



• 06-06-2013

Caractérisation de revêtements ostéoconducteurs hydrogel-céramique par microscopie électronique à balayage en pression variable

David MOREAU-CDM, *Centre des Matériaux, Mines ParisTech*

Laurent CORTE, *CDM, Mines ParisTech*

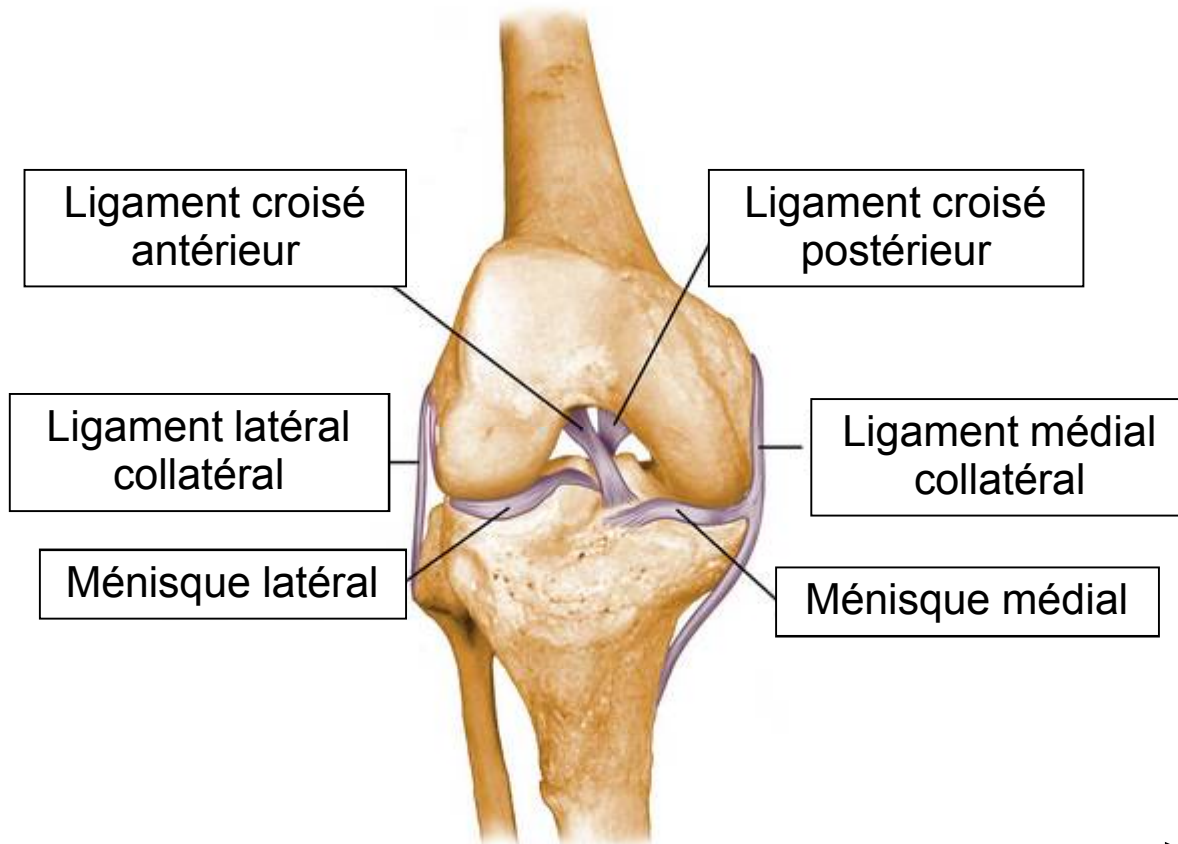
Maria BETBEDER, *CDM, Mines ParisTech*



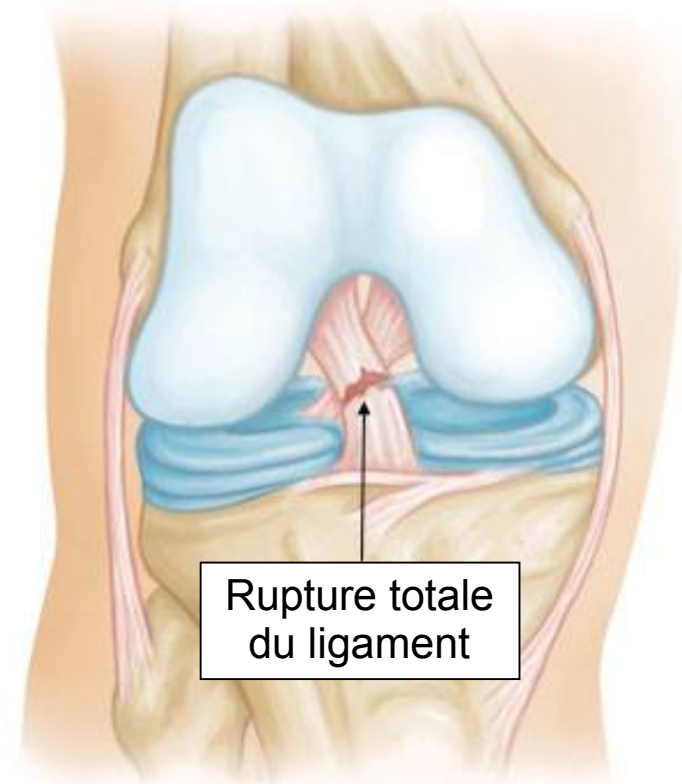
Le ligament croisé antérieur



- Lien entre fémur et tibia
- Stabilité de l'articulation du genou



Articulation du genou

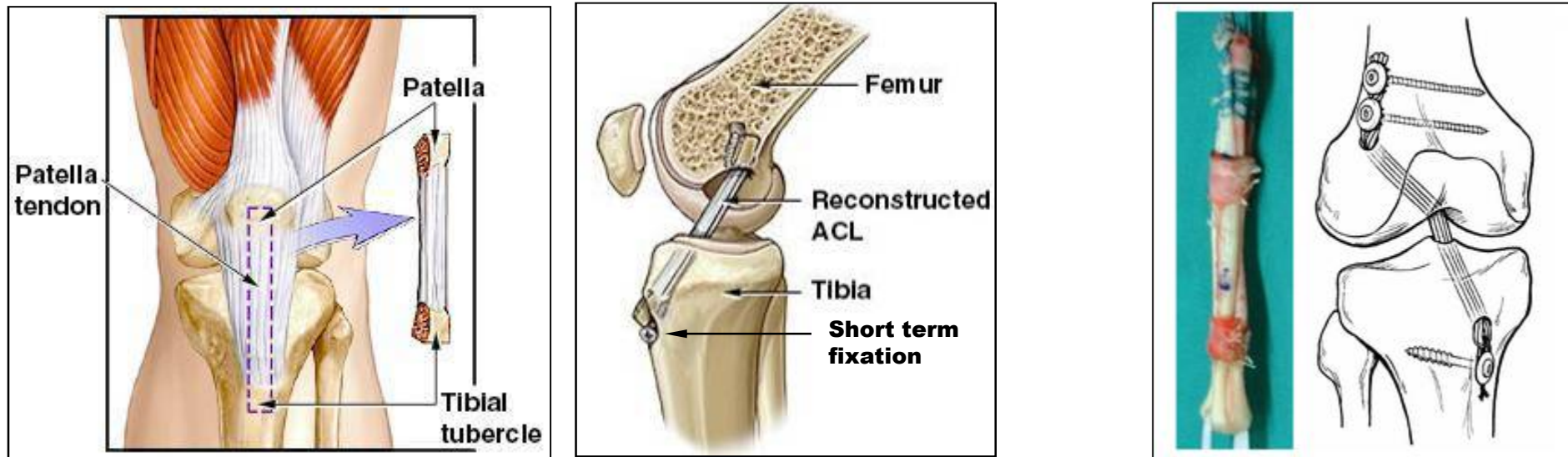


=> **150000/an** remplacements aux EU
[Freeman, 2007]

Reconstruction par la greffe



Procédure chirurgicale: Autogreffe (Gold standard)



Limitations: morbidité du site donneur, douleurs post-opératoire, disponibilités du greffon

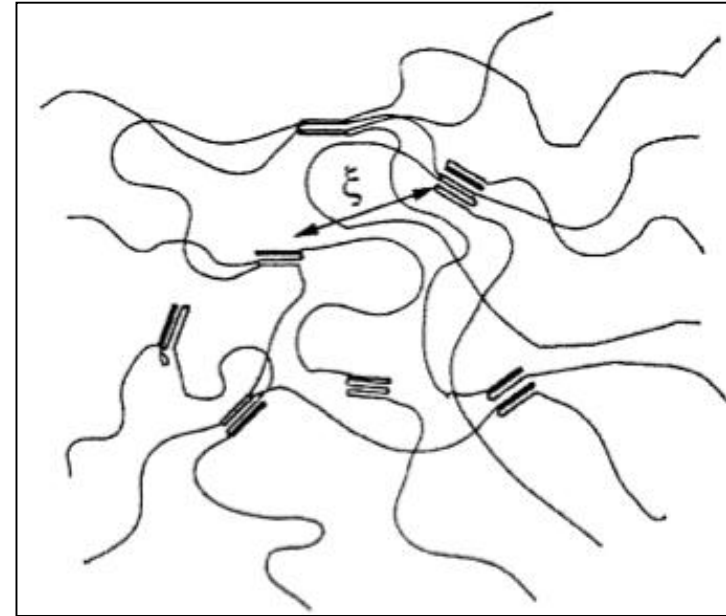
➤ **Intérêt des implants synthétiques**

Le potentiel des hydrogels PVA



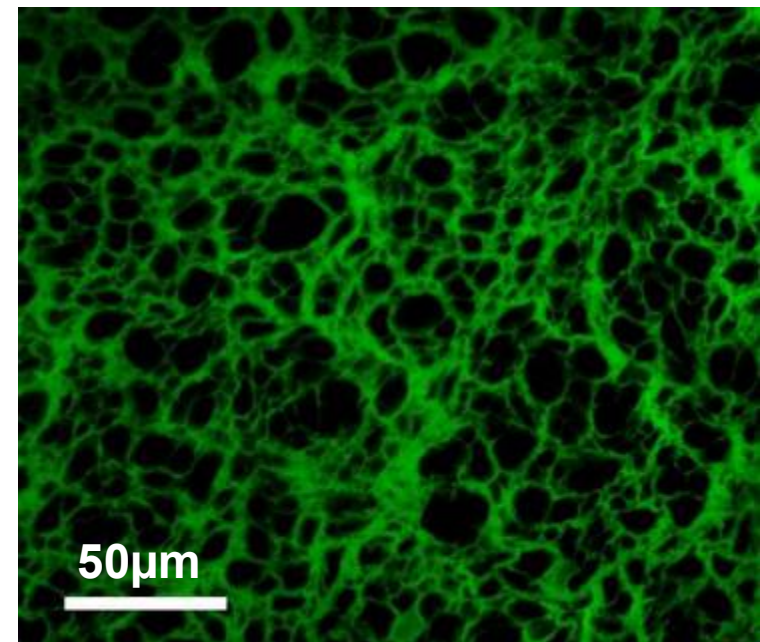
Hydrogel ?

- Réseau solide 3D
- Polymère
- Réticulé
- Hydrophile => Gonflé dans l'eau
- Propriétés mécaniques similaires aux tissus conjonctifs (ligament, cartilage)



PVA :

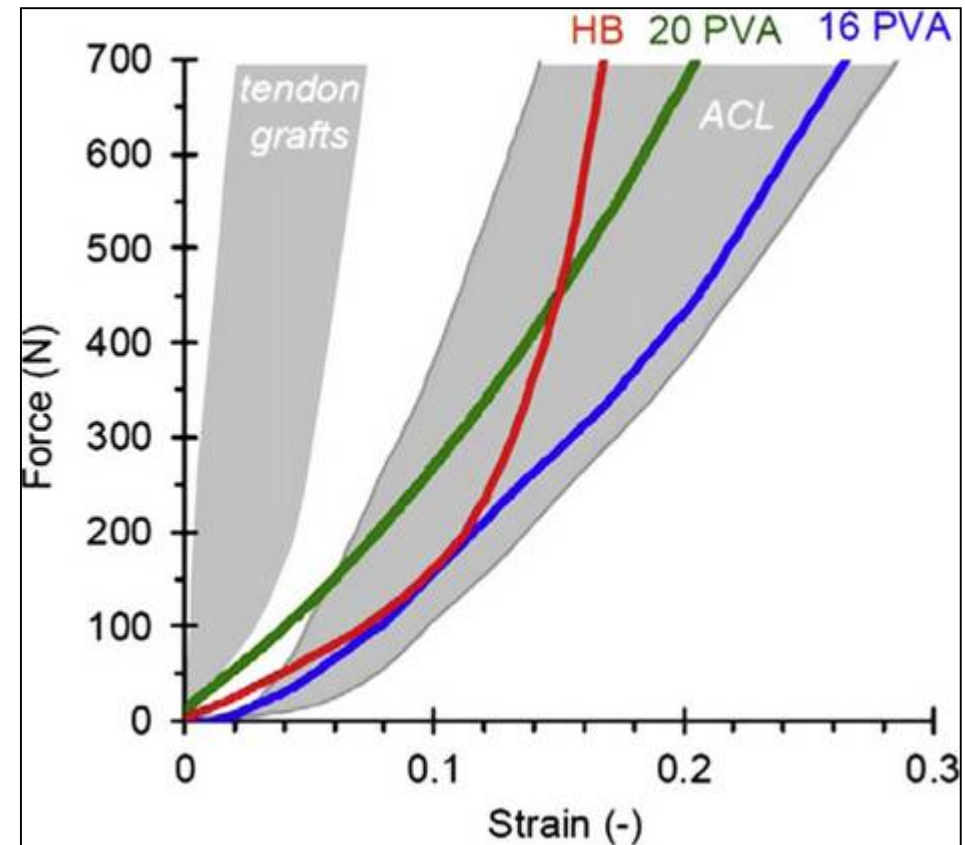
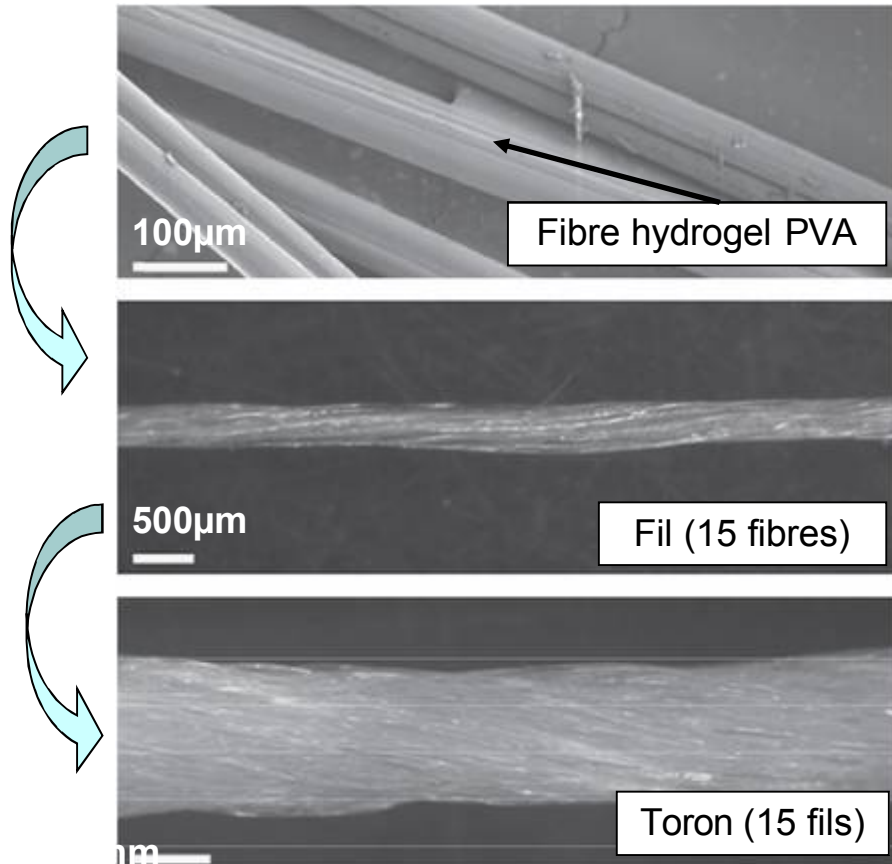
- Biocompatible
- Non résorbable
- Réticulation physique par congélation/décongélation
- Application bioméd. (cartilage, lentilles)



De nouveaux implants en fibres de PVA



Implant synthétique en fibres hydrogels de PVA (CDM & GeorgiaTech)



Reproduction
propriétés mécaniques

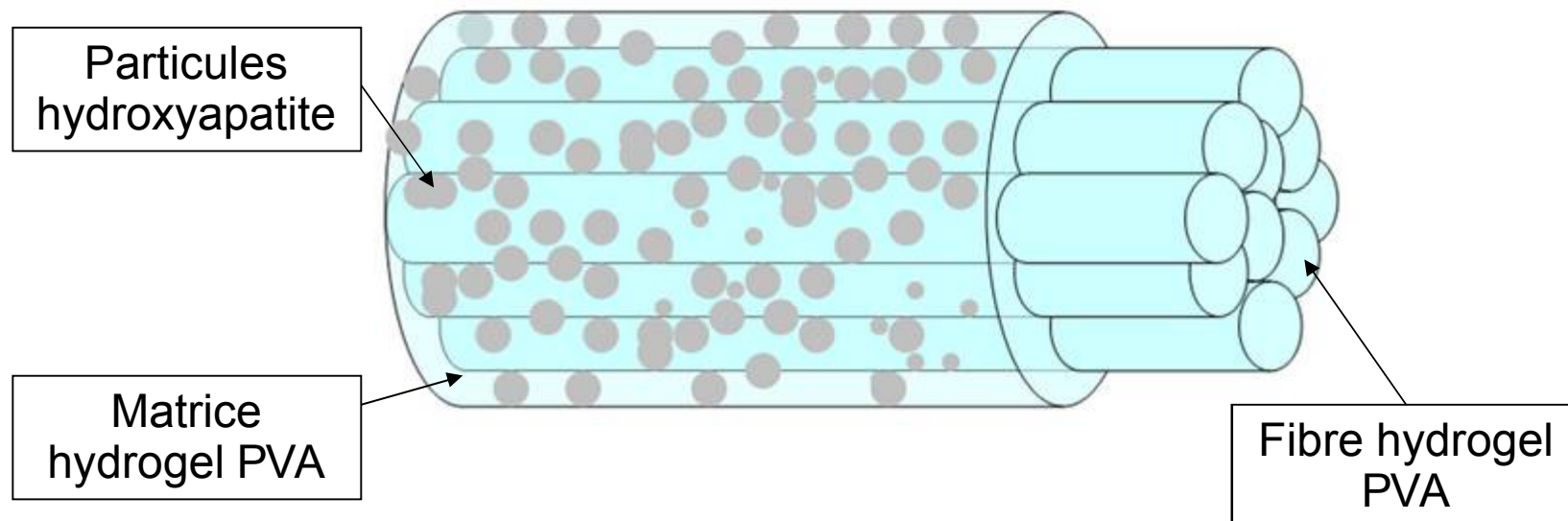
Bach et al.,
JoBiomech2013

Ancrage de l'implant ?



- Hydrogel PVA:
 - Bio-inerte => Faible adhésion cellulaire
- Ajout d'un matériau favorisant l'ostéointégration

Composite hydrogel PVA-HAp



HAp



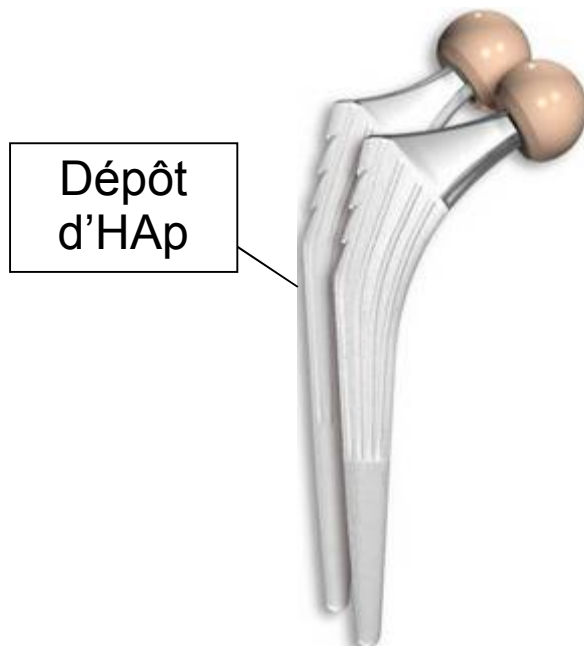
Hydroxyapatite



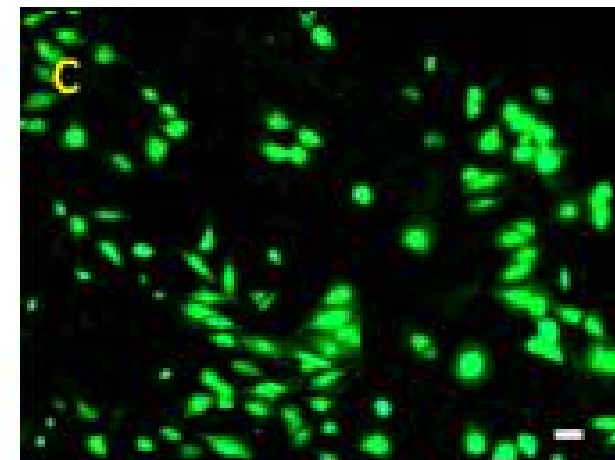
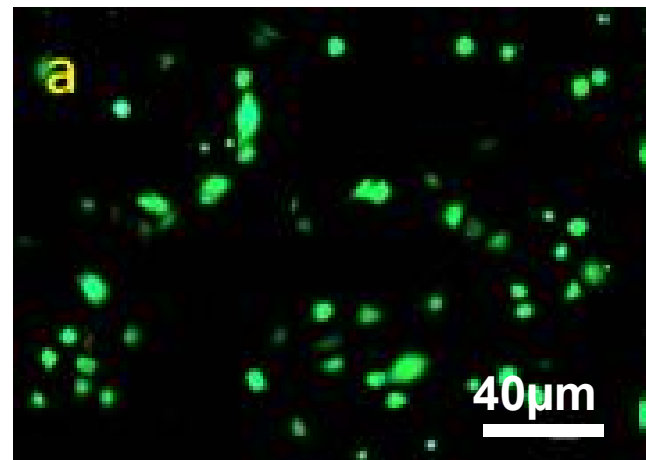
⇒ Ostéoconducteur

Applications médicales: substituts osseux, enrobage prothèse métalliques

Etudié en ingénierie du ligament (*Paxton et al., 2009 ; Li et al., 2011*)

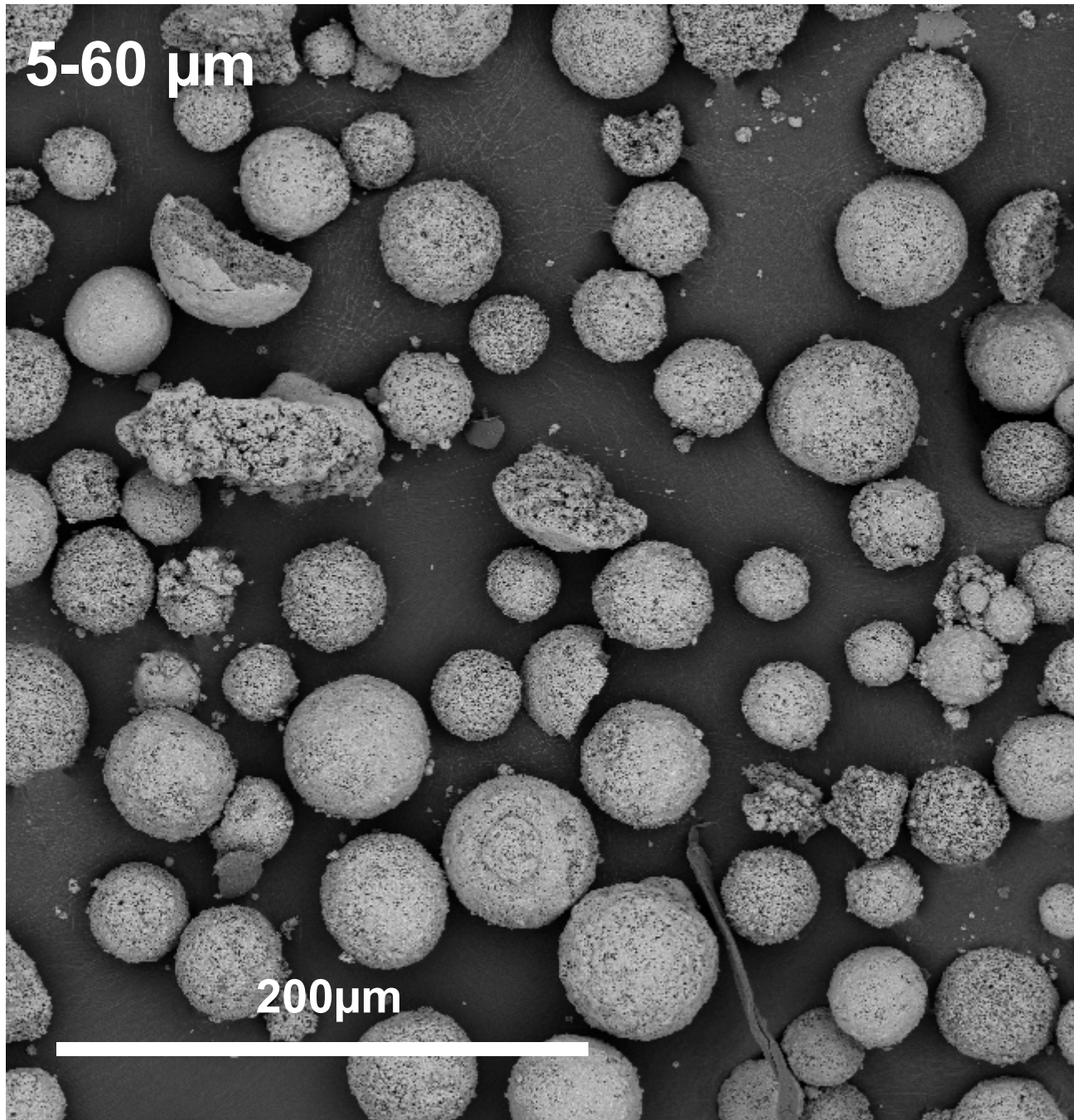


Prothèse de hanche
(FH orthopaedic)

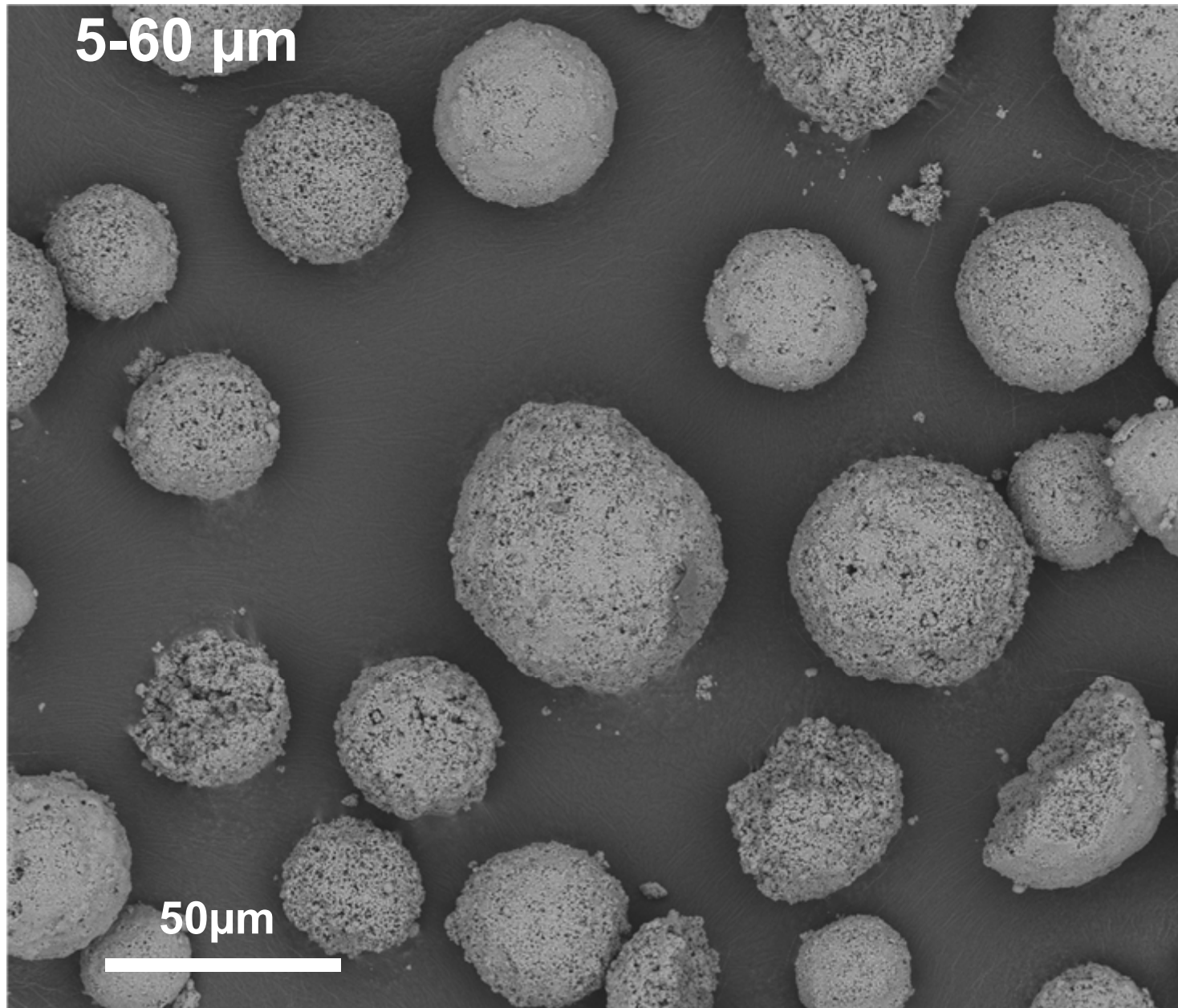


Etude *in vitro* de l'HA sur cellules osseuses de rat
Li et al., J Biotechnol Biomater 2012

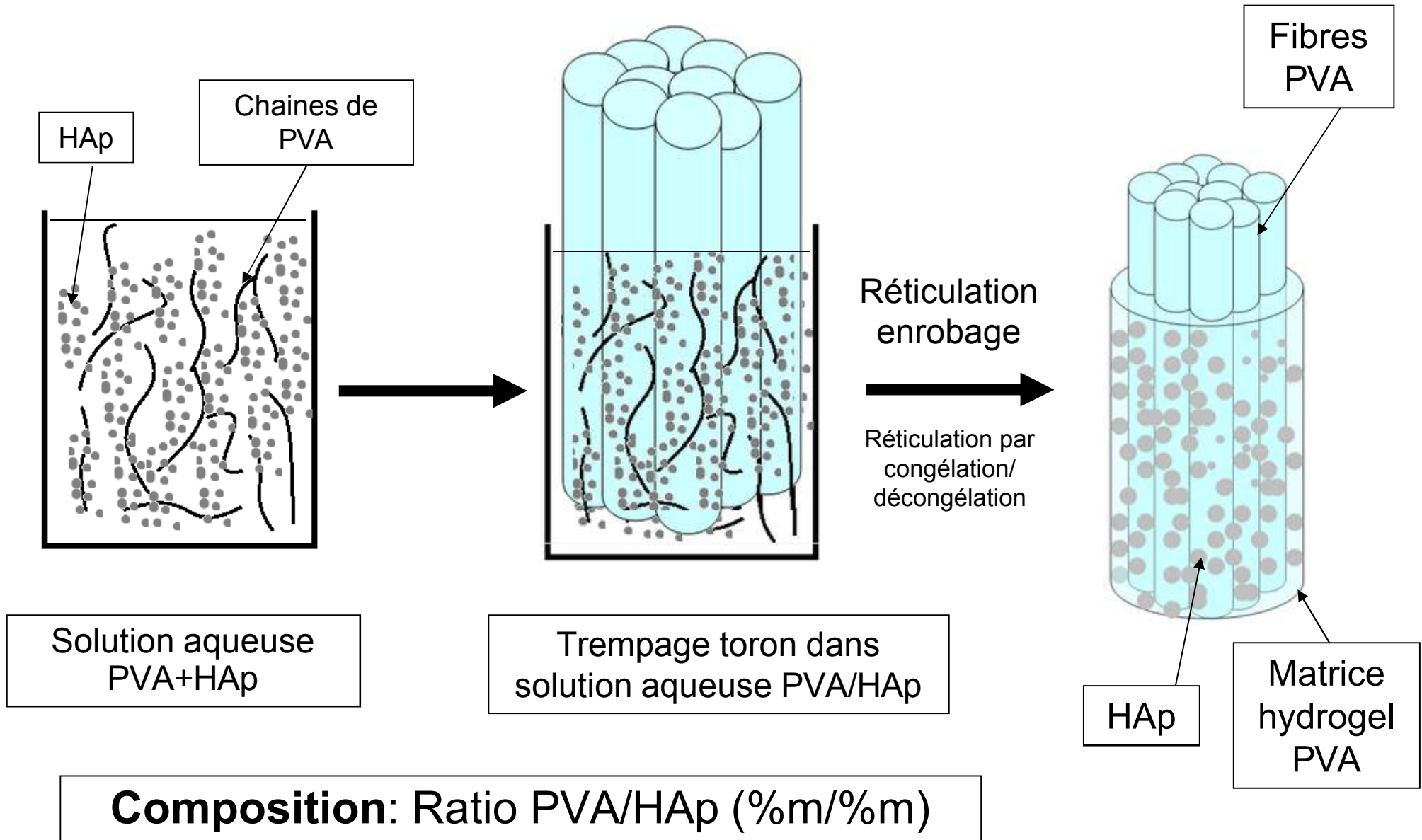
HAp



HAp



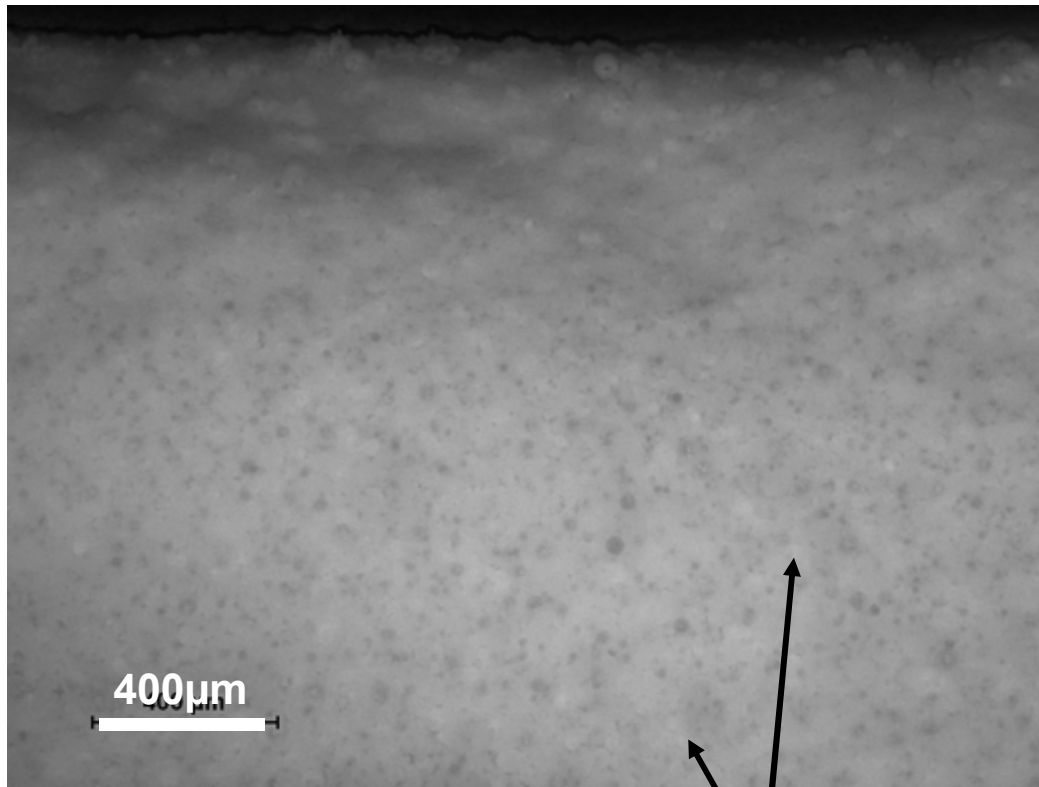
Procédé d'enrobage



Enrobage PVA/HAp

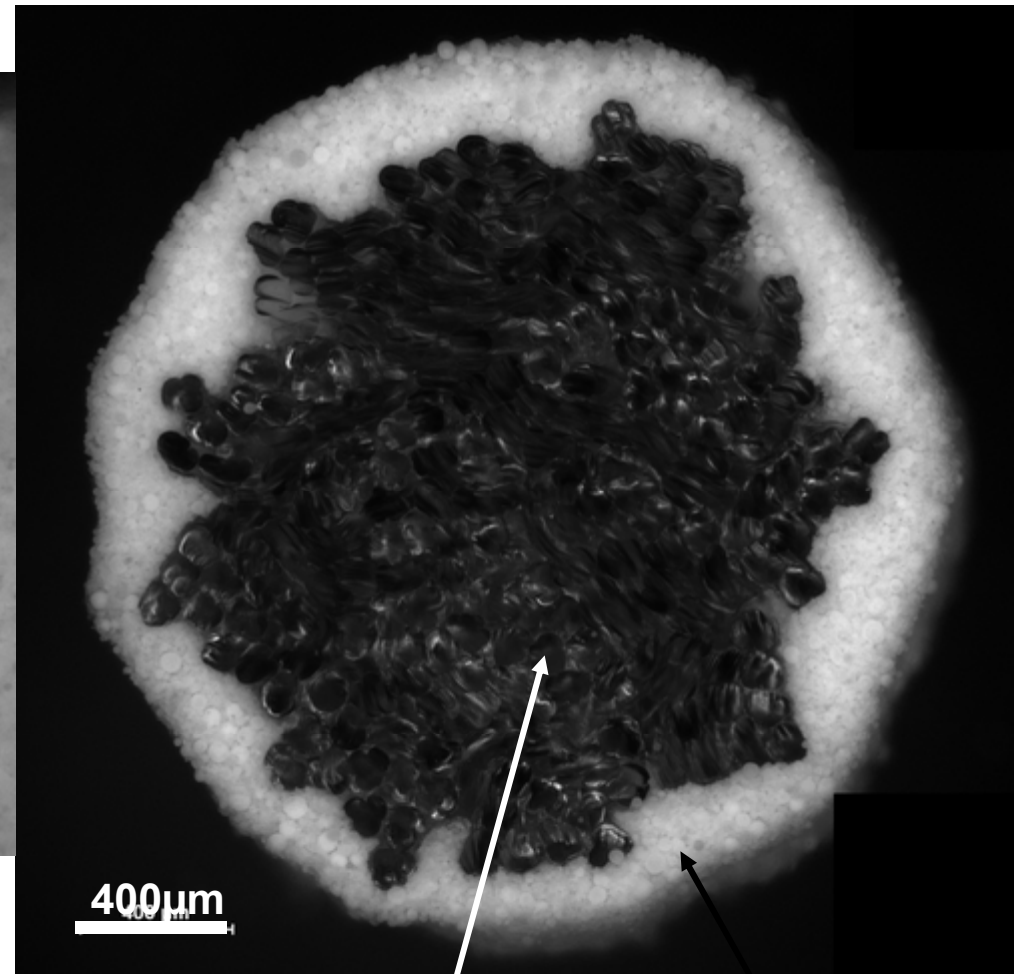


Vue de la surface,
microsc optique



Particules HAp

Vue en coupe,
microsc optique



Fibres PVA

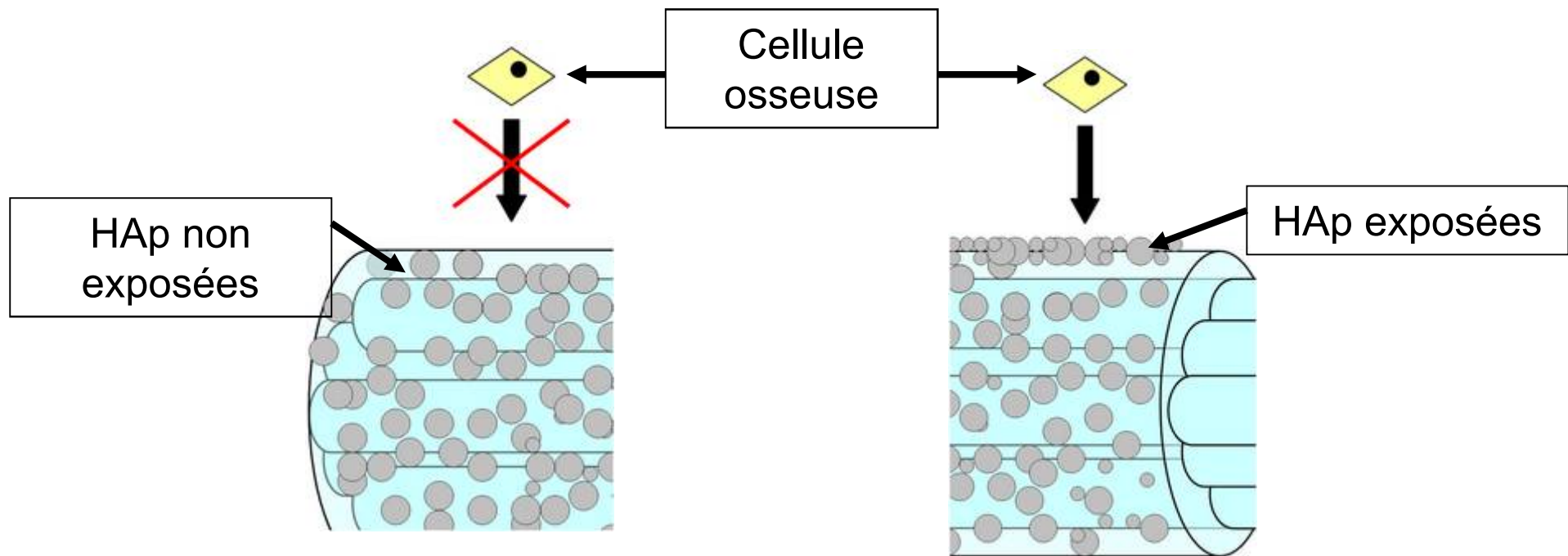
Enrobage
PVA/HAp

Caractérisation microscopique



Etape primordiale

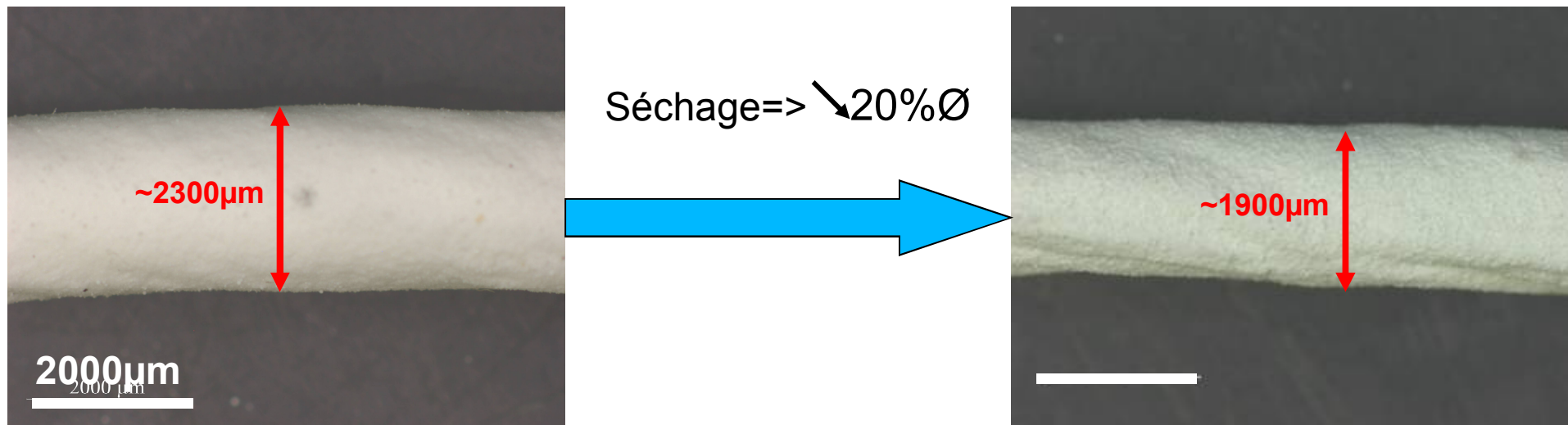
- Etude de la structure (cohésion de l'enrobage, adhésion aux fibres, dimension)
- Exposition des particules à la surface



Contraintes des hydrogels



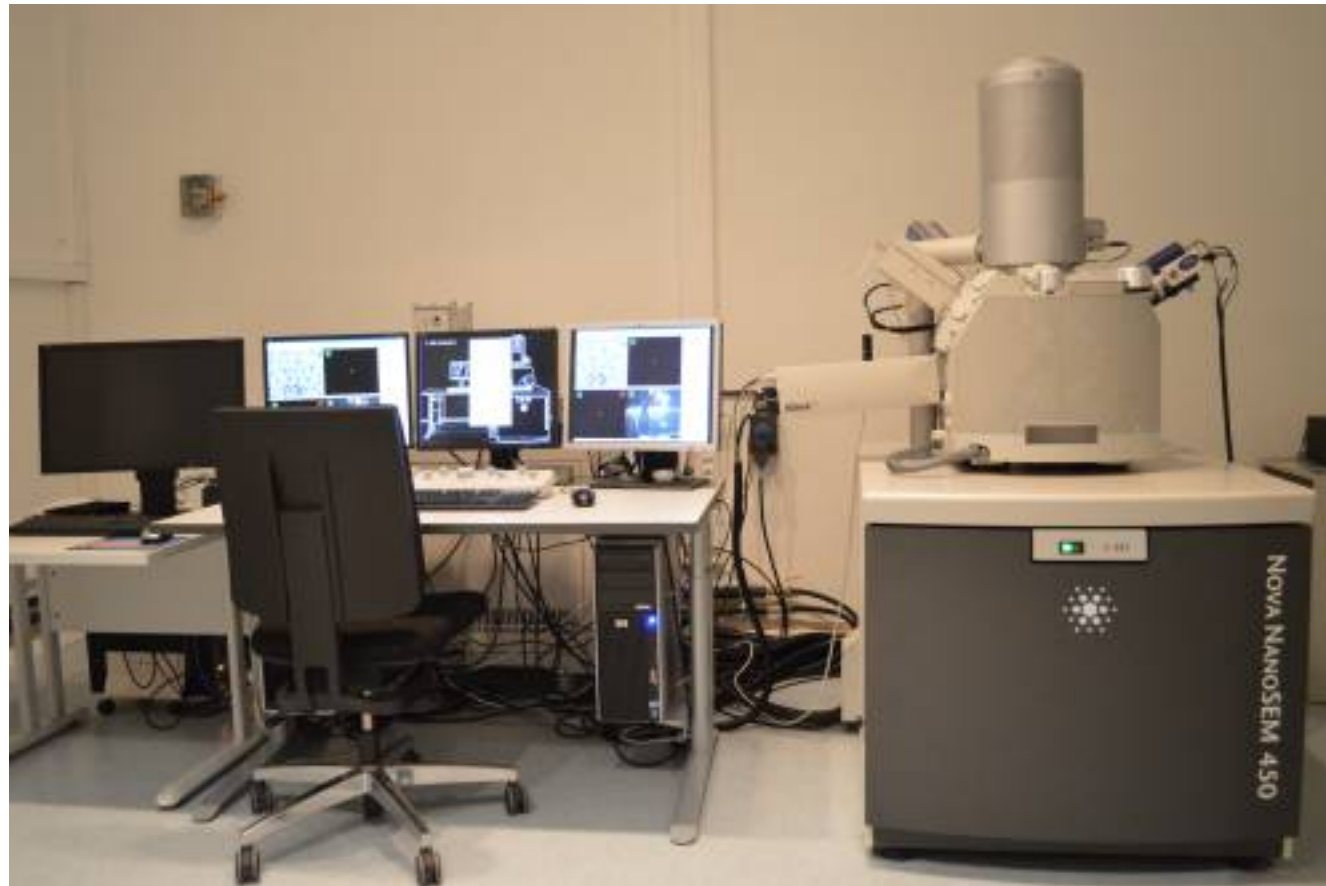
- Matériau gonflé en condition physiologique
- Observation sous « état hydraté »



Dispositifs d'observation



Microscope électronique à balayage FEI Nova NanoSem 450, accompagné du mode « Low vacuum » (LoVac)



Qu'est que le Low vacuum ?

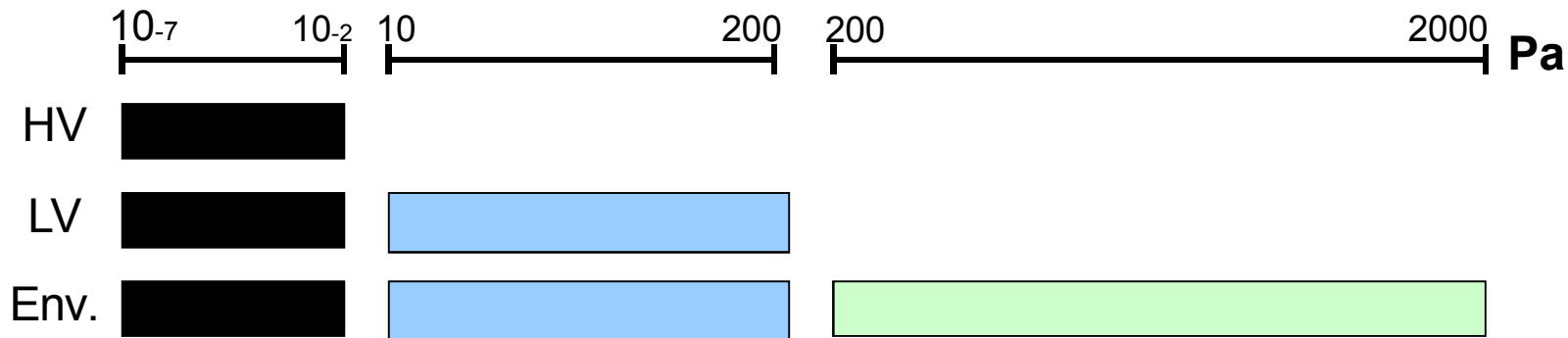


- **Niveau de pression dans la chambre**

Low vacuum: $P_{\text{chambre}} 10\text{-}200 \text{ Pa}$

High vacuum (mode conventionnel): $P_{\text{chambre}} < 10^{-2} \text{ Pa}$

MEB environnemental: $200 \text{ Pa} < P_{\text{chambre}} < 2500 \text{ Pa}$



- **Spécificités:**

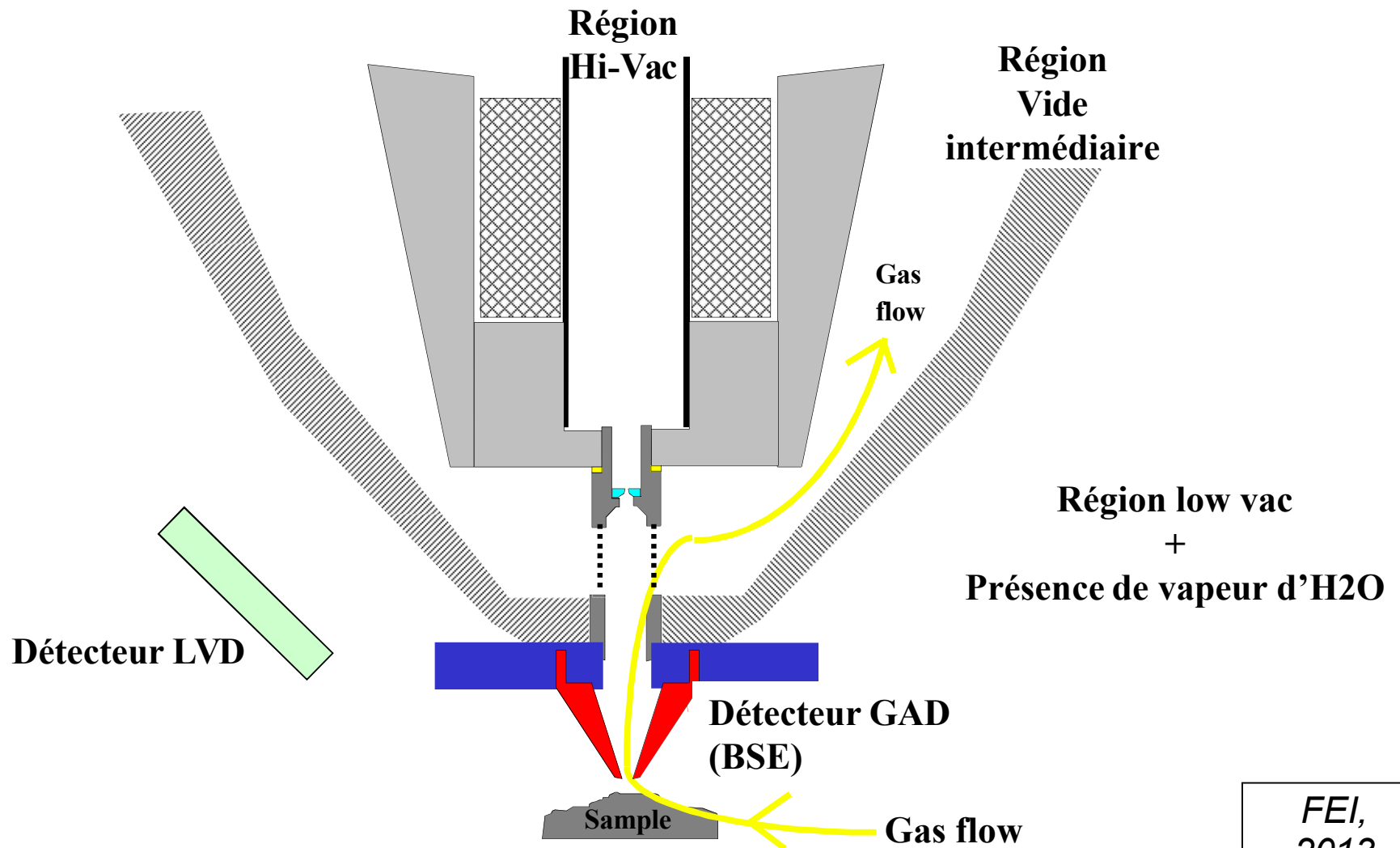
Vapeur d'H₂O dans la chambre => phénomène d'ionisation

Observation de matériaux non conducteurs

➤ Absence de métallisation => Non destructif

➤ Echantillons sous état hydraté

Configuration de la chambre mode Low Vac + LVD-GAD



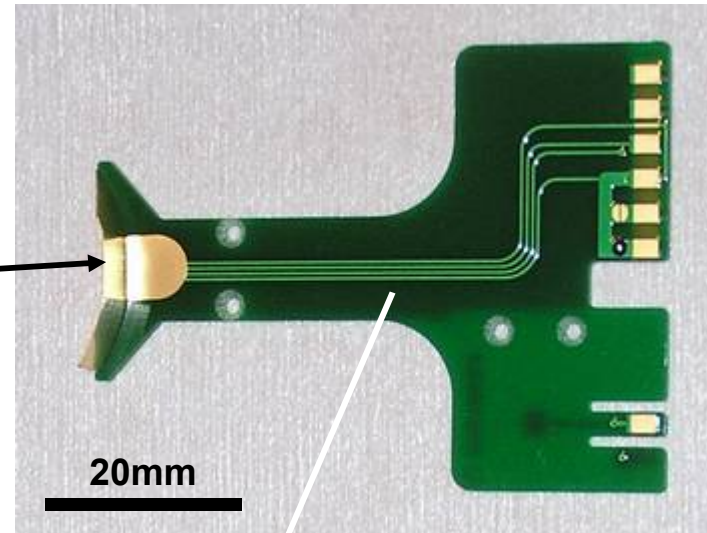
FEI,
2013

Les détecteurs



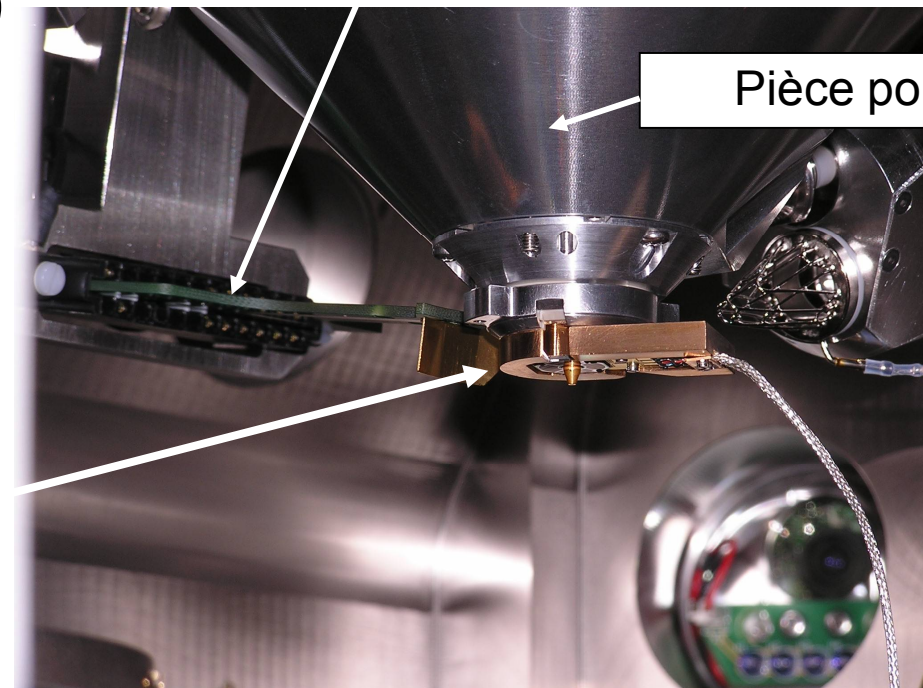
Electrons secondaires (SE)

Lame cuivre
(détecteur d'électrons
secondaires)



Electrons rétrodiffusés (BSE)

Détecteur GAD
(goupillé sur la
colonne)



FEI,
2013

Préparation des échantillons



Echantillons hydrogels: **mous** et **hydratés**

➤ Difficultés :

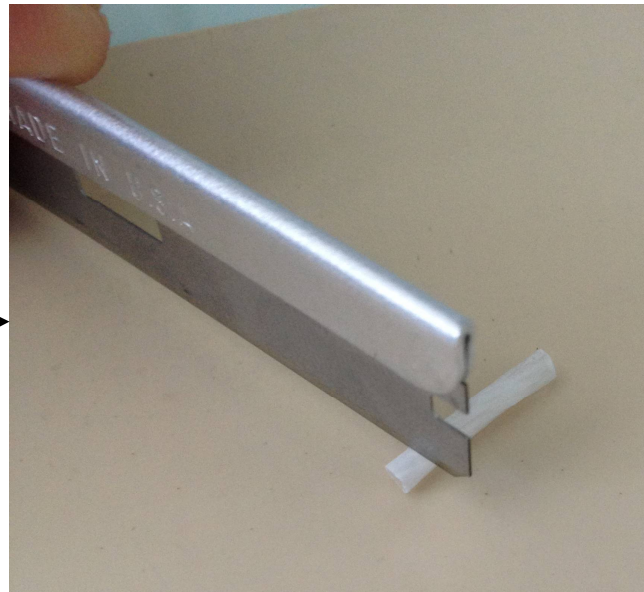
coupe en tranche

collage sur porte échantillon

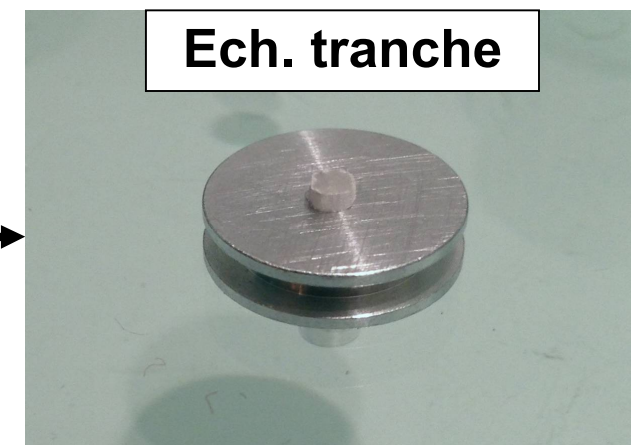
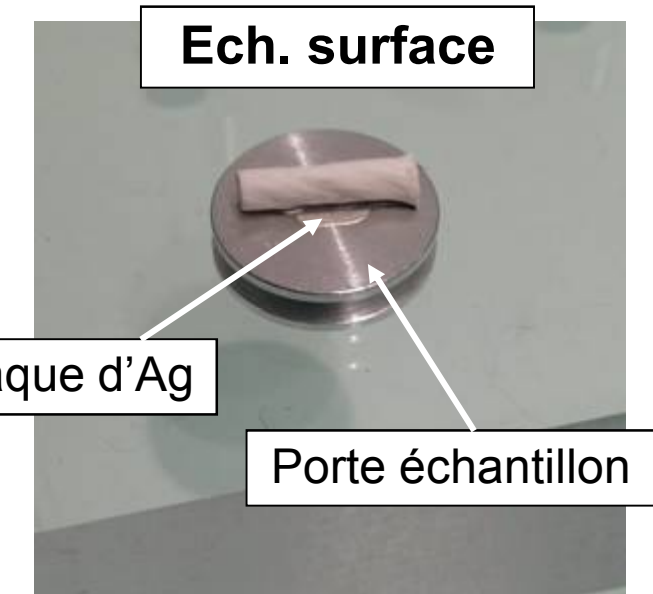
Protocole de préparation :



Refroidissement
à l'azote liquide



Découpe tranche au
rasoir



Collage sur porte
échantillon



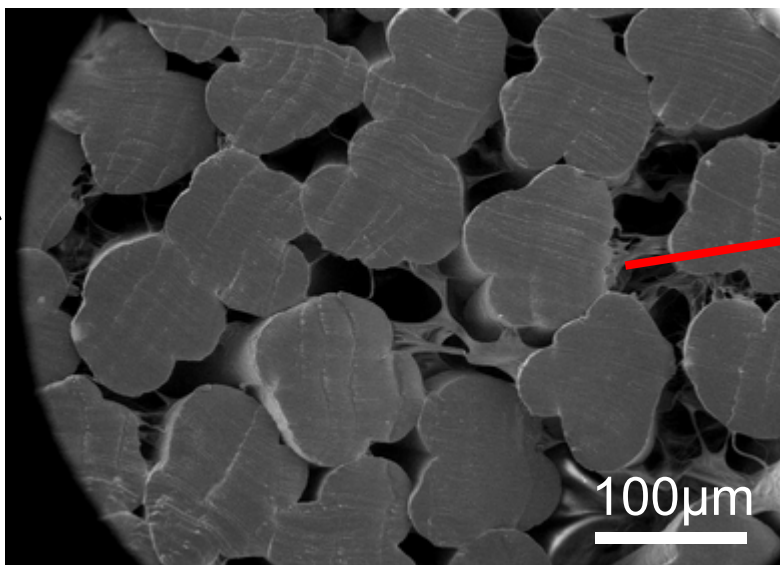
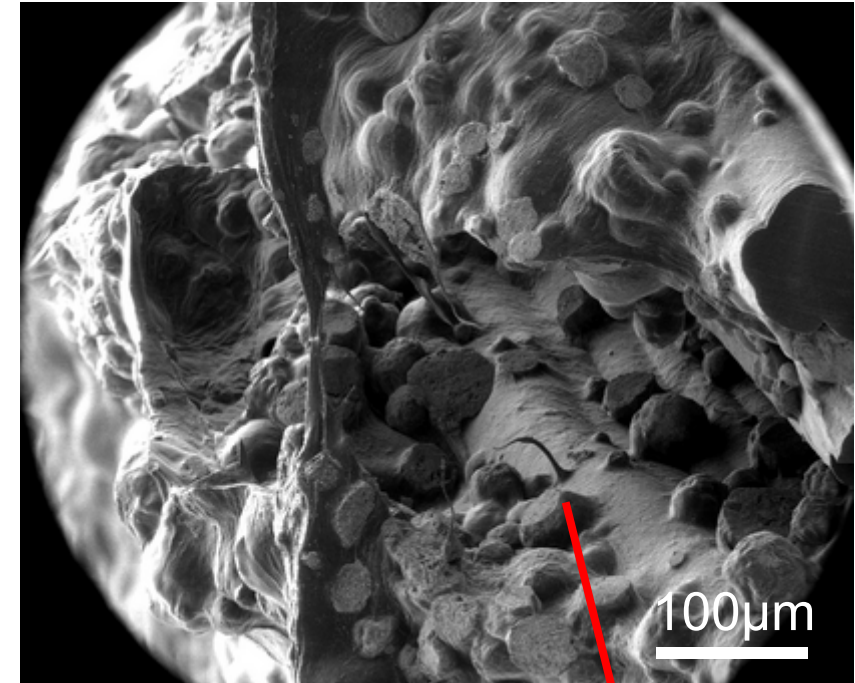
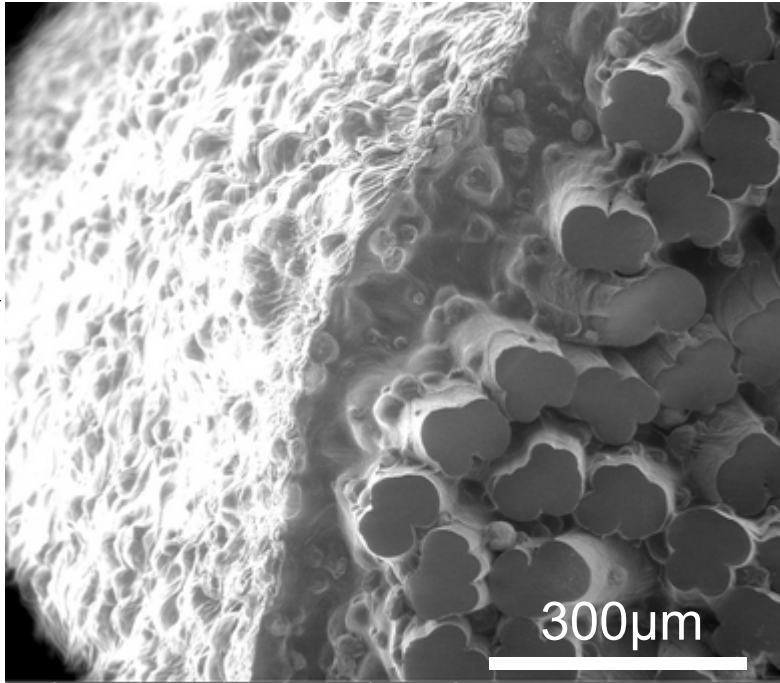
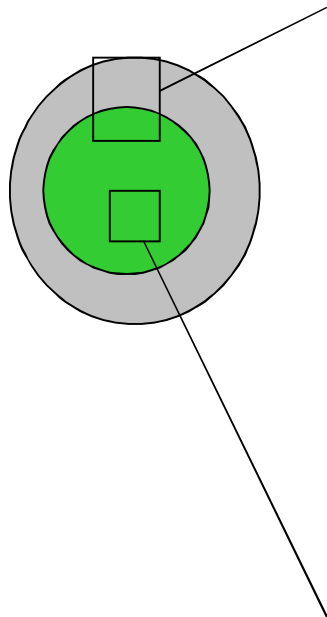
Conditions

- Pression dans la chambre: $60\text{Pa} < p < 100\text{Pa}$
 - Vide partiel à 100 Pa + 3 purges
 - Compromis entre ES (optimal à 120Pa) et BSE (optimal à 30-50 Pa)
- Tension d'accélération: $U=5\text{kV}$
 - Idéale pour observation de surface
- Echantillon hydraté sur support + laque d'Ag
- Temps d'observation < 10 min
 - Séchage partiel de l'échantillon
 - Perte de 15% en masse au bout de 15 min (5min mise sous vide + 10min d'observation)



Observations

Coupe d'un échantillon PVA/HAp= 0.9



Fibres PVA

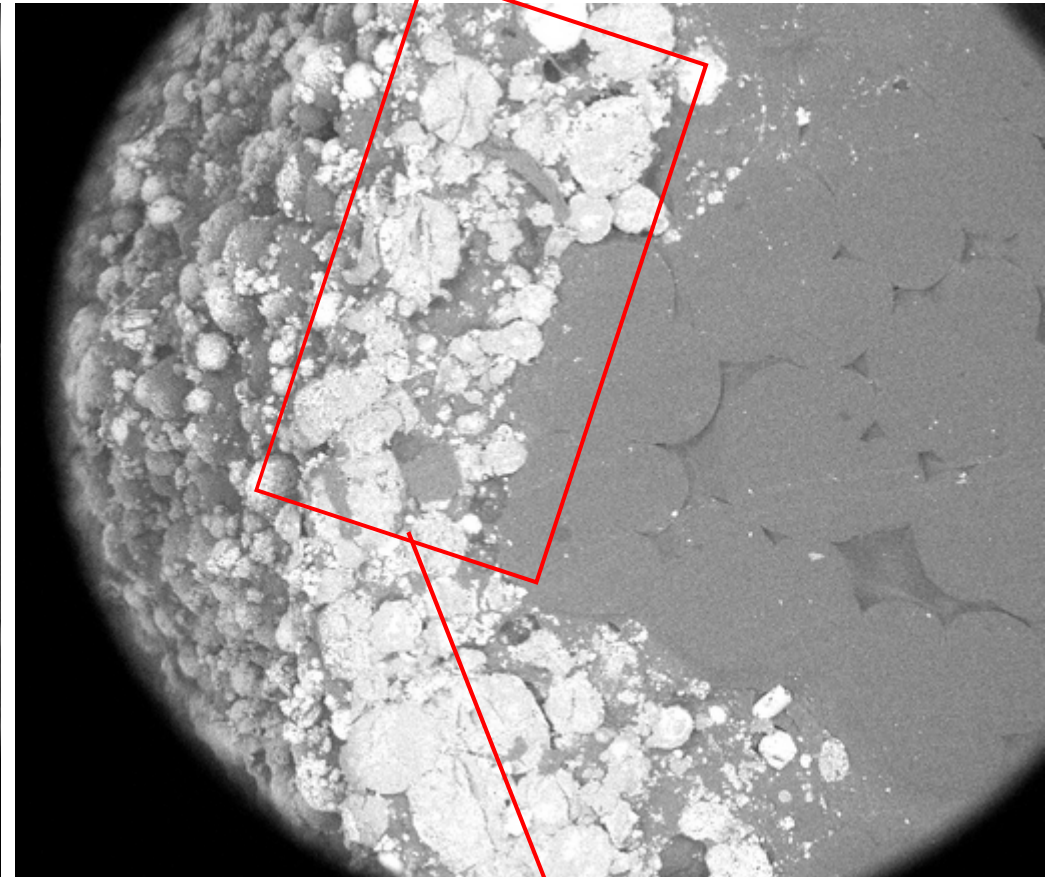
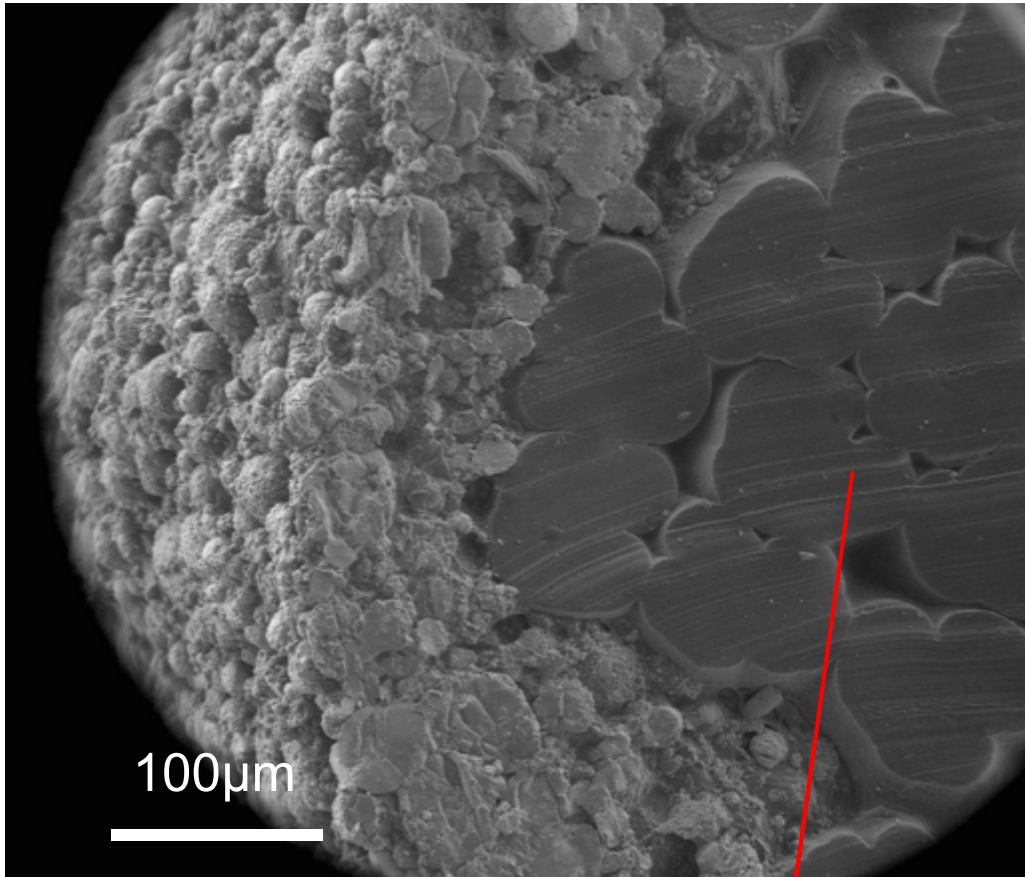
Enrobage peu compacte

Tranche d'un échantillon PVA/HAp= 0.23



Electrons secondaires

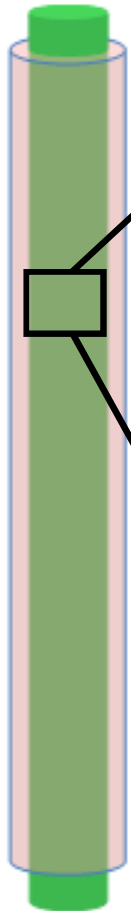
Electrons rétrodiffusés



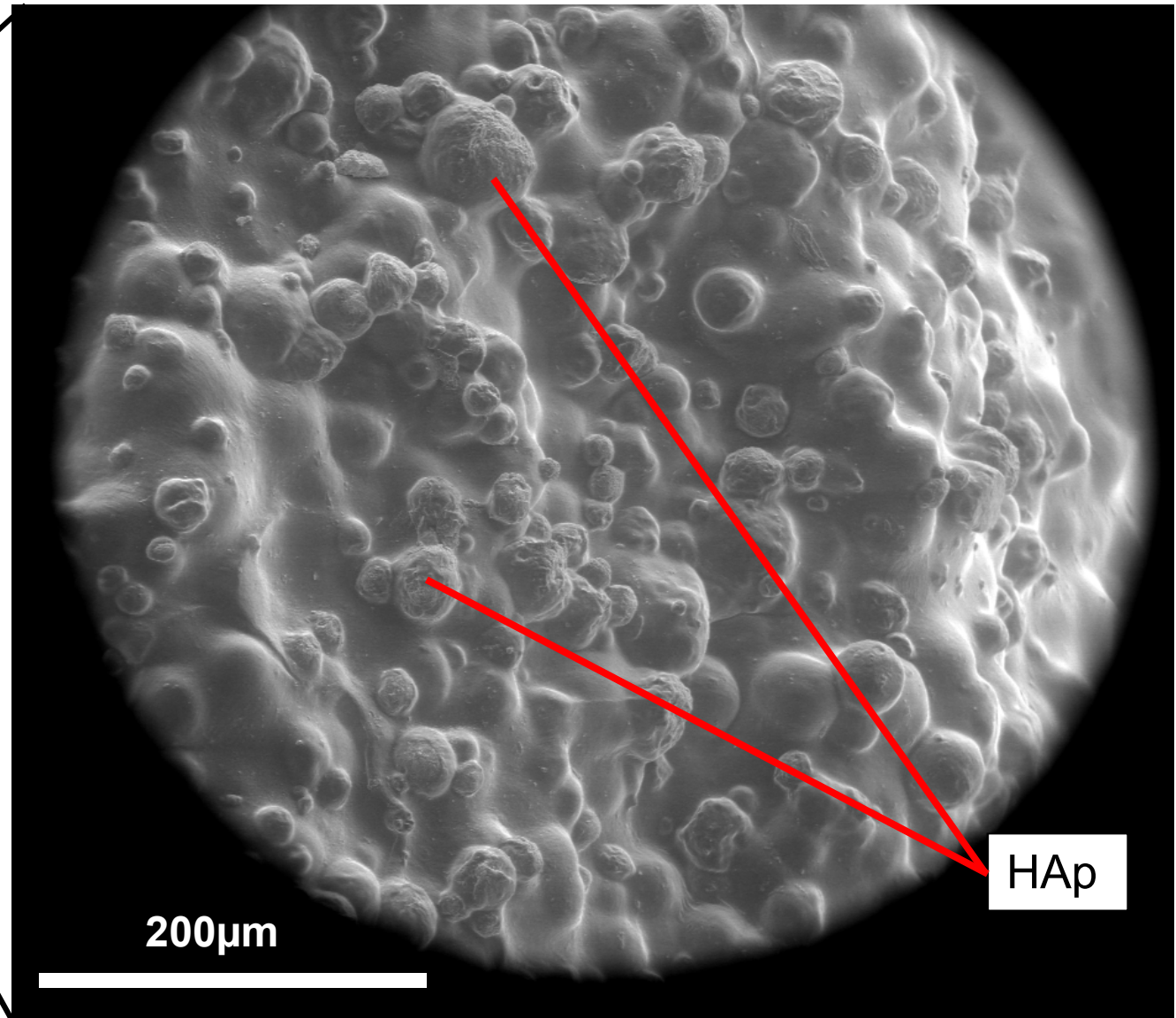
Fibres PVA

Enrobage compact

Surface d'un échantillon PVA/HAp= 0.9

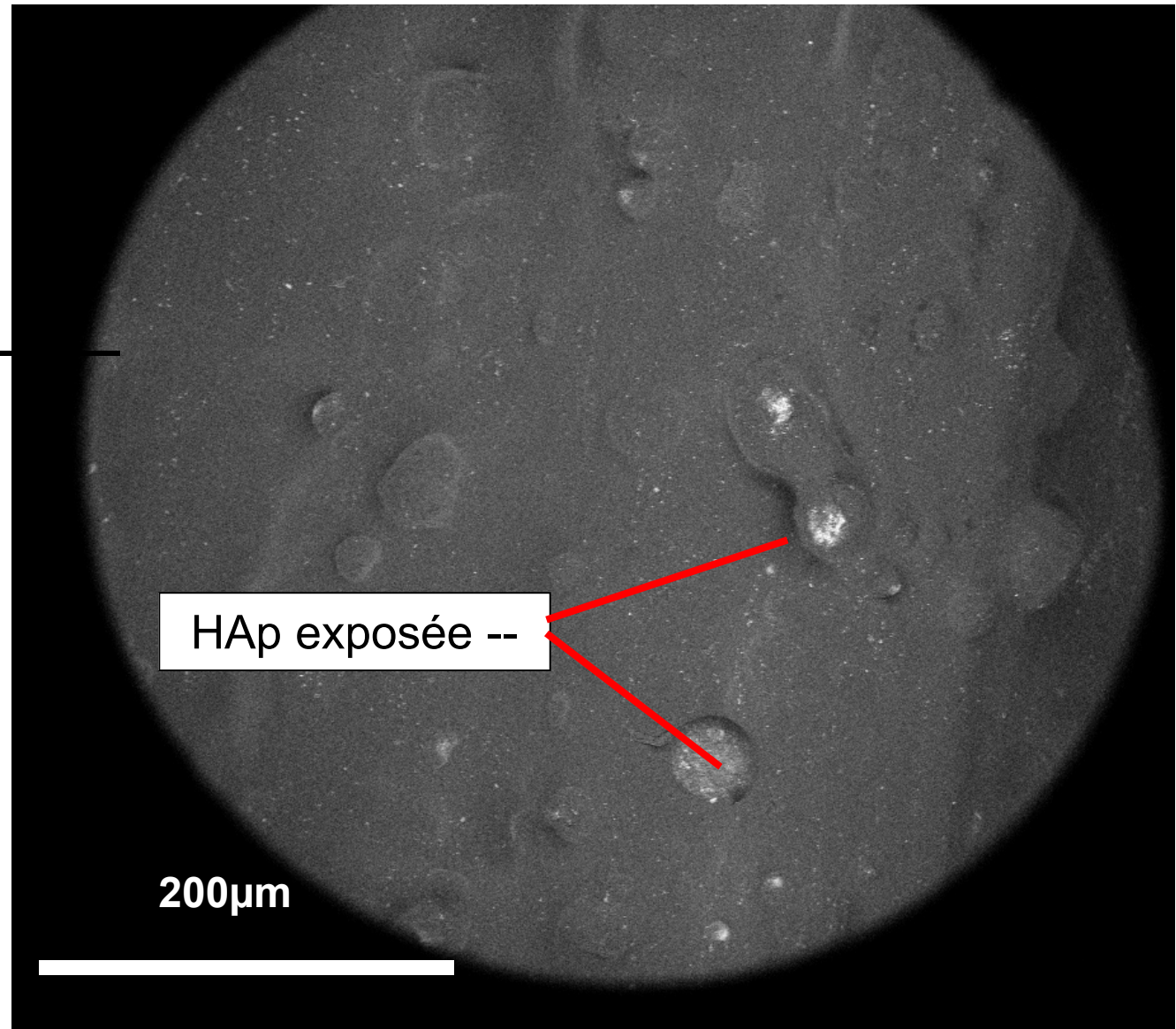
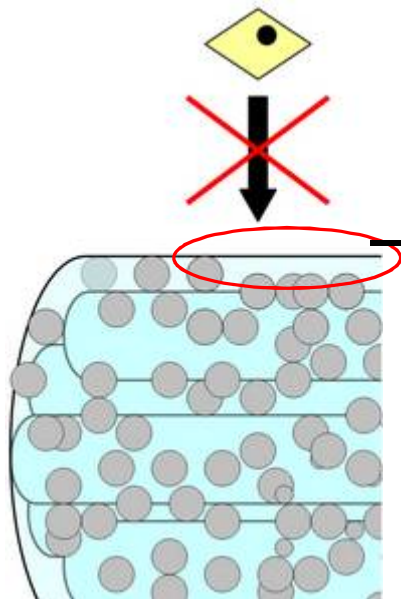


Surface d'un échantillon
PVA/HAp=0.9



Electrons secondaires

Surface d'un échantillon PVA/HAp= 0.9

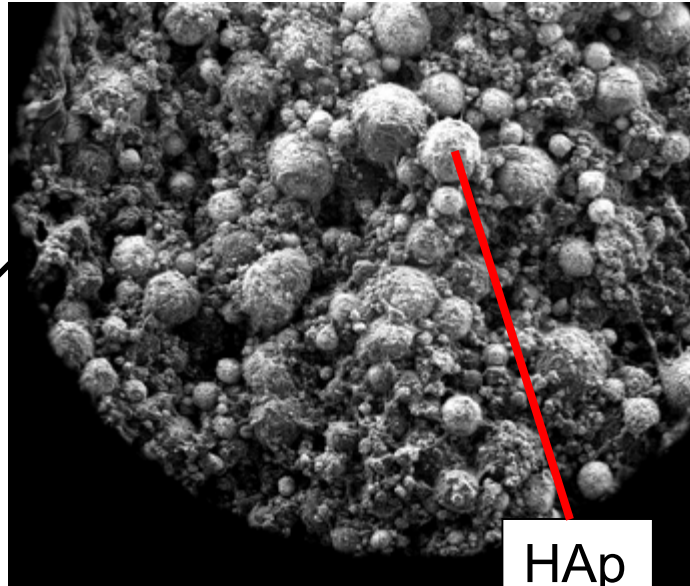


Electrons rétrodiffusés

Surface d'un échantillon PVA/HAp= 0.23

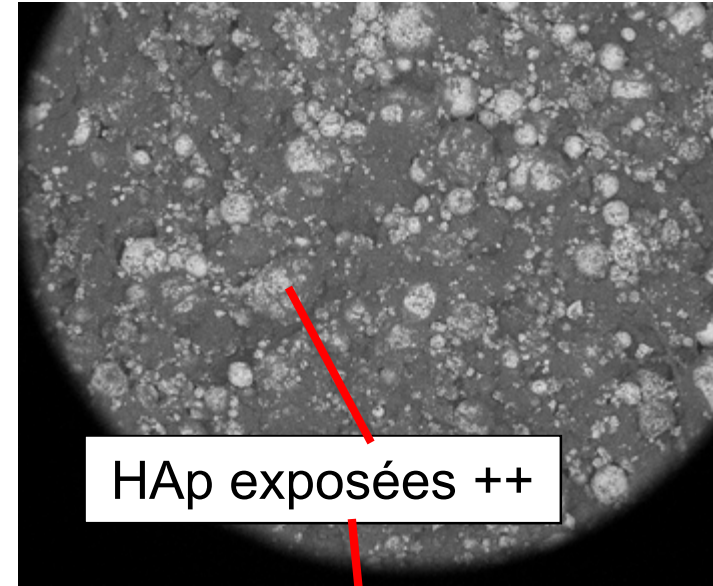


Electrons secondaires

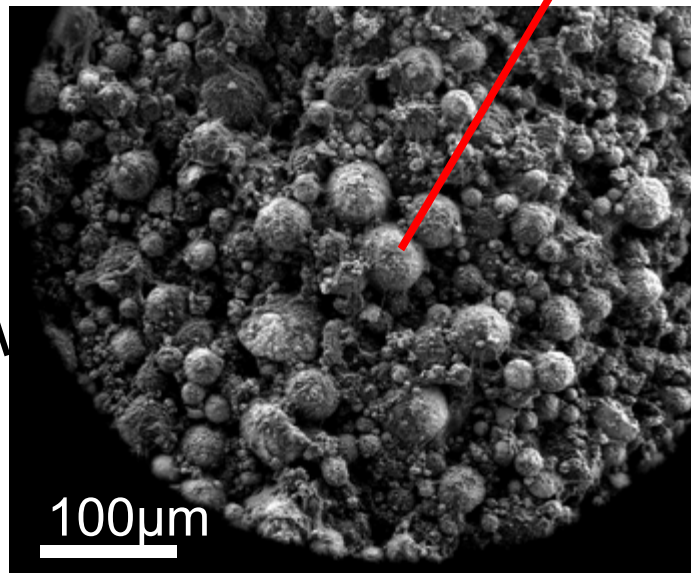
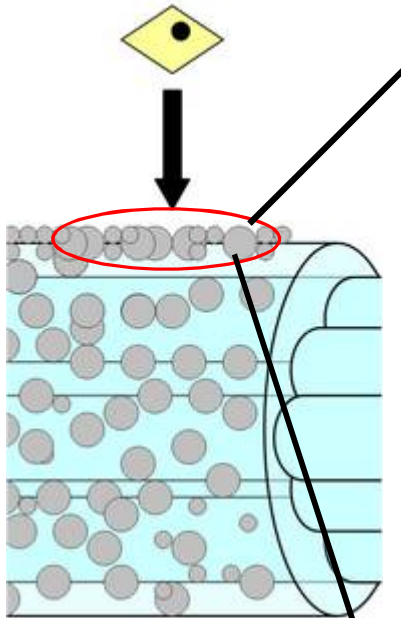


HAp

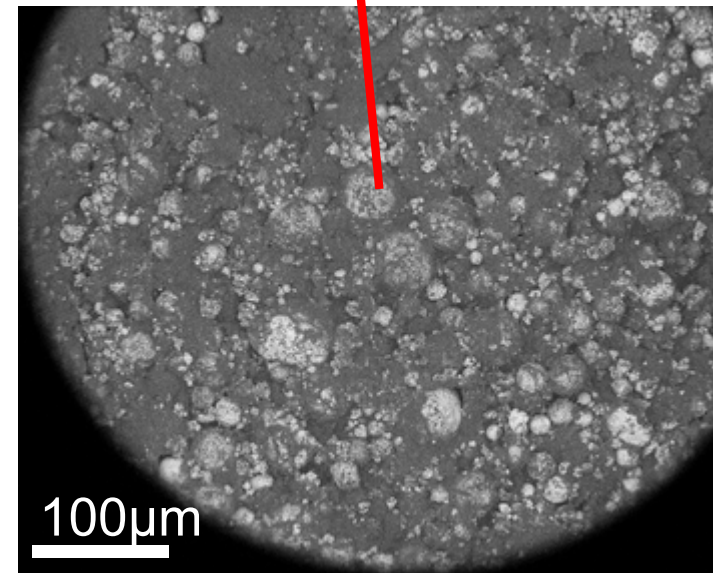
Electrons rétrodiffusés



HAp exposées ++



100µm

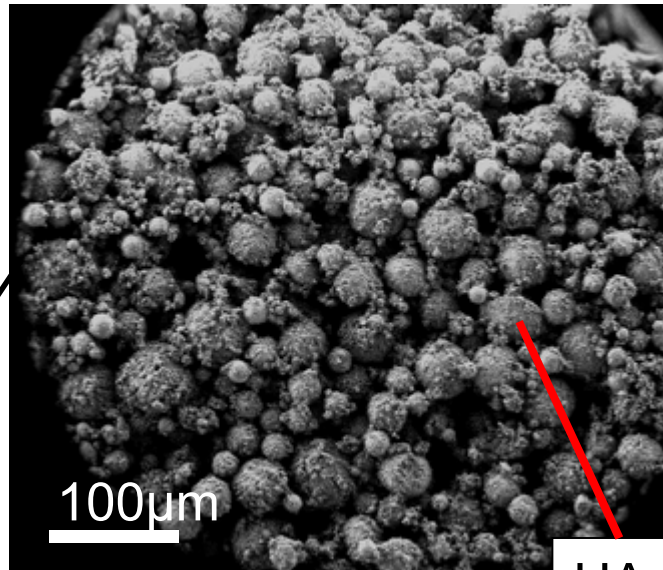


100µm

Surface d'un échantillon PVA/HAp= 0.1

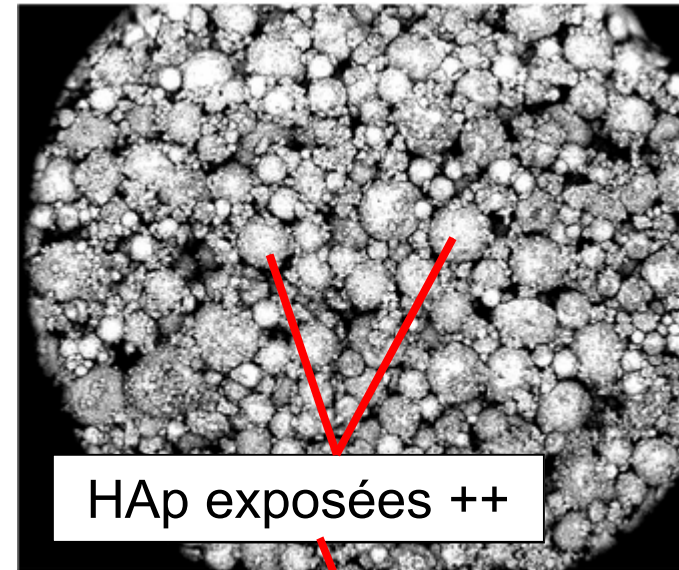


Electrons secondaires

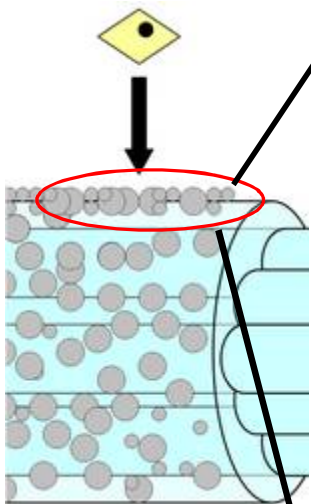
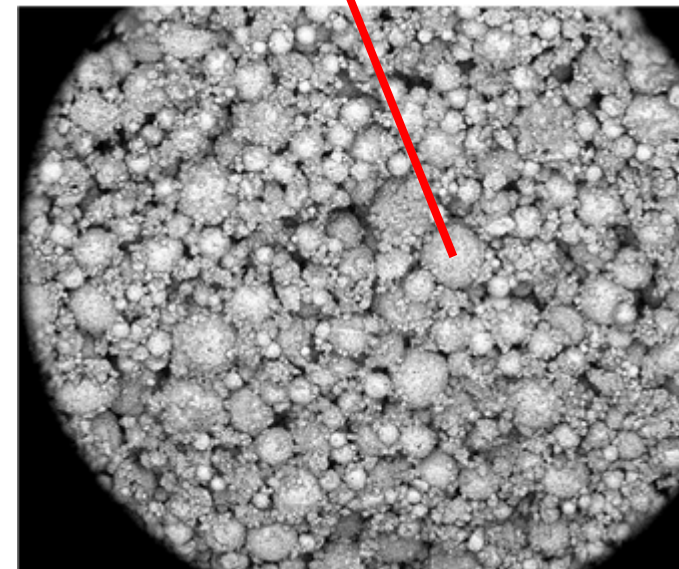
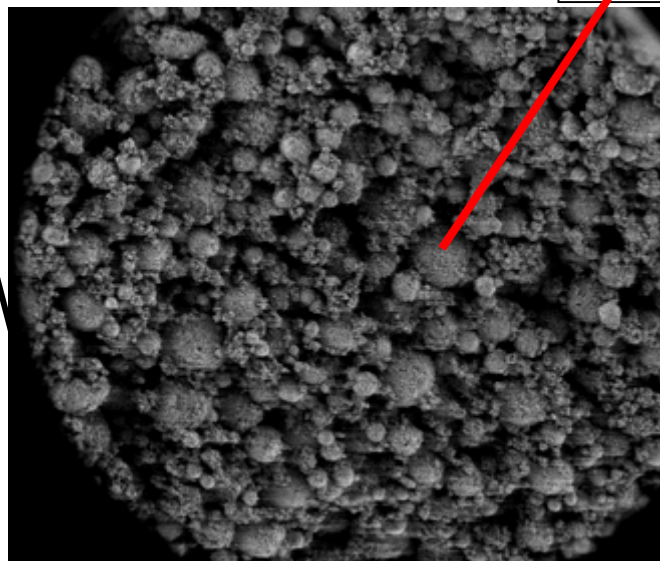


HAp

Electrons rétrodiffusés



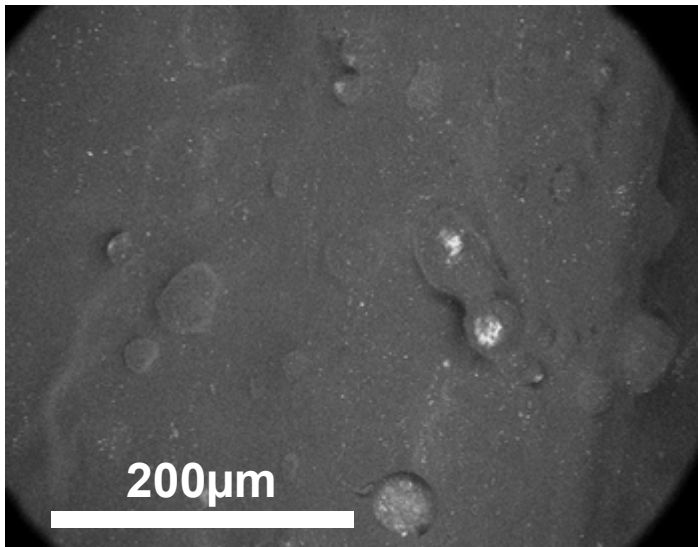
HAp exposées ++





Choix d'une composition

R=0.9



HAp non exposée

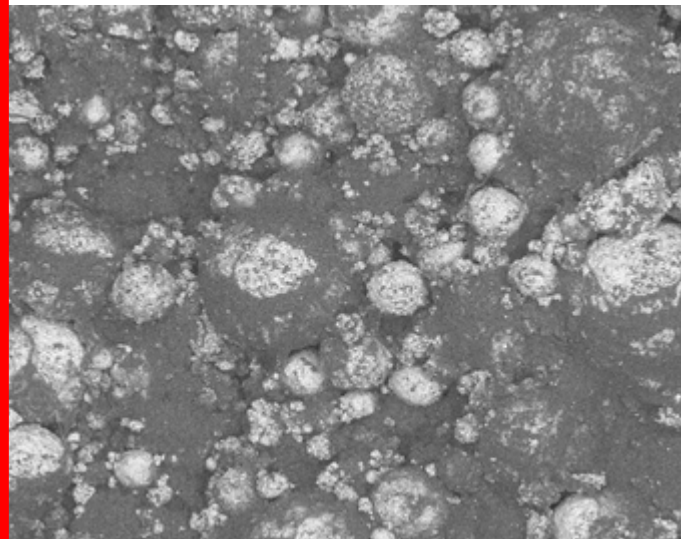


Cohésion enrobage

Diam= 1500µm



R=0.23

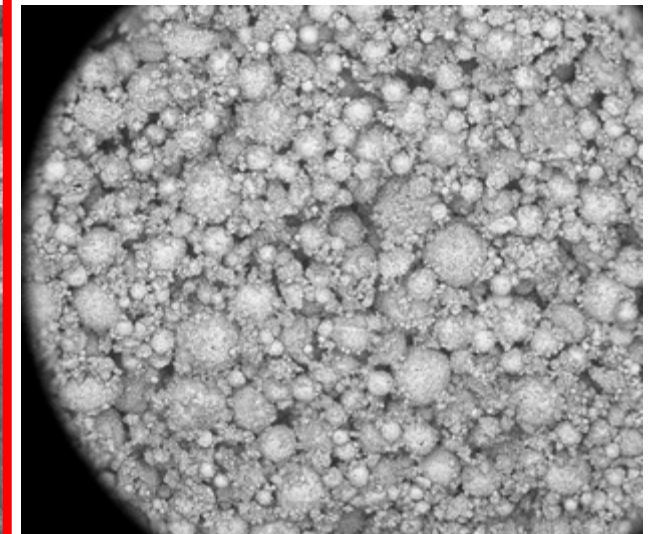


HAp exposée

Cohésion enrobage

Diam= 2200µm

R=0.1



HAp exposée

Enrobage friable



Diam= 3500µm >> BT





Avantages et inconvénients

Avantages	Inconvénients
<p>Condition « hydraté »</p> <p>Non destructif</p> <p>Rapidité des observations (10-15min/éch.)</p> <p>Couplage SE/BSE</p>	<p>Faible grossissement (bruit à fort grossissement)</p> <p>Champ d'observation réduit (diaphragme PV)</p> <p>Séchage partiel de l'éch.</p>

Difficultés de mise en oeuvre



- **Disposition de l'échantillon**

Comment relier l'échantillon à l'anode du MEB?

- Utilisation de la laque d'Ag

- **Tension d'accélération**

Observation de la surface, destruction de l'échantillon

- $U=5\text{kV}$

- **Pression de la chambre**

Quelle pression imposer pour déshydratation minimale ?

- $P\sim 90\text{Pa}$



Conclusion

- Mise en place d'une nouvelle procédure d'observation au centre des matériaux
- Caractérisation :
 - Structure de l'enrobage
 - Adhésion de l'enrobage
 - Exposition des particules

**Etude *In vivo* sur
modèle animal**



Merci de votre attention

Remerciements:

Laurent Corté, *CDM, Mines ParisTech*

Maria Betbeder, *CDM, Mines ParisTech*

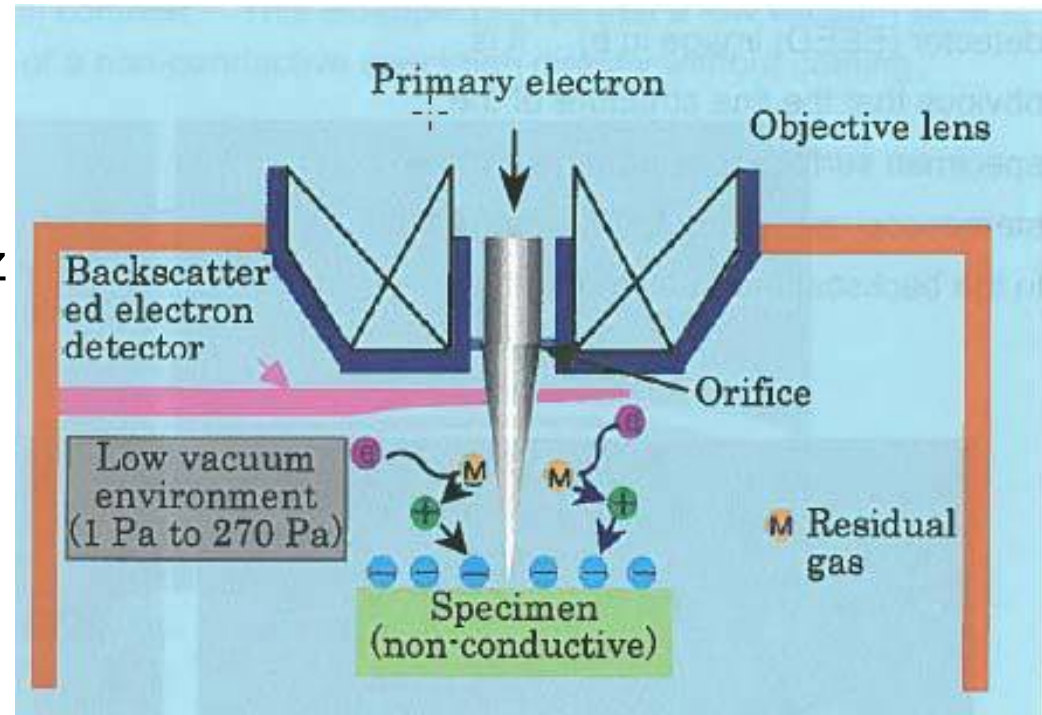
Yann Auriac, *CDM, Mines ParisTech*

Principe physique



Parcours libre des électrons en haute pression: très court ($\sim 100\mu\text{m}$)

- Collision entre électrons (primaires, secondaires et rétrodiffusés) et le gaz résiduel présent dans la chambre
- Ionisation des électrons et libération d'ions(+).
- Attraction des ions(+) par les charges(-) à la surface de l'échantillon =>annulation de charge
- Neutralisation du phénomène de charge à la surface de l'échantillon, ce qui permet l'observation d'échantillon non conducteur



Rodney
Herring