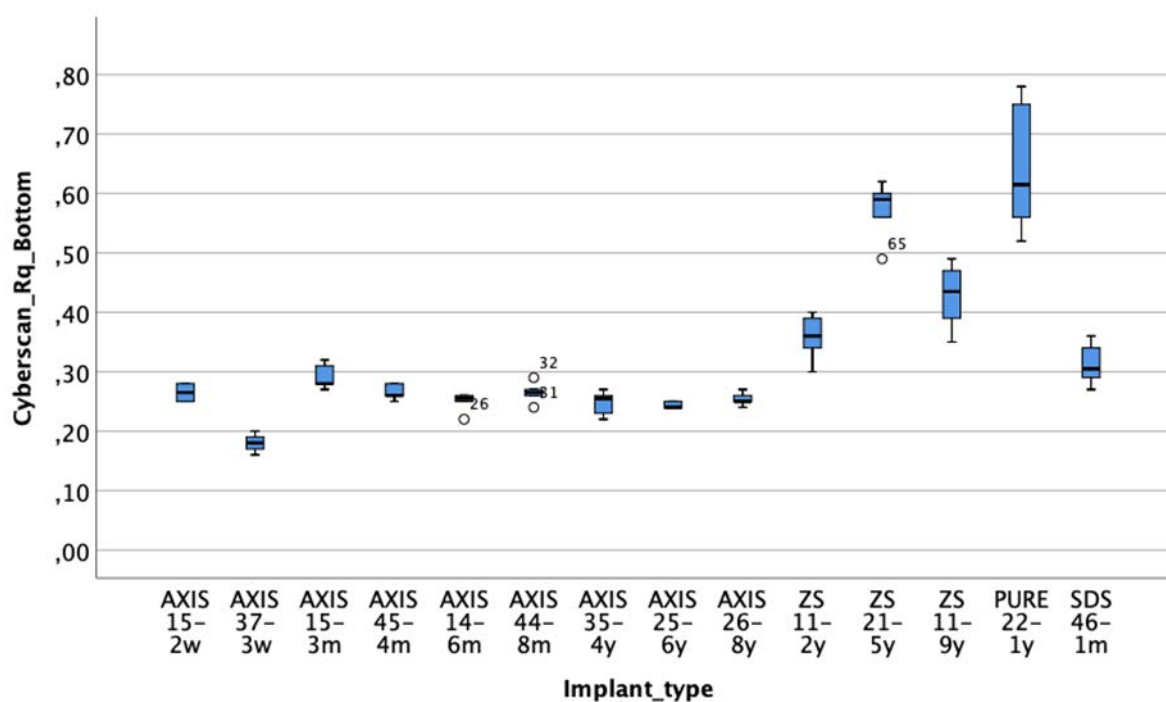


Fig. 20 : Représentation graphique de la distribution statistique Rq pour la zone b

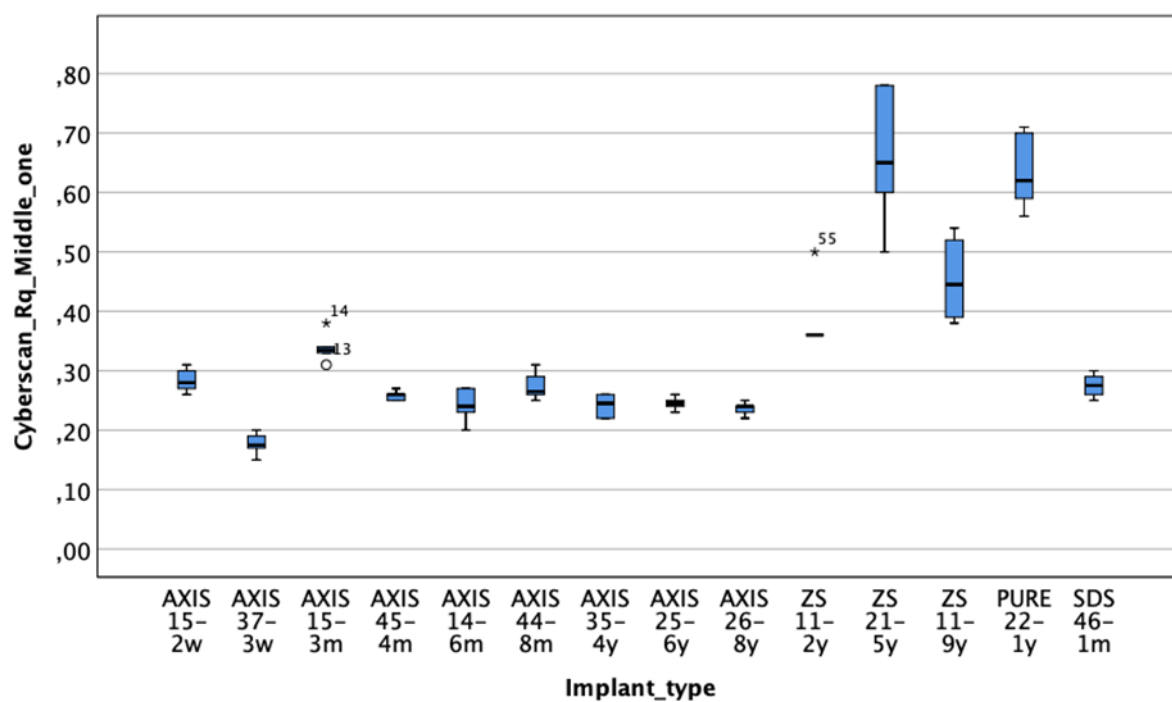


Fig. 21 : Représentation graphique de la distribution statistique Rq pour la zone m1

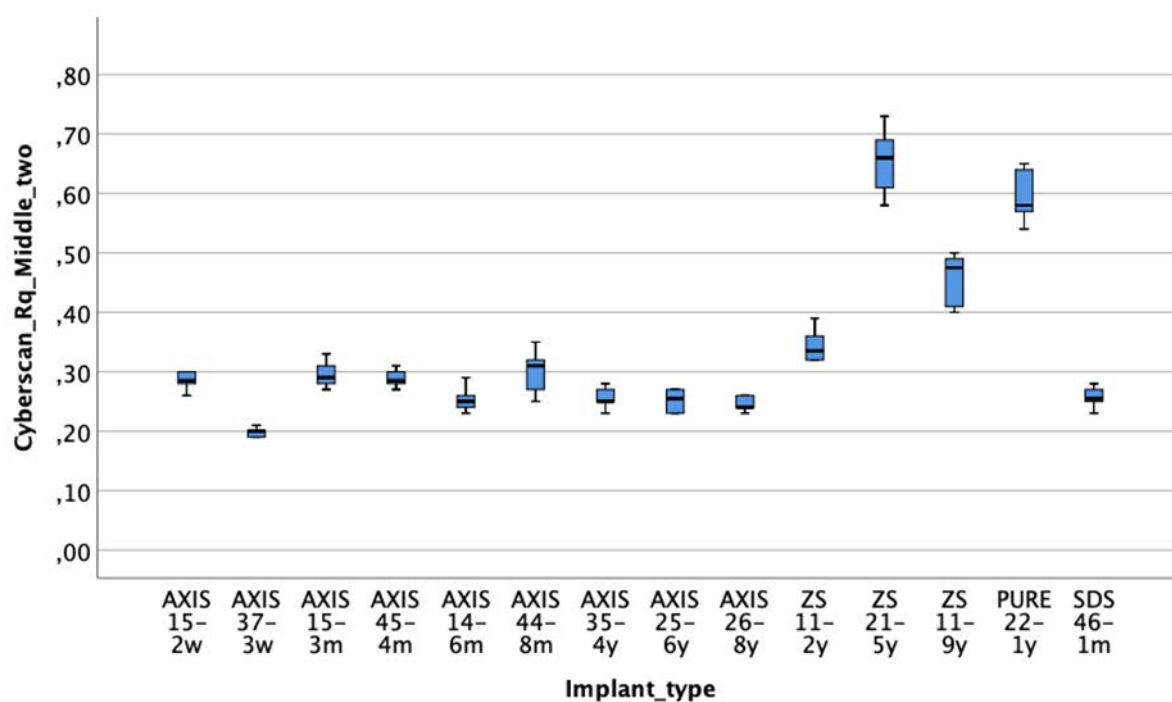


Fig. 22 : Représentation graphique de la distribution statistique Rq pour la zone m2

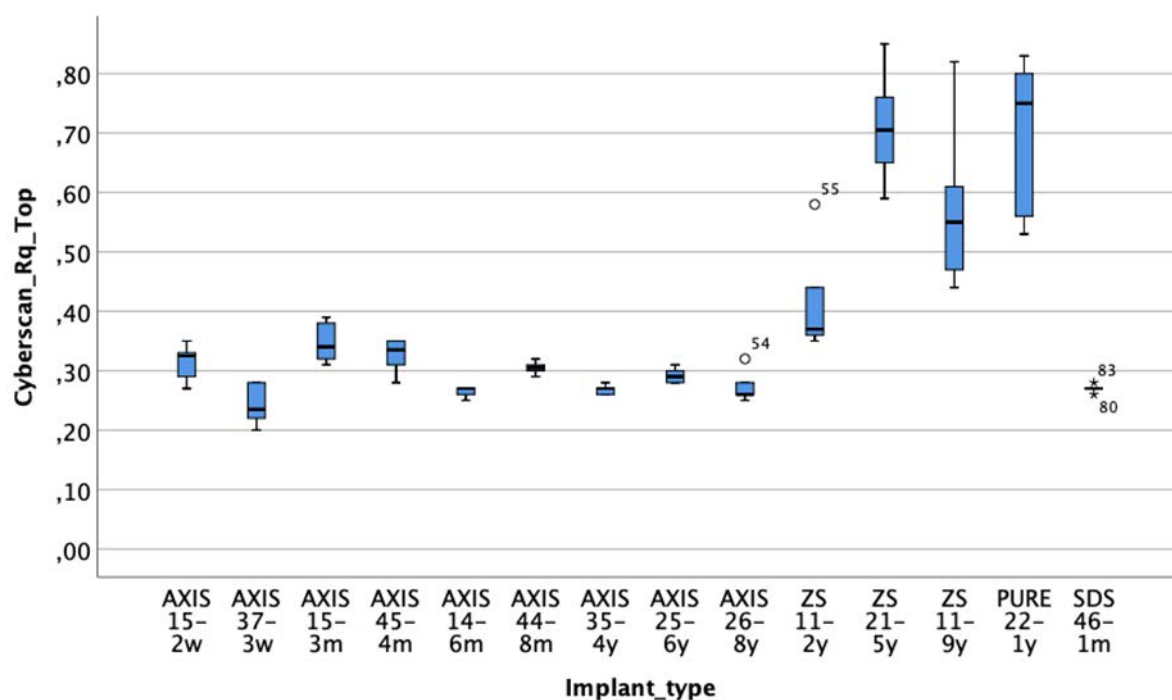


Fig. 23 : Représentation graphique de la distribution statistique Rq pour la zone t

Le tableau 5 et les figures 24 à 27 (box plots) montrent les résultats pour le paramètre de rugosité Rp qui représente la hauteur maximale moyenne des pics. Comme pour les résultats Ra et Rq, nous remarquons le même schéma de distribution avec des valeurs plus élevées pour Axis et SDS. Les premiers sous-groupes englobent les implants Axis et SDS alors que les derniers sous-groupes sont représentés par les implants Straumann PURE et Z-Systems. Du fait que Rp est une représentation de points de hauteurs maximale, sa déviation standard (SD) était plus grande que pour le Ra et Rq.

Tableau 5: Rp résultats (µm)						
Type d'implant	Rp b	Rp m1	Rp m2	Rp t	moyenne	± SD
AXIS 15-2w	0.68 ^{a,b}	0.8 ^{a,b,c}	0.83 ^{c,d}	1 ^{a,b}	0.83	0.13
AXIS 37-3w	0.5 ^a	0.47 ^a	0.49 ^a	0.64 ^a	0.52	0.08
AXIS 15-3m	0.82 ^{b,c}	0.9 ^{b,c,d}	0.75 ^{b,c}	1.1 ^b	0.88	0.15
AXIS 45-4m	0.72 ^b	0.69 ^{a,b,c}	0.84 ^{c,d}	0.99 ^{a,b}	0.81	0.14
AXIS 14-6m	0.83 ^{b,c}	0.79 ^{a,b,c}	0.97 ^d	1.09 ^b	0.91	0.14
AXIS 44-8m	0.76 ^{b,c}	0.8 ^{a,b,c}	0.79 ^{b,c}	0.88 ^{a,b}	0.81	0.05
AXIS 35-4y	0.67 ^{a,b}	0.68 ^{a,b,c}	0.78 ^{b,c}	0.81 ^{a,b}	0.73	0.07
AXIS 25-6y	0.69 ^{a,b}	0.62 ^{a,b}	0.62 ^{a,b}	0.83 ^{a,b}	0.69	0.1
AXIS 26-8y	0.64 ^{a,b}	0.61 ^{a,b}	0.64 ^{a,b}	0.76 ^{a,b}	0.67	0.07
ZS 11-2y	0.94 ^{c,d}	1 ^{c,d}	0.85 ^{c,d}	1.11 ^b	0.97	0.11
ZS 21-5y	1.28 ^e	2.06 ^f	1.49 ^f	2 ^d	1.71	0.38
ZS 11-9y	1.12 ^{d,e}	1.16 ^d	1.13 ^e	1.61 ^c	1.25	0.24
PURE 22-1y	1.61 ^f	1.63 ^e	1.49 ^f	1.96 ^d	1.67	0.2
SDS 46-1m	0.81 ^{b,c}	0.79 ^{a,b,c}	0.66 ^{a,b}	0.76 ^{a,b}	0.75	0.07

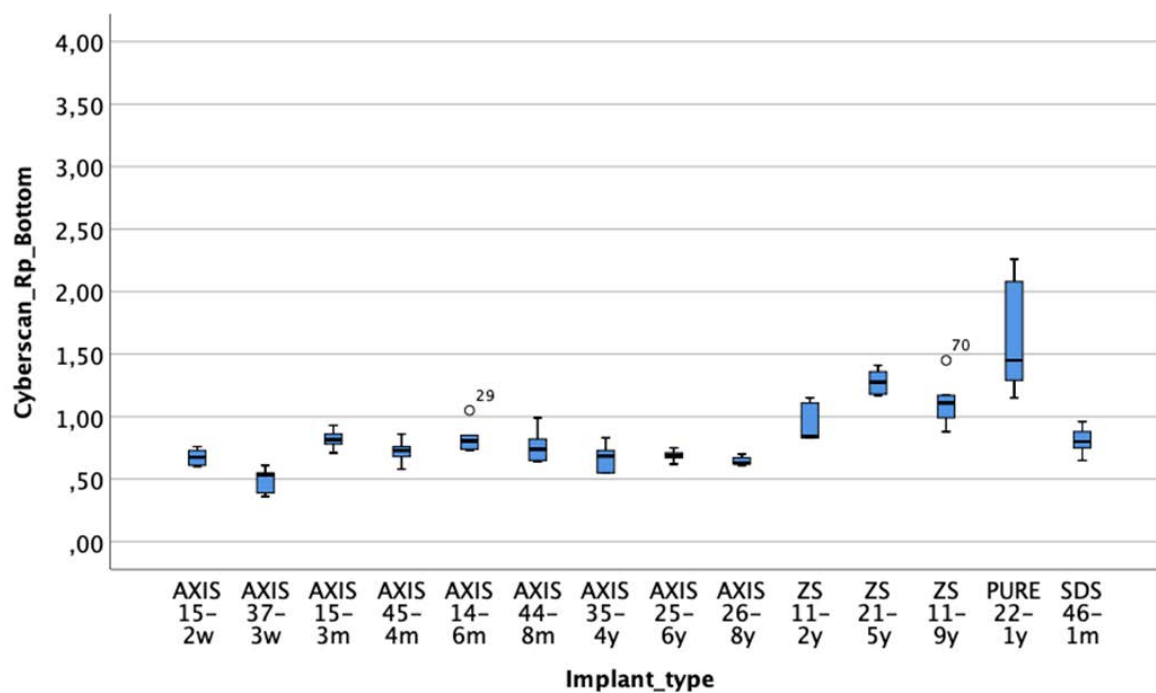


Fig. 24 : Représentation graphique de la distribution statistique Rp pour la zone b

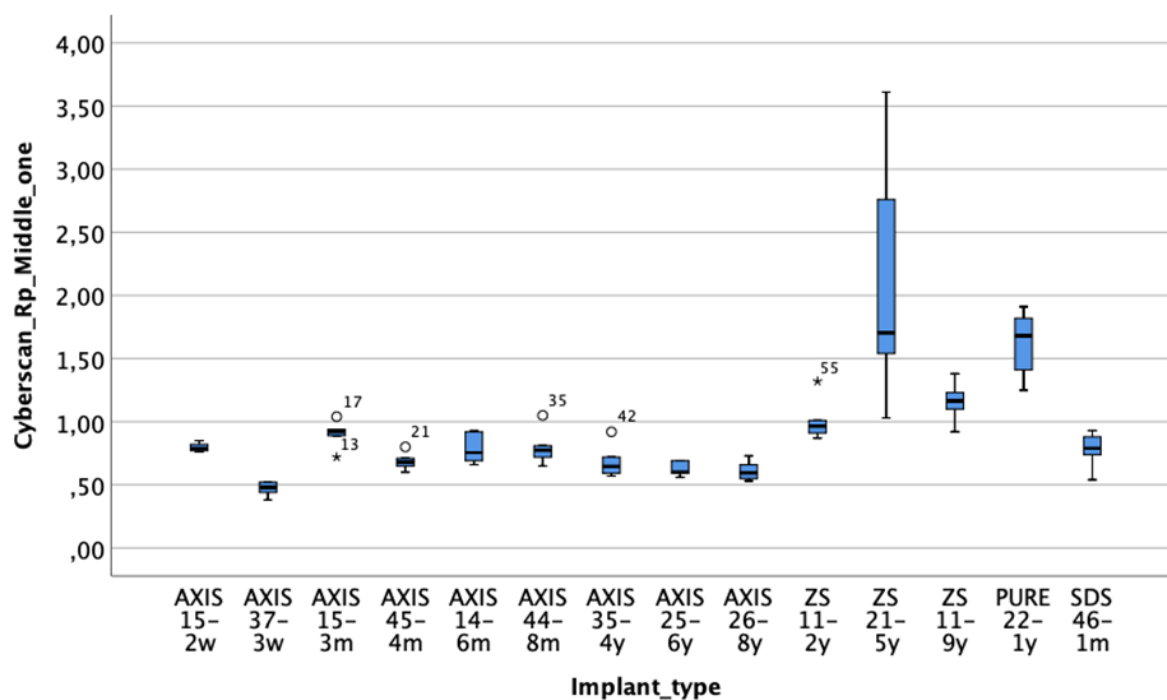


Fig. 25 : Représentation graphique de la distribution statistique Rp pour la zone m1

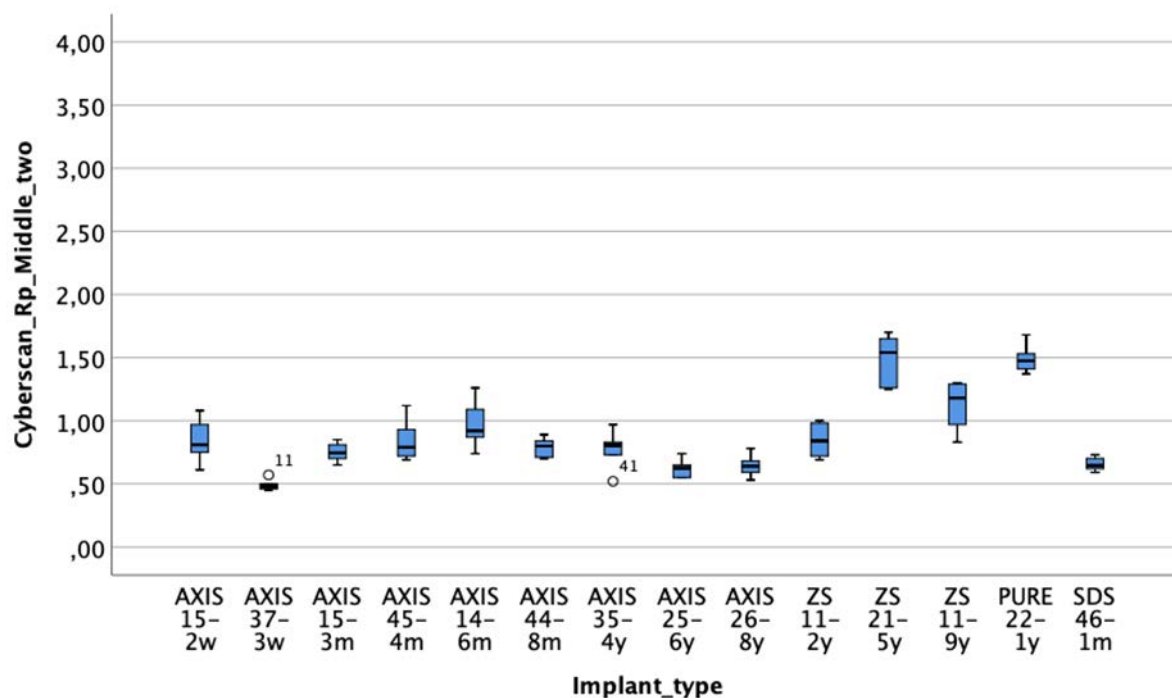


Fig. 26 : Représentation graphique de la distribution statistique Rp pour la zone m2

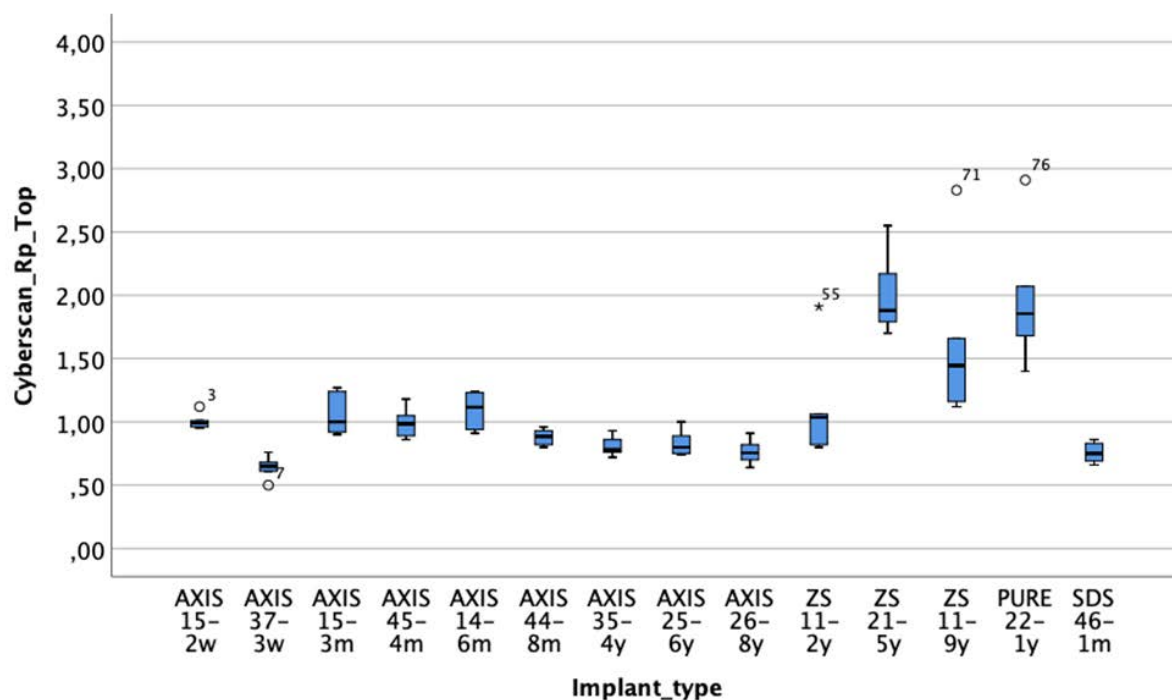


Fig. 27 : Représentation graphique de la distribution statistique Rp pour la zone t

En plus des résultats Ra, Rq et Rp calculés, des profils individuels de rugosité ont été tirés pour illustrer la rugosité des différents implants (Fig. 28 à 31). Ainsi, des profils réguliers de faible rugosité ont été

mesurés pour Axis (15-2w) (Fig.28) et SDS (Fig. 29). Au contraire, des profils individuels plus rugueux ont été mesurés pour Straumann PURE (Fig. 30) et Z-Systems (ZS 21-5y) (Fig. 31).

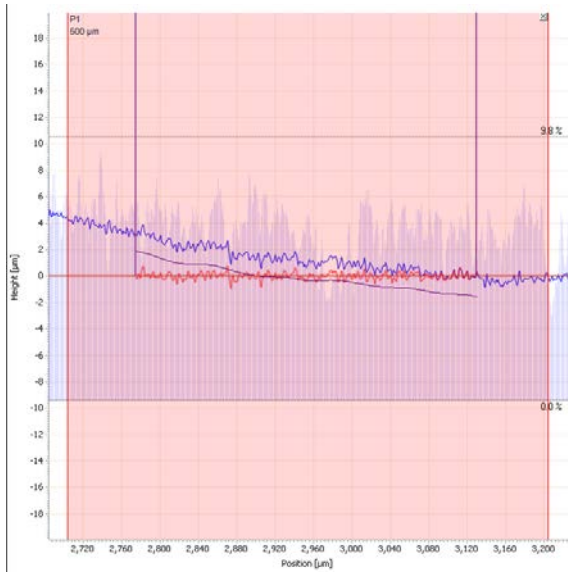


Fig. 28 : Axis: Ra 0.21, Rq 0.26, Rp 0.71

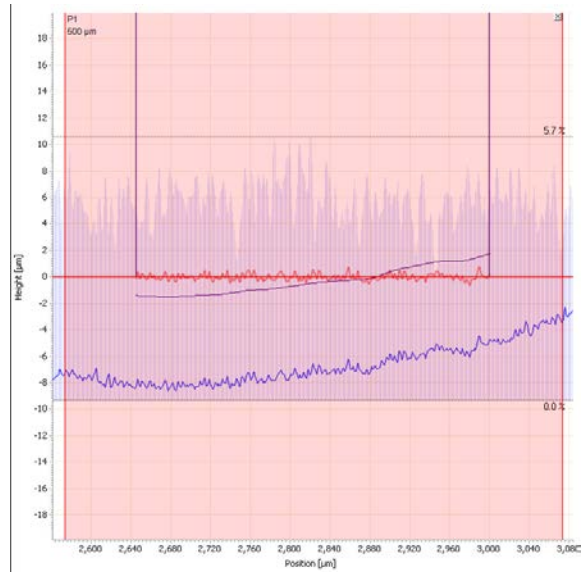


Fig. 29 : SDS: Ra 0.20, Rq 0.25, Rp 0.76

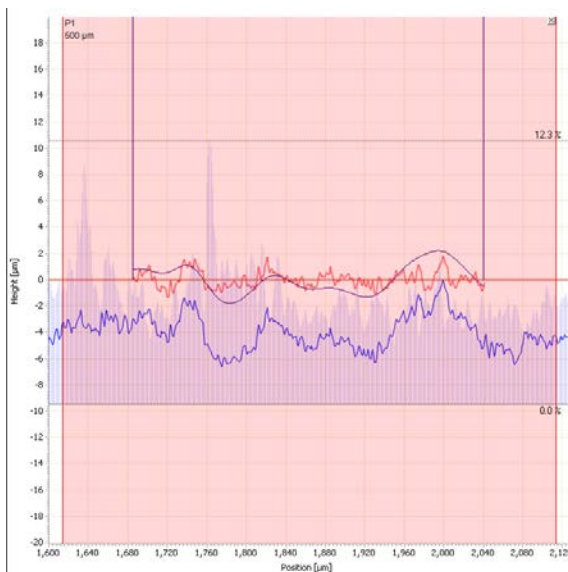


Fig. 30 : ZS: Ra 0.49, Rq 0.59, Rp 1.39

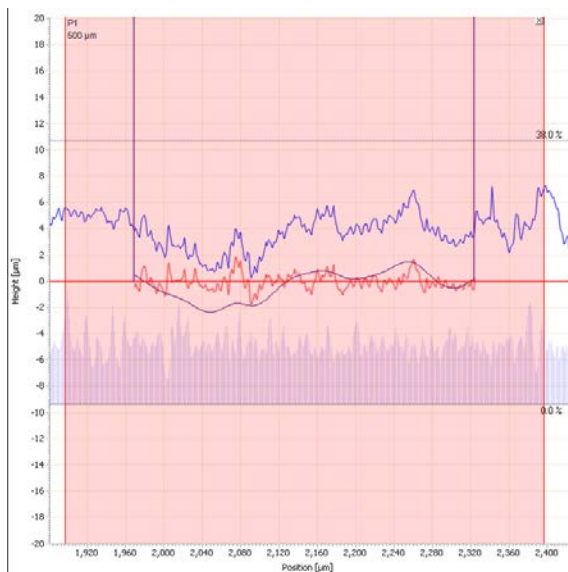


Fig. 31 : PURE: Ra 0.47, Rq 0.58, Rp 1.39

En résumé, pour les paramètres de rugosité mesurés Ra, Rp, Rq (tableaux 3 à 5 et les figures 16 à 31), Axis et SDS avaient des surfaces de fractures d'apparence lisses avec des valeurs de Ra les plus basses, tandis que Straumann PURE et Z-Systems avaient des surfaces de fracture plus rugueuses comme déjà visualisé sur les images de microscopie 3D (Keyence) (Fig.15). La déviation standard des résultats reste très faible et se situait entre 0.01 et 0.05 µm. Les quatre zones étudiées (b = près de

l'origine ; m1, m2 au milieu de la surface de fracture ; t proche de la courbe de compression) n'ont pas montré de différences de rugosité entre les implants Axis et SDS ; Straumann PURE et Z-Systems étant significativement plus rugueux mais aussi différents entre ces 2 marques.

4.3. Profilométrie par MEB-3DSM

Comme décrit sous 4.3.2 dans Matériel et Méthode, la profilométrie par MEB-3DSM a été réalisée à partir d'images de la surface de fracture dans la zone d'intérêt b à 5000 x de grossissement. A ce grossissement on mesure la rugosité au niveau nanométrique de la microstructure de la zircone.

Les images prises pour chaque implant dans cette zone b correspondait à une surface de 17 x 23 μm . Ainsi, 9 profils horizontaux avec des pas de 2 μm sur une longueur de 17 μm ont été mesurés à partir des reconstructions 3DSM et une moyenne a été calculée pour chaque implant.

Le tableau 6 et les figures 32 à 34 représente tous les résultats moyens Ra, Rq et Rp en nanomètres (nm) de 9 profils horizontaux. Selon les valeurs statistiques calculées avec la même méthode utilisée pour le Cyberscan, une différence significative de valeurs de rugosité existe entre les différentes marques d'implants. Les premiers sous-groupes marqués par les petites lettres dans le tableau appartiennent tous aux implants Axis et SDS, alors que les sous-groupes suivants représentent les implants Straumann PURE et Z-Systems. Au sein des implants Axis et SDS la rugosité Ra est faible et les valeurs proches. Ces 2 marques d'implants ont une surface de fracture beaucoup moins rugueuse à l'échelle de 5000 x de grossissement que celle des implants Z-Systems et Straumann PURE. Les valeurs Ra, Rq et Rp suivent la même tendance observée sur le profilomètre de non-contact, Cyberscan. Les déviations standards SD restent basses pour les implants moins rugueux puis augmente pour les implants avec des valeurs Ra, Rq, Rp plus élevées.

Tableau 6: 3DSM résultats moyens						
Type d'implant	Ra (nm) (± SD)		Rq (nm) (± SD)		Rp (nm) (± SD)	
AXIS 15-2w	7.27 ^{b,c}	1.17	9 ^b	1.43	19.39 ^{a,b}	3.29
AXIS 37-3w	10.52 ^{e,f}	1.4	13.13 ^d	1.56	30.54 ^{d,e,f}	4.53
AXIS 15-3m	5.32 ^a	0.85	6.63 ^a	1.2	15.88 ^a	3.77
AXIS 45-4m	6.8 ^{a,b}	1.02	8.46 ^{a,b}	1.26	19.88 ^{a,b}	5.22
AXIS 14-6m	9.05 ^{d,e}	1.80	11.24 ^c	2.21	25.84 ^{c,d}	4.15
AXIS 44-8m	7.05 ^b	1.31	8.83 ^b	1.66	22.51 ^{b,c}	5.22
AXIS 35-4y	8.88 ^{c,d}	2.55	11.17 ^c	3.07	28.12 ^{d,e}	6.72
AXIS 25-6y	7.33 ^{b,c}	0.66	9.12 ^b	0.61	20.14 ^{a,b,c}	3.30
AXIS 36-7y	6.63 ^{a,b}	0.8	8.18 ^{a,b}	0.89	21.01 ^{a,b,c}	2.72
AXIS 26-8y	8.04 ^{b,c,d}	1.22	9.97 ^{b,c}	1.36	21.72 ^{b,c}	3.25
ZS 11-2y	11.5 ^f	1.18	14.42 ^d	1.35	34 ^{f,g}	6.00
ZS 21-5y	14.72 ^g	1.96	18.12 ^e	2.14	36.51 ^{g,h}	9.63
ZS 11-9y	14.15 ^g	3.03	17.96 ^e	3.60	41.12 ^h	8.22
PURE 22-1y	12.03 ^f	1.41	14.64 ^d	1.91	31.67 ^{e,f,g}	5.26
SDS 46-1m	6.71 ^{a,b}	1.78	8.39 ^{a,b}	2.06	20.1 ^{a,b,c}	5.46

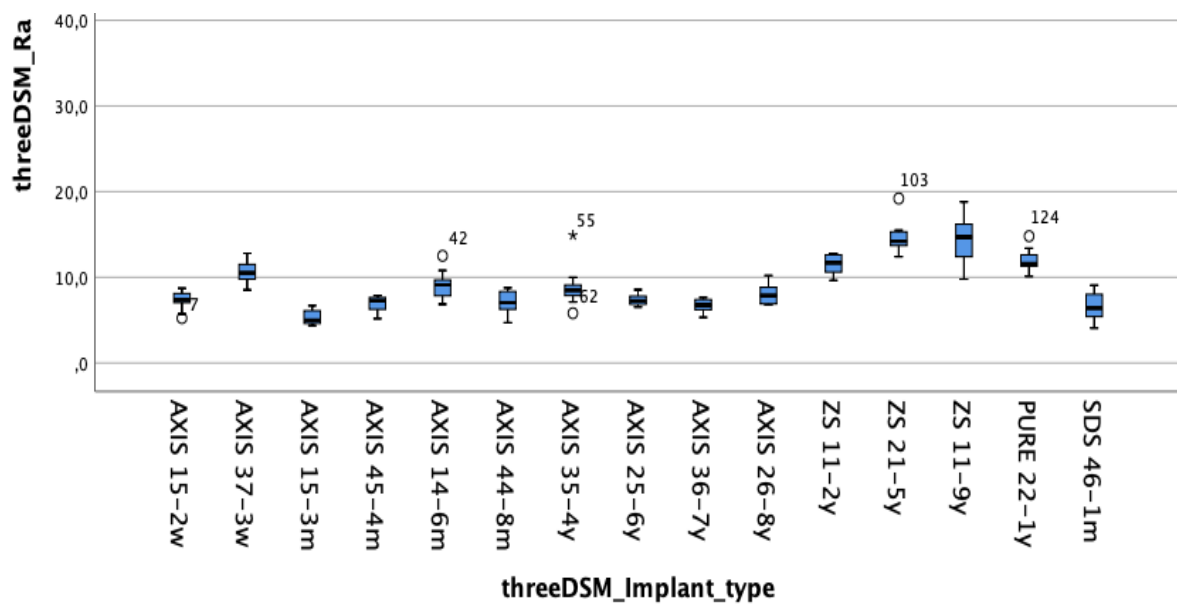


Fig. 32 : Représentation graphique de la distribution statistique Ra

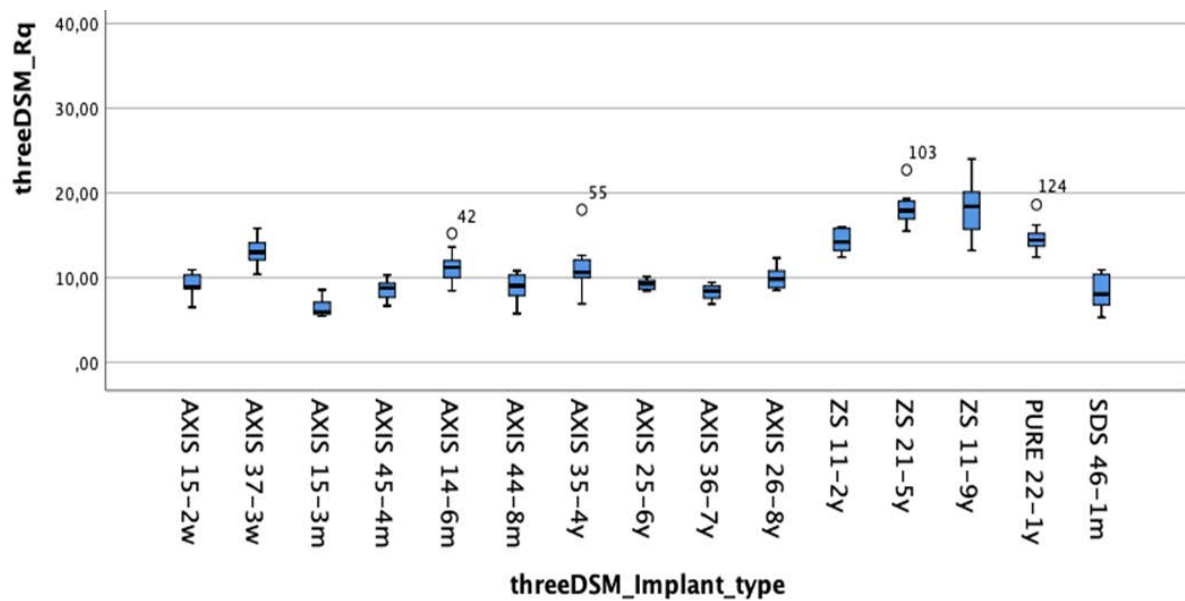


Fig. 33 : Représentation graphique de la distribution statistique Rq

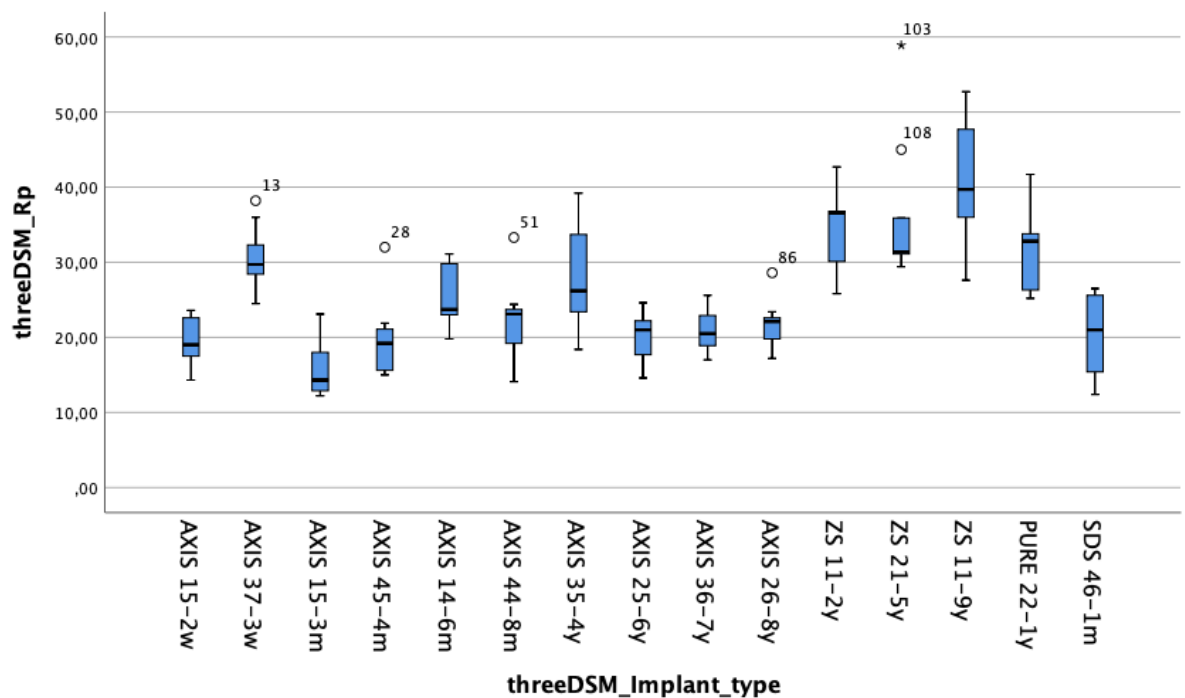


Fig. 34 : Représentation graphique de la distribution statistique Rp

Les figures 35 à 38 illustrent un exemple de profil individuel de rugosité extrait des mesures 3DSM pour chaque marque d'implant. Chaque profil a été pris à la hauteur de 10 µm sur la surface de l'implant scanné. Les différents profils de rugosité suivent les résultats du tableau 6. Les implants Axis

et SDS présentent visuellement des profils plus réguliers avec moins d'amplitude que les profils des implants Z-Systems et Straumann PURE.

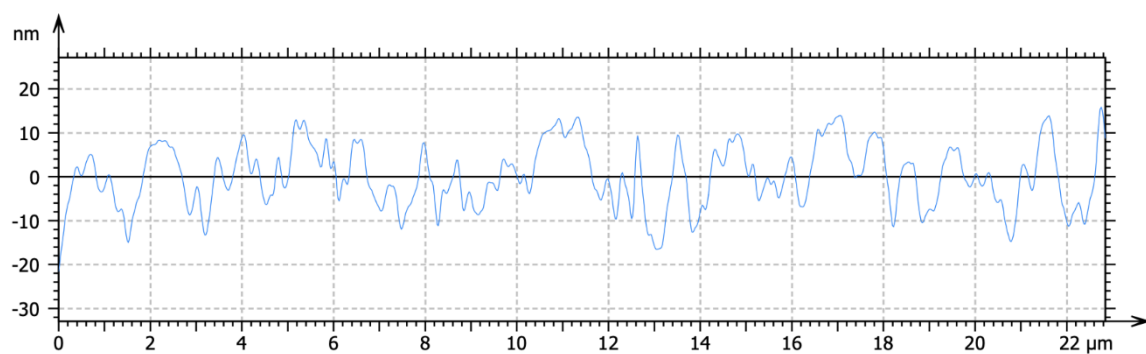


Fig. 35 : Axis 15-4m ; Ra = 4.97 nm, Rq = 5.9 nm, Rp = 13.3 nm

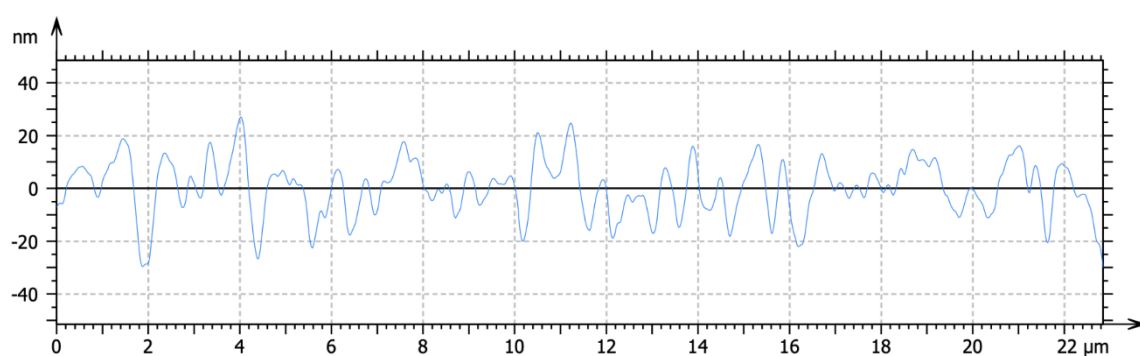


Fig. 36 : SDS 46-1m ; Ra = 8 nm, Rq = 10.4 nm, Rp = 26.5 nm

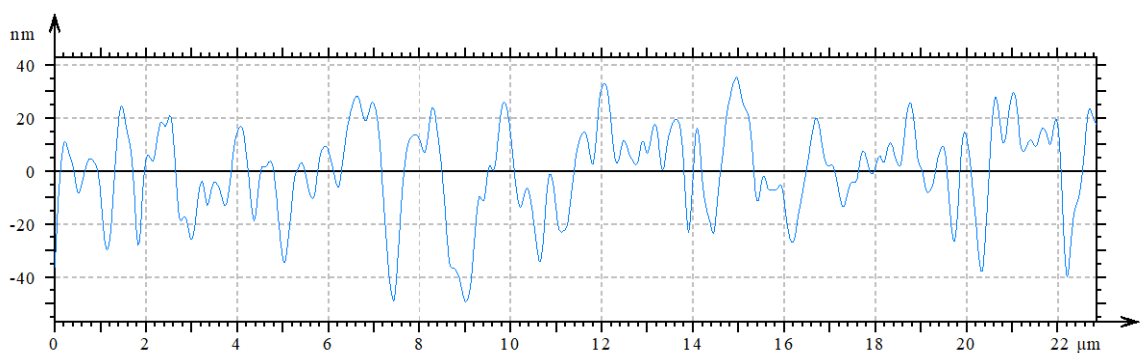


Fig. 37 : ZS 21-5y ; Ra = 15.3 nm, Rq = 19 nm, Rp = 31.4 nm

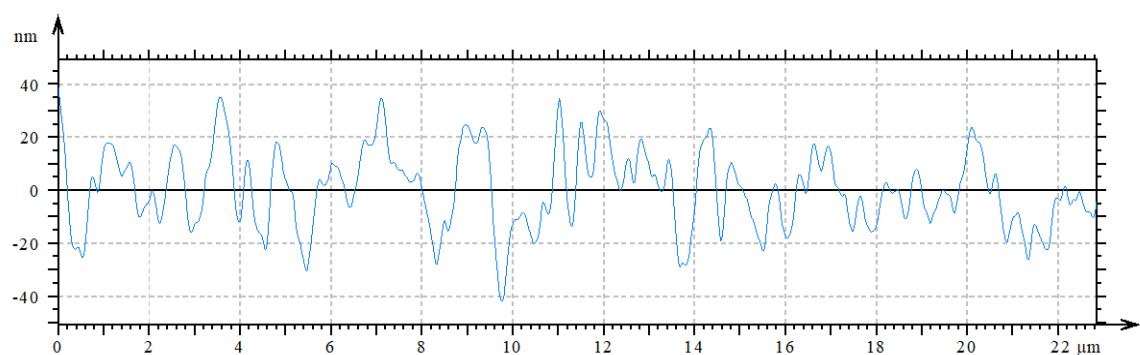


Fig. 38 : PURE 21-1y ; Ra = 13.4 nm, Rq = 16.2 nm, Rp = 32.8 nm

En résumé, les résultats des paramètres de rugosités mesurés par le MEB-3DSM à l'échelle nanométrique donnent les mêmes distributions de profils de rugosité qu'avec le Cyberscan (échelle micrométrique) avec les implants Axis et SDS présentant des valeurs Ra, Rq, Rp moins élevés et statistiquement différentes des implants Z-Systems et Straumann PURE. Ces derniers sont donc plus rugueux et présentent des profils de rugosité plus élevés.

4.4. Fracture intergranulaire vs transgranulaire (MEB)

Les photos de MEB prises à très forts grossissements (5'000 x et 15'000 x) avaient pour but de vérifier le cheminement préférentiel de la fracture au niveau de la microstructure du matériau à savoir les grains de zircone. Le taux de fracture inter et transgranulaire exprimé en pourcents pour tous les implants analysés est résumé dans le tableau 7. Des exemples de surface de fractures sont illustrés dans les figures 39 à 42. Les surfaces de fractures intergranulaires sont représentées par une fracture qui chemine à la jonction entre les grains et met en évidence le grain avec ces facettes lisses. Les fractures intergranulaires se passent à la jonction entre les grains et exposent des surfaces avec des pourtours de grains bien visibles et anguleux. Les fractures transgranulaires cheminent à travers les grains exposant une surface de fracture irrégulière dans laquelle la limite intergranulaire n'est pas visible. Pour mieux illustrer les résultats inter vs transgranulaire, la figure 14 dans le chapitre 3.6 de Matériel et Méthode est reproduite ici. Elle correspond au même implant que la Figure 39.

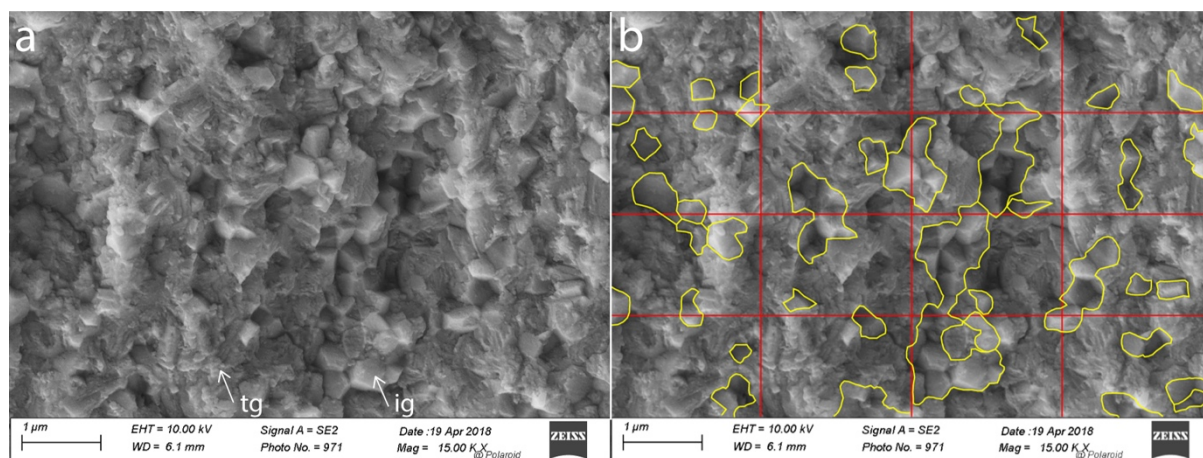


Fig. 14 : Illustration d'une image MEB à grossissement 15'000 x de la surface de fracture d'un implant zircone (a). Le cheminement de la fracture est transgranulaire (tg) et intergranulaire (ig). La surface de l'image est divisée en 16 secteurs et les zones de fracture ig sont contourées en jaune (b), la surface de fracture restante étant transgranulaire. Les estimations en pourcentage pour chaque secteur sont calculées et une moyenne relatée.

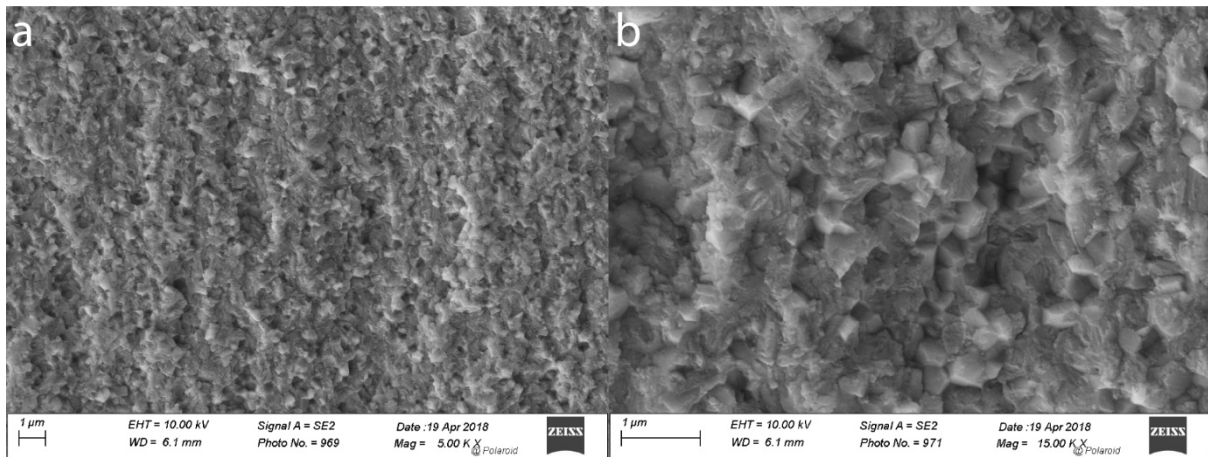


Fig. 39 : Surface de fracture de l'implant Axis 14-10m à 5'000 x (a) et 15'000 x (b)

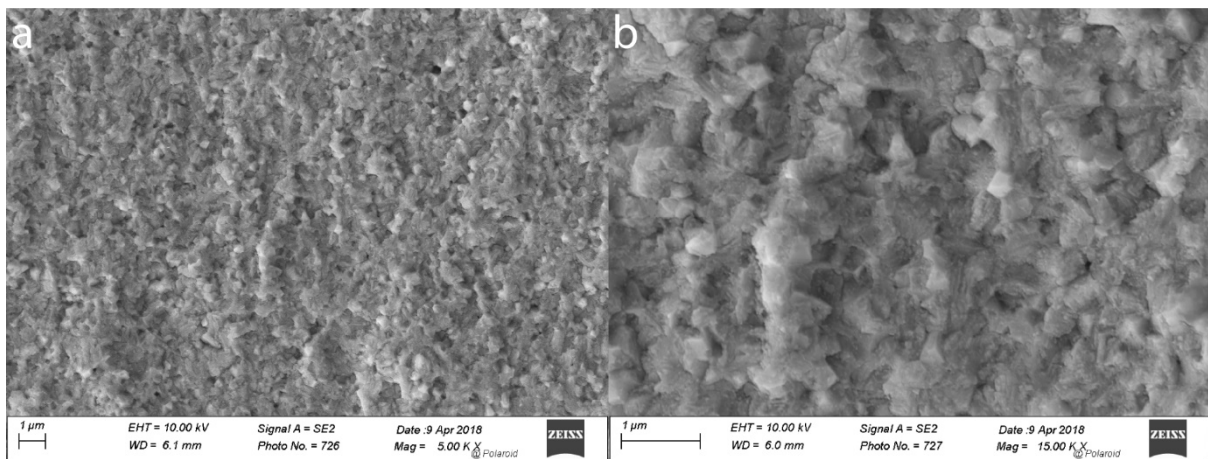


Fig. 40 : Surface de fracture de l'implant SDS 46-1m à 5'000 x (a) et 15'000 x (b)

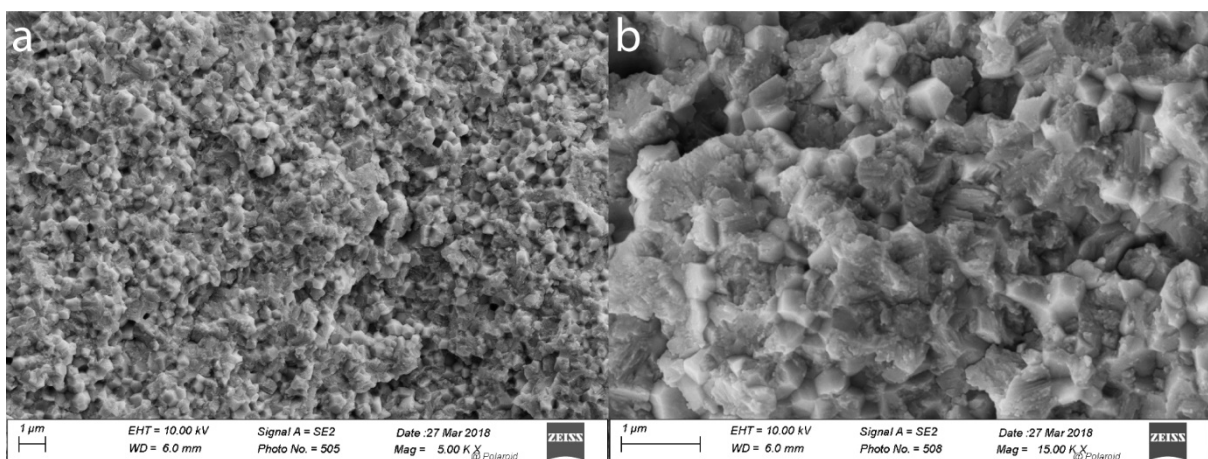


Fig. 41 : Surface de fracture de l'implant ZS 21-5y à 5'000 x (a) et 15'000 x (b)

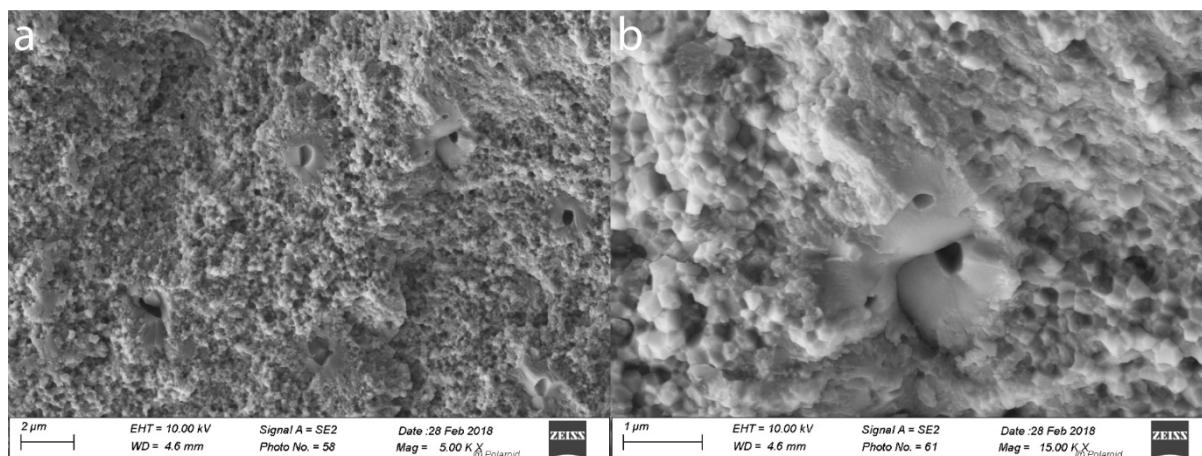


Fig. 42 : Surface de fracture de l'implant Straumann PURE 22-1y à 5'000 x (a) et 15'000 x (b)

Tableau 7 : taux de fractures inter- et transgranulaires (à 15'000 x)		
Implants	intergranulaire	transgranulaire
Axis 14-6m	30%	70%
Axis 15-3m	20%	80%
Axis 15-2w	35%	65%
Axis 26-8y	30%	70%
Axis 35-4y	30%	70%
Axis 36-7y	30%	70%
Axis 37-3w	35%	65%
SDS 46-1m	40%	60%
Pure 22-1y	80%	20%
ZS 11-9y	60%	40%
ZS 21-5y	60%	40%
ZS 11-21m	55%	45%

En comparant les différentes images et résultats obtenus les implants ayant une surface d'apparence lisse au Keyence à savoir Axis et SDS présentent un taux de fracture intergranulaire toujours au-dessous des 50%, alors que les implants d'apparence plus rugueuse, Z-Systems et Straumann PURE présentent un taux supérieur à 50% de fractures intergranulaires. La meilleure visualisation pour distinguer les contours des facettes de grains de zircons exposées lors de fractures intergranulaires était obtenue à 15'000 x. Pour l'implant PURE de Straumann (Fig. 42) un certain nombre de grains

larges avec porosités sont mis en évidence lors de fracture transgranulaire. Ces excès de croissance de grains ont également été vus sur la surface de fracture des implants de Z-Systems.

5. Discussion

Cette recherche était basée sur l'analyse de rugosité des surfaces de fractures d'implants en zircone cassés cliniquement pour lesquels toute une analyse fractographique a été réalisée et publiée ¹. Cette première publication sur nos implants zircone récupérés s'était concentrée sur l'identification de l'origine de la fracture, c'est -à-dire, de la zone de concentration de contrainte maximale de laquelle une amorce de fissure se forme, grandit sous les contraintes cycliques de la mastication jusqu'à avoir la taille critique pour rompre l'implant lors d'une charge finale durant la mastication. La charge responsable de la rupture clinique d'un implant dépendra des propriétés mécaniques de la zircone, de son procédé de fabrication, de sa microstructure finale, du design et diamètre de l'implant et des concentrations maximales de contraintes en tension qui seront responsables de la formation d'une amorce de fissure à l'origine de la rupture. Le mode de propagation de la fissure dans le matériau a un intérêt scientifique car il informe sur l'interaction de la fissure avec la microstructure de la céramique zircone lors de sa propagation jusqu'à la rupture complète.

Dans cette recherche, la surface de rupture des 14 implants a laissé une apparence optique de la surface de fracture plutôt lisse pour deux marques d'implants (Axis, SDS) et plutôt rugueuse pour deux autres marques d'implants (Z-Systems, Straumann PURE). Cette différence d'apparence a suscité l'intérêt d'étudier de plus près à l'échelle microscopique (profilométrie de non-contact) et nanométrique (microscopie à balayage combinée avec un logiciel de métrologie) diverses régions sur la surface de fracture de 14 implants analysés afin de comprendre la rupture et son interaction avec la microstructure de la zircone.

Ainsi, au vu des résultats obtenus par la profilométrie de non-contact, l'hypothèse No.1 qui postulait qu'il n'y avait pas de différence de rugosité entre les différentes zones de mesure (bas, milieu et haut) sur la surface fracturée d'un implant a été acceptée et était valable pour les quatre marques d'implants en zircone (Axis, SDS, Z-Systems, Straumann). L'hypothèse No.2 qui postulait qu'il n'y avait pas de différence de rugosité entre les implants de même marque a également été acceptée. Elle a été vérifiée pour les marques Axis (N= 9) et Z-Systems (N= 3) pour lesquels plusieurs implants fracturés étaient disponibles. L'hypothèse No.3, qui postulait qu'il n'y avait pas de différence significative entre les implants provenant de fabricants différents n'a été que partiellement acceptée. En effet, les surfaces

de fracture des implants Z-Systems et Straumann PURE étaient plus rugueuses que Axis et SDS, mais pas différentes entre elles.

En termes de littérature, cette recherche est la première qui a mesuré une rugosité d'une surface de fracture pour des implants en zircone cassés cliniquement. Elle a permis de démontrer par des valeurs de rugosité ce que l'apparence optique avait déjà remarqué, c'est-à-dire de valeurs de rugosité plus importantes pour les implants de la marque Straumann et Z-Systems par rapport aux deux autres marques Axis et SDS. Le fait que les quatre zones étudiées au niveau de chaque implant individuellement n'ont pas montrés de variations importantes de la rugosité veut dire que la fracture avait déjà sa vitesse terminale de rupture dans les quatre zones mesurées. La zone la plus proche de l'origine (b), était à environ 400 à 600 microns de l'origine de la fracture qui se trouve en périphérie d'un implant. Il faut relever que les implants dont la surface de fracture avait une apparence plus rugueuse (Straumann PURE et Z-Systems) étaient des implants de petit diamètre (3.3 mm) et localisés au niveau des incisives supérieures. Tandis que les implants avec surface de fracture d'apparence plus lisse (Axis et SDS) correspondaient à des molaires ou prémolaires avec des diamètres plus larges (4.1 et 5.0 mm). Il a été démontré par modélisation d'éléments finis que les implants de faible diamètre ont une concentration de contraintes plus grande que les implants de diamètre plus large ¹⁷. Il est possible que la concentration de contrainte maximale générée à l'origine de la fracture pour ces implants de petit diamètre ait créé une énergie de rupture importante responsable de l'apparence plus rugueuse de la surface de fracture pour ces implants antérieurs (Straumann PURE et Z-Systems).

Au niveau nanométrique, la rugosité de surface mesurée avec un programme de métrologie en 3D à partir d'images de microscopie électronique à balayage a montré la même distribution qu'avec la profilométrie de non-contact à savoir que SDS et Axis montraient des Ra plus faibles que Z-Systems et Straumann PURE. Toutefois, il n'est pas possible de comparer les valeurs de rugosité avec celles du Cyberscan étant donné que le logiciel 3DSM n'est pas relié à un standard ISO de mesure de rugosité.

La troisième information scientifique recherchée dans cette thèse était le cheminement de la fissure à travers la microstructure des 14 implants à disposition. L'objectif était de vérifier le mode de propagation soit à travers les grains de zircone (transgranulaire) ou entre les jonctions de grains (intergranulaire). Dans cette recherche, les implants avec une apparence plus lisse (SDS et Axis), tous des implants postérieurs, ont montré un cheminement de la fissure à dominance transgranulaire dans un rapport proche de 60 % trans et 40% intergranulaire. Alors que pour les implants de Straumann PURE et Z-Systems, des implants antérieurs de diamètre réduit, le cheminement intergranulaire dominait avec un rapport d'environ 60 à 80% d'intergranulaire et 20 à 40% de transgranulaire. Une fracture intergranulaire indique une jonction entre les grains de faible résistance favorisant ce mode

de fracture. Elle peut être due à des tensions au niveau des limites des grains provenant anisotropies thermiques dans le procédé de fabrication (chapitre 5.7 du livre de George Quinn¹⁶). Un cheminement par clivage à travers des grains de zircon (transgranulaire) ou à la jonction (intergranulaire) est lié à la contrainte de rupture et à la microstructure de la zircon. Toutefois, une généralisation précisant qu'une rupture transgranulaire représente une surface de fracture d'apparence plutôt lisse ne peut pas être faite. La signification de ces différences est à remettre dans le contexte clinique de l'énergie de rupture plus importante pour les implants de petit diamètre comme déjà décrit auparavant.

Dans une autre publication récente de 2019¹⁸ sur des implants en zircon 3Y-TZP soumis à un test de fatigue à large spectre de charges cycliques, Shemtov-Yona a montré que le pourcentage de fracture transgranulaire versus intergranulaire est directement corrélé à la nature du mécanisme de fracture (statique versus fatigue) ainsi que le milieu test (air ou solution saline). Pour ces implants, l'analyse des surfaces de fracture par la microscopie électronique à balayage a montré que la surface de fracture tout proche de l'origine de la fracture (à 60 microns) est à dominance transgranulaire puis transite vers une dominance intergranulaire lorsqu'on s'éloigne au-delà 600 microns de distance de l'origine. Les auteurs précisent toutefois que chaque type d'implant a sa spécificité dans le mode de propagation de la fissure lors d'un événement de rupture.

Dans notre recherche, les implants étudiés provenaient de quatre fabricants différents avec des procédés de fabrication différents. Les implants avaient un temps de survie allant de 2 semaines jusqu'à 9 ans avec donc un nombre de cycles de fatigue variables. Il ne nous a pas été possible de démontrer une différence dans les rapports trans/intergranulaire pour les implants d'Axis, pour lesquels 9 implants étaient disponibles, entre une surface de rupture après 2 semaines de rupture versus après 8 ans. Le ratio 60/40 trans/intergranulaire prévalait pour tous les implants de cette marque. De même que pour Z-Systems pour lesquels 3 implants étaient disponibles entre 2, 5 et 9 ans de survie et pour lesquels le rapport à dominance intergranulaire prévalait.

Il faut relever que la surface de fracture de nos implants a également été étudiée dans une autre recherche^{19,20} à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM) afin de déterminer la géométrie fractale qui quantifie la tortuosité d'une surface de fracture par une valeur, la dimension fractale (D) et par son incrément fractal (D*)¹⁹. Pour toute surface fractale la valeur D se situera entre 2.0 et 3.0 et l'incrément D* entre 0 et 1. Cette analyse de géométrie fractale a été appliquée à 12 de nos implants fracturés dans une recherche parallèle^{19,20}. Les trois zones d'intérêt de mesure (en bas, proche de l'origine, au milieu, et en haut, proche de la zone de compression) étaient similaires dans leur localisation que celles utilisées dans notre recherche. Les auteurs ont confirmé la nature fractale des implants zircons toutes marques confondues. Ils ont également confirmé qu'il n'y avait pas de

différence significative dans la dimension fractale (D) et de l'incrément fractal D* pour les trois zones d'intérêt le long de la surface de fracture et ceci pour chaque implant. Cette information est importante car elle permet d'utiliser la dimension fractale pour déduire la ténacité de ces matériaux céramiques même lorsqu'un fragment seulement est présent.

6. Conclusions

Ainsi, cette thèse est le premier travail qui a mesuré par profilométrie de non-contact différentes zones d'intérêt sur la surface de fracture de 14 implants en zircone fracturés cliniquement provenant de quatre fabricants (Axis, SDS, Z-Systems et Straumann) et de vérifier le mode de cheminement de la fissure dans la microstructure du l'implant en zircone. Les résultats permettent de résumer comme suit :

1. il n'y avait pas de différence de rugosité entre les différentes zones de mesure (bas, milieu et haut) sur la surface fracturée d'un implant pour les quatre marques d'implants en zircone (Axis, SDS, Z-Systems, Straumann).
2. il n'y avait pas de différence de rugosité entre les implants de même marque.
3. il y avait une différence significative de rugosité pour Straumann et Z-Systems avec des valeurs de rugosité significativement plus élevées que celles des implants Axis et SDS. Les surfaces de fracture des implants Z-Systems et Straumann PURE étaient plus rugueuses que Axis et SDS, mais pas différentes entre elles.
4. pour tous les implants un mode de fracture mixte transgranulaire et intergranulaire a été montré. Les implants AXIS et SDS montraient un mode de fracture mixte à dominance transgranulaire (env. 60%), tandis que Straumann et Z-Systems avaient un rapport plus important de fracture intergranulaire (~60-80%).

Remerciements :

Un remerciement tout particulier pour le Dr Mustapha Mekki de l'Unité des biomatériaux au sein de la Division de Prothèse fixe et biomatériaux pour sa disponibilité et soutien dans l'utilisation du profilomètre de non-contact, le microscope à balayage et son programme de métrologie intégré.

Mes vifs remerciements pour la Dre Tissiana Bortolotto de la Division de Cariologie pour son aide et travail dans les résultats statistiques et l'utilisation du logiciel SPSS.

7. Références

1. Scherrer SS, Mekki M, Crottaz C, et al. Translational research on clinically failed zirconia implants. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2019;35(2):368-388.
2. Andreiotelli M, Wenz HJ, Kohal RJ. Are ceramic implants a viable alternative to titanium implants? A systematic literature review. *Clinical oral implants research*. 2009;20 Suppl 4:32-47.
3. Hashim D, Cionca N, Courvoisier DS, Mombelli A. A systematic review of the clinical survival of zirconia implants. *Clinical oral investigations*. 2016;20(7):1403-1417.
4. Sivaraman K, Chopra A, Narayan AI, Balakrishnan D. Is zirconia a viable alternative to titanium for oral implant? A critical review. *J Prosthodont Res*. 2018;62(2):121-133.
5. Roehling S, Schlegel KA, Woelfler H, Gahlert M. Zirconia compared to titanium dental implants in preclinical studies-A systematic review and meta-analysis. *Clinical oral implants research*. 2019;30(5):365-395.
6. Bosshardt DD, Chappuis V, Buser D. Osseointegration of titanium, titanium alloy and zirconia dental implants: current knowledge and open questions. *Periodontol 2000*. 2017;73(1):22-40.
7. Denry I, Kelly JR. State of the art of zirconia for dental applications. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(3):299-307.
8. Kelly JR, Denry I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(3):289-298.
9. Piconi C, Maccauro G. Zirconia as a ceramic biomaterial. *Biomaterials*. 1999;20(1):1-25.
10. Chevalier J. What future for zirconia as a biomaterial? *Biomaterials*. 2006;27(4):535-543.
11. Roehling S, Woelfler H, Hicklin S, Kniha H, Gahlert M. A Retrospective Clinical Study with Regard to Survival and Success Rates of Zirconia Implants up to and after 7 Years of Loading. *Clinical implant dentistry and related research*. 2016;18(3):545-558.
12. Pieralli S, Kohal RJ, Jung RE, Vach K, Spies BC. Clinical Outcomes of Zirconia Dental Implants: A Systematic Review. *Journal of dental research*. 2017;96(1):38-46.
13. Gahlert M, Burtcher D, Grunert I, Kniha H, Steinhauser E. Failure analysis of fractured dental zirconia implants. *Clinical oral implants research*. 2012;23(3):287-293.
14. Osman RB, Ma S, Duncan W, De Silva RK, Siddiqi A, Swain MV. Fractured zirconia implants and related implant designs: scanning electron microscopy analysis. *Clinical oral implants research*. 2013;24(5):592-597.
15. Scherrer SS, Lohbauer U, Della Bona A, et al. ADM guidance-Ceramics: guidance to the use of fractography in failure analysis of brittle materials. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2017;33(6):599-620.
16. Quinn GD, ed *A NIST recommended practice guide: Fractography of Ceramics and Glasses*. Special Publication 960-16e3. National Institute of Standards and Technology; Washington, DC, <https://www.nist.gov/publications/nist-recommended-practice-guide-fractography-ceramics-and-glasses-3rd-edition>; 2020; No. Special Publication 960-16e3; .
17. Himmlova L, Dostalova T, Kacovsky A, Konvickova S. Influence of implant length and diameter on stress distribution: A finite element analysis. *Journal of Prosthetic Dentistry*. 2004;91(1):20-25.
18. Shemtov-Yona K, Ozcan M, Rittel D. Fractographic characterization of fatigued zirconia dental implants tested in room air and saline solution. *Eng Fail Anal*. 2019;96:298-310.
19. Griggs JA. Using fractal geometry to examine failed implants and prostheses. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2018;34(12):1748-1755.
20. Jodha KS, Salazar Marocho SM, Scherrer SS, Griggs JA. Fractal analysis at varying locations of clinically failed zirconia dental implants. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2020;36(8):1052-1058.