

Présentée à

L'UNIVERSITE BORDEAUX I

Ecole doctorale des Sciences Physiques et de l'Ingénieur

Par Gonzague FAUDEMER

Pour obtenir le Grade de

DOCTEUR

Spécialité « Mécanique et Ingénierie »

**CONTRIBUTION DE L'ANALYSE MECANIQUE A L'ETUDE
DES IMPLANTS ET DES BIOMATERIAUX DENTAIRES**

Devant le Jury composé de :

S. ARBAB CHIRANI	Professeur des Universités	ENIB / Brest
M. MORENAS	Professeur des Universités	CHU Clermont Ferrand
M. MESNARD	Professeur Agrégé (HDR)	Université Bordeaux 1
M. SHANAHAN	Professeur des Universités	Université Bordeaux 1
J. COLAT-PARROS	Maître de Conférences	CHU Bordeaux
J. JUMEL	Maître de Conférences (HDR)	Université Bordeaux 1

Une parenthèse se referme : celle d'un travail de plusieurs années au sein d'un laboratoire qui m'a accueilli sans détours et dont je remercie tous les membres.

Tout particulièrement :

Le Professeur Martin Shanahan, vous m'avez accueilli au sein de votre laboratoire, vous avez toujours été aimable et bienveillant à mon égard, vous m'avez encouragé dans les moments de doute. Votre soutien et vos nombreux conseils m'ont permis de faire aboutir ce travail. C'est un grand honneur d'avoir pu bénéficier de ce savoir que vous dispensez sans réserve et de vous compter dans les membres de ce jury. Je vous en remercie très sincèrement.

Le Professeur Shabnam Chirani, vous avez répondu immédiatement et positivement à l'invitation de participer à ce jury en tant que rapporteur, malgré vos nombreuses obligations et la distance qui vous sépare de nous. Vous avez jugé ce travail avec justesse en me fournissant une approche nouvelle. Cela m'a été précieux dans les dernières étapes. Votre disponibilité et votre grande gentillesse m'ont beaucoup encouragé et pour tout cela je vous suis très reconnaissant.

Le Professeur Maurice Morenas, vous m'avez fait l'honneur de vous pencher longuement sur mon travail en tant que rapporteur, vous m'en avez apporté un éclairage professionnel, accessible et confraternel, vous avez accepté de siéger dans ce jury avec une grande amabilité en retardant d'autant un délasserment bien mérité ... Merci pour votre bienveillance et votre expertise.

Le Professeur Michel Mesnard, vous avez apporté votre expertise sur ce travail à travers le prisme de la biomécanique, lien indispensable entre la mécanique et la dentisterie. Les différents domaines de l'odontologie vous sont déjà connus et nos échanges sur tous ces sujets sont toujours enrichissants. Je vous remercie de votre intérêt, qui nous honore, pour notre spécialité médicale et pour ce travail.

Le Docteur Jacques Colat-Parros, vous m'avez enseigné depuis déjà fort longtemps, à l'université comme en privé. Votre soutien de la première minute, votre amitié indéfectible et votre patience à mon égard m'honorent. Vous avez suivi ce travail jusqu'à son achèvement et m'avez accompagné au travers des embûches dans tous mes voyages Votre parrainage est un honneur et un plaisir.

Le Docteur Julien Jumel, c'est notre rencontre qui a initié tout le reste. Vous avez cru en ce projet et m'avez amené à son point final. Votre amitié, votre patience et votre sensibilité à mon égard m'ont souvent touché. Vous m'avez toujours soutenu que je n'étais pas un poids dans votre univers et j'ai fait semblant de vous croire. Merci pour tout. Soyez assuré de mon amitié la plus sincère.

A ma famille, qui me soutient dans tous mes projets. Je suis heureux et fier de la confiance que vous me témoignez. Votre présence, à mes côtés ou à distance, m'est précieuse Je vous aime tous.

A Stéphanie qui a accueilli un étudiant tardif dans sa vie. Ta douceur, ta patience, tes attentions, ton soutien sans faille me remplissent chaque jour. Je mesure ma chance et t'offre en échange tout mon amour.

<u>AVANT-PROPOS</u>	5
<u>CHAPITRE 1 : INTRODUCTION</u>	7
1.1 Historique	9
1.2 Le complexe implantaire	11
1.2.1 Le support : os / substituts osseux	11
1.2.2 Structure de l'implant.....	12
1.2.2.1 Morphologie générale des implants	15
1.2.2.2 Morphologie des spires	16
1.2.2.3 Etat de surface	16
1.2.2.4 support prothétique	19
1.2.2.5 Les connectiques	21
1.3 La restauration implantaire – une structure multimatériau	23
1.3.1 Les métaux.....	23
1.3.2 Les céramiques	24
1.3.3 Les ciments de scellement.....	24
1.3.4 Les colles dentaires.....	25
1.4 Méthodes d'assemblage	25
1.4.1 Vissage	26
1.4.2 Scellement	26
1.4.3 Collage	26
1.5 Approche des comportements mécaniques	27
1.5.1 Comportement mécanique d'un matériau	27
1.5.2. Elasticité.....	28
1.5.3 Plasticité – Ductilité	29
1.5.4 Résistance	30
1.5.5 Rupture – Sensibilité à une entaille.....	30
1.5.6 Fluage – Comportement viscoélastique.....	31
1.6 Caractérisation mécanique	32
1.6.1 Les Méthodes de caractérisation	32
<u>CHAPITRE 2 - MATERIAUX CHOISIS</u>	37
2.1 Le titane	39
2.1.1 Généralités	39
2.1.2 Les alliages du titane	39
2.1.3 Propriétés du titane.....	39
2.2 les céramiques	41
2.2.1 Historique et fabrication.....	41

2.2.2 Classification	42
2.2.3 Propriétés physiques des céramiques.....	43
2.2.4 Propriétés mécaniques des céramiques	43
2.2.5 Céramique utilisée dans l'étude.....	44
2.3 La zircone.....	46
2.4 Les polymères dentaires.....	50
2.4.1 Historique – Classification chronologique.....	51
2.4.2 Polymères et céramiques – Effets de l'environnement	55
<u>CHAPITRE 3 - OBJECTIFS DE L'ETUDE ET MISE EN ŒUVRE</u>	57
3.1 Problématiques liées au complexe implantaire	59
3.1.1 Stabilisation d'un site préimplantaire	59
3.1.2 Hiatus et colonisation bactérienne	59
3.1.3 Dévissage et défaillances mécaniques	60
3.2 Evaluation comparative de substituts osseux	60
3.2.1 Variété des greffes.....	61
3.1.2 Critères de choix pour le clinicien	62
3.1.3 Evaluation biologique.....	65
3.1.4 Evaluation physico-chimique	68
3.1.5 Analyse morphologique.....	71
3.1.6 Essais de compaction.....	73
3.2 Evaluation de la mobilité au sein du complexe implantaire	77
3.2.1 Contraintes observées.....	77
3.2.2 Formation d'un hiatus sous contrainte	78
3.2.3 Dévissage du pilier prothétique	81
3.2.4 Montage expérimental.....	82
3.2.5 Résultats et interprétation	85
3.3 Evaluation comparative de polymères dentaires	88
3.3.1 Intérêts de l'usage d'une colle	88
3.3.2 Evaluation de la résistance sous sollicitation de tension – « tack test »	88
3.3.2.1 Matériel et substrats	89
3.3.2.3 Protocole de collage / protocole d'essai :	95
3.3.2.4 Résultats et interprétation	96
3.3.2.5 Essai de cisaillement.....	104
3.3.3. Approche mécanique de la rupture :	108
3.3.3.1 Mesure de la ténacité : essai de fissuration sur éprouvettes DCB-SCB	109
3.3.3.2 Matériel et substrats	110
3.3.3.3 Dispositif expérimental	111
3.3.3.4 Résultats et interprétation	112
3.3.3.5. Analyse d'un essai de fissuration SCB	115
3.3.3.6 Modélisation avancée d'une éprouvette SCB :	118

3.3.3 7. Analyse de l'essai en termes de mécanique de la rupture :	123
3.3.3 8. Effet d'un « vieillissement humide	126
3.3.3 9. Essai supplémentaire – Effet de vitesse :	129
3.3.3 10. Déformation de l'adhésif en pointe de fissure	130
<u>4. CONCLUSIONS & PERSPECTIVES</u>	137
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	139

AVANT-PROPOS

Comment peut-on justifier la présence d'un chirurgien-dentiste au sein d'un laboratoire de Mécanique Physique spécialisé dans le comportement des polymères ? difficilement...

Et pourtant, une rencontre fortuite m'a entraîné dans un univers bien différent de celui qui m'est familier, celui de la faculté des Sciences de Bordeaux 1 dont je ne connaissais alors que le nom et le magnifique portail.

Pour nous, odontologistes, le savoir concerne la médecine, la structure vivante, la biologie, les bactéries ... pour tous ceux que j'ai rencontrés alors, c'est celui des mathématiques, de la physique des solides, des fluides, des équations et de tant d'autres choses toutes aussi ludiques...

Heureusement, les scientifiques, à la curiosité aiguisée, ont trouvé amusant d'imaginer ce que pouvait être la pratique médicale d'une discipline aussi polyvalente que la dentisterie aux mains de praticiens écoutant la douce musique que leur jouent les industriels pour mieux les convaincre d'utiliser telle colle plutôt que telle autre, de faire confiance à tel matériau pour reconstruire l'os disparu et tant regretté ou encore de placer un implant qu'ils aimeraient rendre éternel Confiance hélas parfois abusée.... ils s'en doutaient mais ont eu l'élégance de ne pas en rire, à peine ont-ils souri.

Ils m'ont même proposé de travailler ensemble et je ne peux que leur en être extrêmement reconnaissant car je ne suis pas certain d'avoir été leur meilleur élément Toutefois, j'ai travaillé, j'ai observé et j'ai beaucoup appris.

Ce travail s'est donc naturellement tourné vers la partie la plus technique de l'odontologie où se côtoient nombre de matériaux dont l'évolution incessante et rapide place les praticiens dans une situation de dépendance vis-à-vis des industriels qui diffusent l'information et, pour les plus zélés, la formation. De là à imaginer que les données reçues soient artisanes, il n'y a qu'un pas

Alors, nous nous sommes penchés sur trois domaines de la dentisterie parmi les plus concurrentiels et les plus prometteurs pour l'avenir : le collage, la reconstruction osseuse et l'implantologie. Le collage car il devient désormais incontournable pour les praticiens dans une démarche qualitative, esthétique et économe en tissus. La reconstruction osseuse car elle demeure un objectif encore non atteint malgré la diversité des matériaux distribués. L'implantologie car certaines problématiques non résolues peuvent encore entraîner des situations cliniques inextricables.

Pour cela, et pour chaque domaine exploré, nous avons établi plusieurs protocoles nous permettant d'évaluer comparativement divers produits professionnels parmi les plus consommés dans les cabinets dentaires, cela en ne tenant compte que de résultats objectifs détachés de leur approche marketing.

Cette démarche m'a beaucoup appris sur la méthode scientifique, sur la rigueur de la mise en place des tests, de la collecte des résultats et de leur interprétation, en un mot sur le métier de chercheur ; je profite donc de ce petit espace de libre écriture pour remercier très chaleureusement toutes les personnes que j'ai côtoyées dans le laboratoire durant ces quelques années et qui m'ont accueilli avec tant de gentillesse et, j'en suis conscient, tant de patience.

CHAPITRE 1

INTRODUCTION

1.3 Historique

Lorsque l'Homme découvrit le sucre, qui transformerait durablement son régime alimentaire, il découvrit également la carie qui transformerait durablement son sourire...

Les premiers signes de soins apportés aux dents sont datés d'environ -7000 av J-C par les archéologues qui découvrent également les prémices de la prothèse dentaire, datant de l'Antiquité et élaborés dans des éclats de pierre ou d'or, chez les Grecs et les Romains, et à base d'excréments de chauve-souris chez les Chinois qui ont ainsi pu faire valoir très tôt leur souci du travail soigné ...



Figure 1. Reconstitution par les archéologues du travail d'une dent comme pratiqué au Néolithique (Roberto Machiarelli, Université de Poitiers)

Dans la Rome Antique, les dents absentes sont remplacées par des morceaux d'os ou d'ivoire sculptés, accrochés aux dents adjacentes au moyen de ligatures en rubans d'or. Plus tard, la Renaissance voit naître une dentisterie pratiquée par les colporteurs et les barbiers qui utilisent avec dextérité le marteau et le burin.

Enfin, la dentisterie moderne commence à se développer au début du XVIIIème siècle avec la création des premières obturations à base d'alliages de métaux (les « plombages »), tout en conservant dans la pratique quelques remèdes plus traditionnels qui semblent avoir prouvé leurs effets bénéfiques, comme par exemple les bains de bouche à base d'urine.... Quelques progrès restent à faire ! (Fauchard, 1728).

Ainsi, le remplacement des dents perdues a de tout temps été un enjeu majeur et focalise les efforts de nombreuses générations de praticiens pour rétablir la fonction et l'aspect originels.

La dentisterie moderne offre principalement trois options pour le remplacement d'une dent absente :

- la prothèse amovible dont la structure métallique coulée, appuyée mais également accrochée aux dents adjacentes, soutient une ou plusieurs dents en résine, permet de combler l'absence d'une ou plusieurs dents à moindre coût. L'inconvénient majeur de cette technique réside dans la contrainte mécanique appliquée par la prothèse aux dents

support de crochets ainsi qu'à la base osseuse sous-jacente à la gencive, entraînant à long terme caries et mobilité des dents support ainsi que la disparition progressive du volume osseux initial.

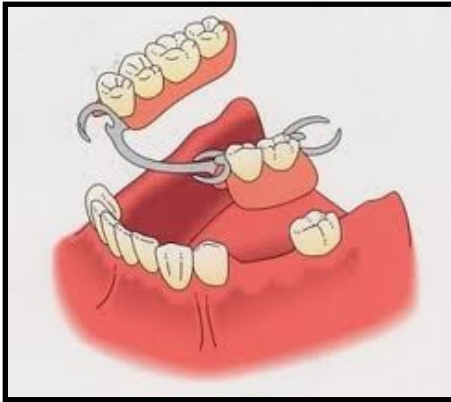


Figure 2. Illustration d'une prothèse amovible partielle type
(Source : Thesavior.e-monsite.com – <http://www.mediafire.com>)

- le bridge : il consiste en une prothèse formant un bloc de plusieurs dents s'appuyant sur des dents taillées par le chirurgien-dentiste de façon à remplir le rôle de piliers prothétiques, et retenue mécaniquement sur ces dernières par une friction mécanique doublée d'un scellement, ce qui rend la prothèse inamovible. Cette technique de remplacement des dents absentes est longtemps restée la seule permettant une réhabilitation fixe. Elle présente toutefois l'inconvénient majeur de nécessiter la taille, et donc la mutilation des dents piliers qui deviennent alors plus exposées aux colonisations carieuses.

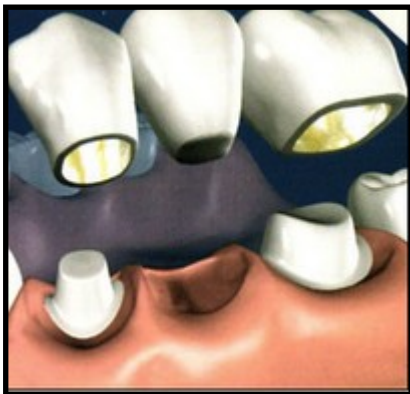


Figure 3 . Illustration schématique de structure d'un bridge de 3 dents
(source : Estelle Vereeck, galerie Arana, ed. Luigi Castelli).

- l'implant dentaire : depuis les années 80, la pratique dentaire se tourne toujours davantage vers le remplacement de la dent absente au moyen d'un support, le plus souvent en titane, inséré dans l'os de la mandibule ou du maxillaire, supportant seul la prothèse dentaire et remplissant ainsi l'espace laissé par une ou plusieurs dents absentes. Cette technique présente l'avantage considérable de remplacer l'organe dentaire défaillant sans interagir avec les dents adjacentes et d'offrir seule une récupération totale de la mastication.

Ainsi, l'implant dentaire fait figure de thérapeutique de choix. En effet, de par ses qualités mécaniques, sa biocompatibilité, ses indications multiples, il est désormais partie intégrante

des plans de traitement proposés quotidiennement aux patients dans le remplacement des dents absentes.

Toutefois, si chaque élément du complexe implantaire pris séparément est aujourd'hui parfaitement maîtrisé, il reste que les interfaces ne le sont toujours pas totalement, laissant apparaître des zones de défaillances encore très difficiles à contrôler. L'ensemble formé par le tissu osseux, l'implant, le pilier prothétique et enfin la prothèse, est un concentré de technologies de grande précision qui tendent à reconstruire au mieux ce que la nature a édifié.

Dans notre étude, nous avons choisi de porter notre regard sur les zones « fragiles » du complexe implantaire ; elles peuvent être purement mécaniques comme les incidents de dévissage de pilier prothétique, de fracture de la vis prothétique mais également d'incidence biologique comme la colonisation bactérienne aux interfaces ou la capacité des produits de substitution osseuse à créer un environnement stable et implantable.

Pour cela, nous étudierons en premier lieu plusieurs substituts osseux qui sont proposés par les industriels pour remplacer le tissu osseux manquant ou pour servir de trame à sa reconstruction. Les critères de choix avancés commercialement sont ils opportuns ? Dans un second temps, nous tenterons d'évaluer la stabilité de plusieurs systèmes implantaires parmi les plus commercialisés en France afin de déterminer les conséquences cliniques de leurs défaillances éventuelles. Enfin, nous tenterons d'analyser mécaniquement les polymères de collage parmi les plus usités en dentisterie afin de valider plusieurs hypothèses de participation d'une colle à l'amélioration de la stabilité et de l'étanchéité du complexe implantaire.

1.4 Le complexe implantaire

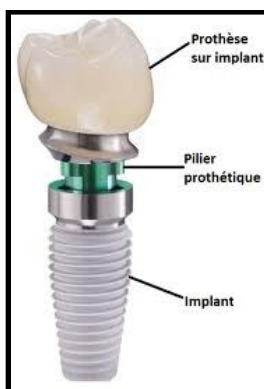


Figure 4. Représentation éclatée d'un complexe implanto-prothétique – source : internet (voyagedentaire.fr)

1.2.1 Le support : os / substituts osseux

L'environnement implantaire occupe une part primordiale dans la pérennité du système os-implant-prothèse. L'implant endo-osseux adopté aujourd'hui nécessite un support solide et

durable dans lequel il va être positionné. Ce support est l'os mandibulaire ou maxillaire qui peut présenter des qualités variables, particulièrement du point de vue de sa densité. Un forage soigneux de l'os prépare le logement implantaire dans lequel l'implant sera vissé (les implants ont pu être également impactés mais le vissage est aujourd'hui le procédé admis comme le plus stable).

Dans le meilleur des cas, l'os dans lequel l'implant sera positionné sera dense, épais et résistant comme classé de type I dans une classification comprenant quatre types d'os évalués selon leur densité. Ici, le type I est constitué presque entièrement d'os compact et homogène tandis que le type IV est formé d'os cortical fin entourant un os peu dense et spongieux. (Lekholm et Zarb, 1985)

Ainsi, l'os mis à nu lors de l'intervention chirurgicale, peut laisser apparaître une qualité osseuse variable, parfois médiocre (os très peu dense, fragile) ou présentant un volume osseux tout à fait insuffisant au regard de la taille minimale de l'implant prévu.

Les techniques de Régénération Tissulaire Guidée (RTG) et de Régénération Osseuse Guidée (ROG) utilisées en odontologie, mais également les techniques de comblement sinusien, font appel à des greffes ou à des substituts osseux.

L'os peut être d'origine autogène, mais au niveau buccal, les sites de prélèvement restent limités. Les substituts osseux d'origine animale et d'origine synthétique sont très largement utilisés mais ils posent un certain nombre de problèmes d'ordre éthique ainsi que d'infectiosité en relation, pour grande partie, avec la présence de résidus organiques.

Les cliniciens, dans leurs choix, sont confrontés à ce premier type de paramètres, mais ils doivent également prendre en compte les caractéristiques physico-chimiques de ces substituts. Si la taille des particules peut paraître un critère assez facile à apprécier, on peut en réalité s'interroger sur le choix approprié des paramètres (diamètre, surface, volume ???) et le lien entre les différents paramètres décrivant la morphologie des particules et la réussite thérapeutique du comblement.

1.2.2 Structure de l'implant

Les premières tentatives de remplacement de dents par implantation se sont faites par implantation de dents d'animaux ou de dents sculptées dans de l'ivoire à l'époque précolombienne et ont démontré une assez bonne intégration osseuse de l'ivoire sur les crânes retrouvés datant de cette époque.

Les transplantations de dents humaines ont été pratiquées au Moyen Age pour laisser ensuite place à de nombreuses tentatives d'implantation de divers matériaux (or, bois, étain, argent) qui ont inauguré une longue période de rejets implantaires. Au début du XX^{ème} siècle, Payne et Greenfield établissent quelques règles fondamentales comme l'asepsie, le

contact intime entre os et implant et la mise en fonction différée (exigeant par là un temps d'attente entre la phase chirurgicale de pose de l'implant et la phase prothétique de mise en place de la couronne (Davarpanah et Martinez 2000).

Plusieurs autres modèles d'implants métalliques ont été ensuite développés comme les implants aiguilles de Scialom, les implants à double hélice en acier inoxydable de Cherchève ou encore les implants lames de Linkow (1967) et lorsque la hauteur d'os disponible était très faible, le diskimplant de Scortecci à insertion latérale et blocage bicortical a été très utilisé. Tous ces implants ont abouti rapidement à des échecs thérapeutiques.

En effet, les implants dentaires employés avant l'usage du titane ne pouvaient être ostéointégrés et l'absence de biocompatibilité des matériaux employés (acier, tantale...) conduisait ces implants à une encapsulation fibreuse les isolant de l'os. On parlait alors de « fibrointégration ». La notion de rejet prédominait alors et les taux d'échec allaient croissant avec le temps.

Désormais, avec le titane, disparaît la notion de rejet. La quasi-totalité des implants disponibles aujourd'hui sont fabriqués en titane. Certains sont en zircone ou en polymères, mais n'offrent pas le recul dont on dispose avec le titane attestant de leur fiabilité.

Les premiers temps de l'utilisation du titane ont été axés sur la pose d'implants cylindriques impactés, tout d'abord développés par la société FRIATEC-IMZ, avec comme inconvénient majeur l'apparition de fenestrations osseuses apicales, c'est-à-dire dans les zones délimitant la pointe de l'implant. Ces fenestrations sont essentiellement liées à une pression majeure exercée sur l'os dans ces régions et provoquant compressions et fêlures osseuses.

La grande majorité des implants dentaires adopte la forme d'une vis cylindro-conique dont l'état de surface est rendu rugueux après attaque acide et sablage. La connexion de la suprastructure prothétique est réalisée via une connectique externe ou interne. Ces implants sont insérés dans leur axe longitudinal après forage du logement adapté en longueur et diamètre.

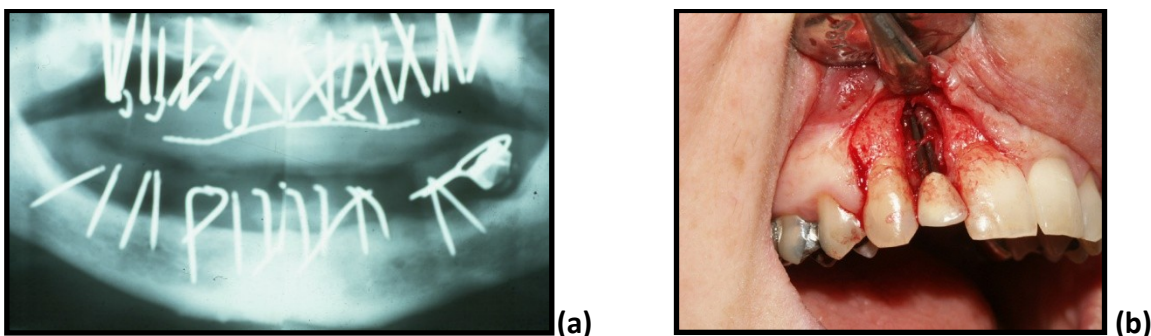


Figure 5. (a) Implants aiguilles de Scialom (source : sos implant dentaire et implantdent.net), (b) Perte osseuse de grande ampleur autour d'implants aiguilles (D'après : Dr P. Leclercq- Paris / K-system, cas n°18

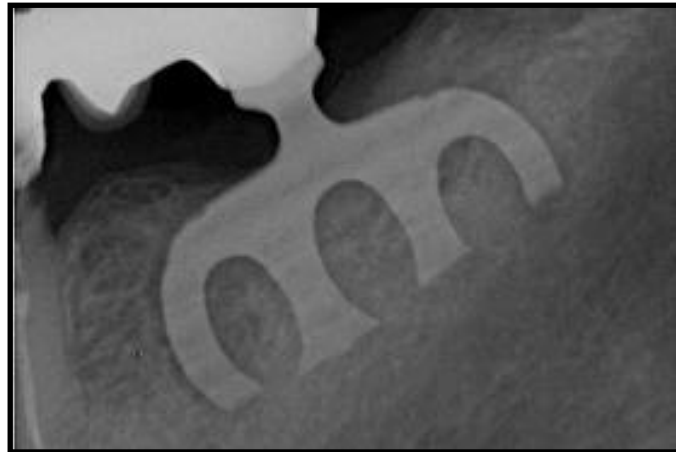
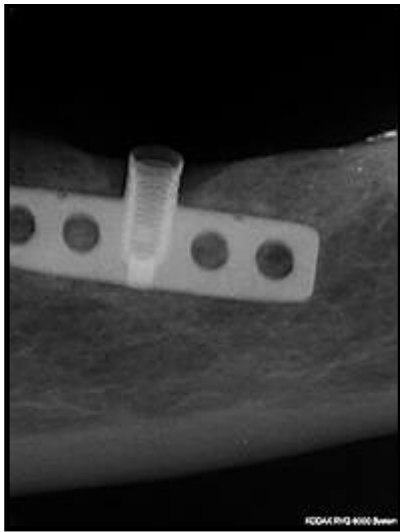


(a)



(b)

Figures 6. Implants disques de Scortecchi (insertion latérale). (a) Avant pose (source : wikipedia), (b) vue radiographique implants posés (source : eugenol.com).



Figures 7. Implants lames de Linkow (Source : eugenol.com).

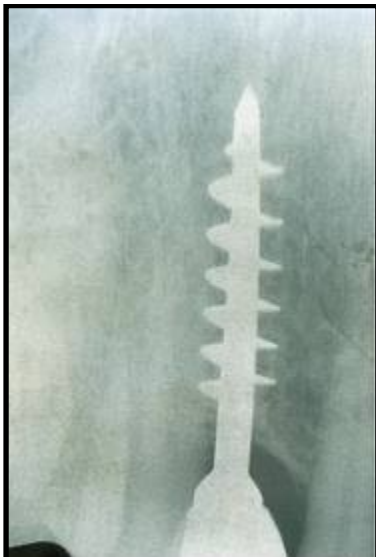


Figure 8. Implant à double hélice de Cherchève (source implant.net)

Enfin, le Professeur Per Ingvar Brånemark (Suède) découvrit par hasard l'exceptionnelle affinité du titane pour l'os vivant pendant les années 50. Le titane devient alors le premier matériau connu qui soit totalement biocompatible. Cette découverte l'amène à inventer un

concept de racine dentaire artificielle en forme de vis qui pourrait soutenir une prothèse dentaire.

Au milieu des années 80, il expose ses études réalisées sur l'animal, puis sur l'homme avec des résultats qui impressionnent la communauté dentaire internationale. Il donne une définition de l'ostéointégration comme étant « une jonction anatomique et fonctionnelle directe entre l'os vivant remanié et la surface de l'implant mis en charge » (Branemark et coll, 1985).



Figure 9. Implants cylindriques en titane (société Astratech)
(Source : implant-dentaire-neuf1.jpg,fasseo.com)

1.2.2.1 Morphologie générale des implants

Les implants dentaires sont des structures en titane le plus souvent, qui ont pour fonction de remplacer une ou plusieurs dents absentes. L'ancrage se fait le plus fréquemment par vissage au sein de l'os mandibulaire ou maxillaire après forage osseux effectué sous irrigation.

Le complexe implantaire est en général constitué de deux parties :

- Une partie enfouie dans l'os appelée implant
- Une partie émergente hors de l'os et de la gencive, reliée à l'implant par un système d'attache : le pilier prothétique

La partie de l'implant qui accueille et fait jonction avec le pilier prothétique est appelée col de l'implant. Cette partie fait l'objet de toutes les attentions car sa morphologie, sa hauteur, son état de surface influencent grandement la morphologie mais également la santé et la tonicité des tissus mous avec lesquels il est la plupart du temps en contact intime.

C'est également au niveau du col de l'implant que la plaque bactérienne se fixe préférentiellement, cette zone étant la plus exposée à la salive porteuse des éléments qui constituent la plaque bactérienne à l'origine de nombreux phénomènes inflammatoires des tissus mous.

Cette plaque devant donc être parfaitement éliminée quotidiennement par un brossage attentif des dents naturelles, il en est encore davantage question concernant les implants dentaires qui ne bénéficient pas des défenses naturelles des dents contre l'inflammation

gingivale provoquée par la plaque bactérienne et qui, de surcroît, facilitent la progression bactérienne par la présence des spires le long desquelles les bactéries se déplacent et se développent.

Les fabricants ont donc longtemps estimé que ce col devait être fabriqué poli afin de ne pas permettre de dépôts bactériens à leur surface et préserver au mieux la santé implantaire, mais il apparaît désormais qu'une certaine rugosité est tolérable, voire souhaitable pour permettre une meilleure accroche des tissus durs (l'os) et des tissus mous (la gencive) et créer ainsi un manchon protecteur et étanche au contact du col de l'implant. (Glauser et al, 2005 ; Shin et al, 2006, Stavropoulos, 2007)

1.2.2.2 Morphologie des spires

Les spires de l'implant ont des caractéristiques morphologiques différentes d'un système implantaire à un autre et parfois également en fonction de leur localisation à la surface de l'implant.

Les premiers implants vissés avaient une morphologie des spires homogène et régulière, mais de nombreuses recherches ont permis de faire évoluer ces morphologies en modifiant la profondeur des spires, leur angulation symétrique ou asymétrique, la largeur relative vallée-sommet et enfin, récemment, la topographie du pas de vis entre le col et l'extrémité apicale.

Ces modifications successives ont permis de trouver cliniquement une augmentation de la stabilité implantaire primaire (obtenue dès la fin de l'intervention chirurgicale et sans considérer la phase cicatricielle) mais également, dans la variation de topographie vers le col, une compression mieux répartie dans la partie haute du forage après vissage de l'implant, ce qui, pour l'essentiel, permet une meilleure répartition et surtout une meilleure diffusion des forces occlusales transmises mais également semble stabiliser très avantageusement l'os autour du col implantaire.

1.2.2.3 Etat de surface

La première interface de ce complexe implantaire se situe à la surface même de l'implant qui peut interagir de façon très variable avec le support biologique (os ou substitut osseux). L'état de surface du titane peut donc être modifié de plusieurs manières.

Lorsque Brånemark décida l'état de surface lisse pour ses implants, il fut rapidement démontré un taux d'échec plus important dans les situations complexes ou dans les os de plus faible densité (os de types III ou IV d'après la classification de Lekholm et Zarb, 1985)

A partir de 1984, les chercheurs se sont intéressés à l'état de surface des implants comme facteur d'amélioration du taux de réussite dans les cas difficiles (Baier et al, 1984). Ainsi il est observé qu'un état de surface rugueux favorise l'adhésion cellulaire grâce à l'adsorption améliorée de protéines de type fibronectine et laminine (Kieswetter, 1996)

Il apparaît que l'ostéoconduction, propriété passive d'un matériau à recevoir une reformation osseuse, est favorisée par les états de surface rugueux qui stabilisent le caillot sanguin, vecteur de cicatrisation osseuse, et augmentent la différenciation cellulaire des ostéoblastes. (Davies, 1998)

L'état de surface du titane est désormais rugueux afin d'obtenir la surface de contact maximale avec l'os. Pour cela, plusieurs techniques ont été éprouvées avec des succès variables.

L'état de surface implantaire peut être modifié par techniques additives, soustractives ou par modification électrochimique (anodisation).

- **Modification de l'état de surface par addition**

Les techniques employées sont le dépôt d'hydroxyapatite (HA) et la projection de plasma de titane par spray (TPS).

Concernant l'hydroxyapatite, la stabilité face à la dissolution est un enjeu majeur, c'est la raison pour laquelle il convient d'employer une hydroxyapatite pure et fortement calcifiée afin d'abaisser son seuil de solubilité (Passuti, 1989). Afin de déposer une couche de répartition optimale, la poudre d'hydroxyapatite doit être de granulométrie fine et homogène. La déposition de l'hydroxyapatite peut se faire par dépôt et frittage, dépôt électrolytique, double décomposition par immersion, dépôt par pression à chaud, bombardement ionique ou projection plasma.

La cohésion du revêtement hydroxyapatite au titane est un critère majeur dans la stabilisation osseuse de l'implant, il est indispensable qu'il ne puisse y avoir aucune rupture entre le titane et son revêtement sous peine de rejet à moyen terme de l'implant. Or, le refroidissement rapide de la couche projetée au contact du titane peut entraîner des microfissures aux conséquences désastreuses. De même, les dépôts par couches successives peuvent provoquer des inclusions gazeuses, des porosités voire des décohésions entre les différentes couches.

A ce titre, l'analyse de très nombreux implants ayant subis des rejets est éloquent : les implants déposés laissent apparaître des surfaces de perte d'hydroxyapatite qui peuvent être très conséquentes.

Il subsiste toutefois un doute important quant à la cause de ces surfaces de titane mises à nu qui pourraient provenir d'une décohésion de l'hydroxyapatite avec le titane, mais également d'une dissolution causée par la modification de l'hydroxyapatite de départ par le plasma.

La projection de plasma, quant à elle, deuxième technique de modification par addition, permet d'obtenir un revêtement dont les interstices ne dépassent pas 100µm et dont

l'homogénéité de surface peut être défailante, mais cela sans présenter de ruptures avec la surface titane de l'implant. Contrairement aux défauts relevés dans les projections d'hydroxyapatite, ils ne présentent pas non plus de relargage connu d'ions ou de particules. Ces qualités en font un revêtement plus stable à la surface de l'implant, mais qui laisse toutefois un taux d'échecs implantaires supérieur aux implants traités par technique soustractive.

- **Modification de l'état de surface par soustraction**

Afin d'obtenir de meilleurs résultats face aux nombreux échecs implantaires liés aux techniques de modification de l'état de surface par addition, les surfaces ont été travaillées par soustraction. Pour cela les surfaces sont sablées (SB), mordancées (AE) ou sablées-mordancées (SBAE).

Le sablage peut être effectué avec du corindon (Al_2O_3), de la silice (SiO_2), de l'hydroxyapatite (HA) ou du dioxyde de titane (TiO_2). Certaines firmes implantaires peuvent donc faire appel à de tels procédés, comme la société Astra avec le procédé Tioblast où les implants sont sablés avec du dioxyde de titane obtenant ainsi une rugosité variant de 1 à 5 microns (Hanson 2000, Mustafa 1999, Wennerberg 1998)

Le mordantage, comme utilisé par la société 3I® dans le traitement de surface des implants Osseotite, permet l'obtention de surfaces peu rugueuses par action d'acide sulfurique ($HCl-H_2SO_4$) et produisant une rugosité de 1 à 3 microns.

Le sablage complété par le mordantage semble être le procédé de modification par soustraction adopté par plusieurs sociétés telles qu'Anthogyr (sablage à la silice puis attaque acide à l'acide fluorhydrique), Straumann avec le procédé SLA (sablage au corindon puis attaque à l'acide sulfurique), Zimmer Dental pour la surface MTX (sablage à l'hydroxyapatite puis mordantage à l'acide nitrique) qui ne donnent toutefois pas de renseignements véritablement précis sur leurs procédés.

Enfin, la société Nobel Biocare adopte le traitement par anodisation croissante du col vers l'apex de l'implant (traitement Ti Unite)

- **Intérêt de la modification de l'état de surface sur le plan biologique**

La stabilisation implantaire au sein de la structure osseuse n'est pas uniquement mécanique, elle résulte également d'un processus biologique d'ostéointégration qui intègre la structure en titane intimement au sein de l'os grâce à une cicatrisation cellulaire. Lorsque l'ostéointégration est terminée (après plusieurs semaines post-opératoires) l'implant se comporte comme une dent ankylosée (Schroeder A. 1991), c'est-à-dire comme une dent ne disposant plus de ligament la reliant à l'os et permettant une mobilité physiologique d'adaptation aux contraintes ainsi qu'une proprioception, indicatrice des contraintes et de leur intensité.

Ainsi, l'ostéointégration qui peut donc être considérée comme une cicatrisation osseuse sans formation de tissu fibreux ni de fibro-cartilage (Colat-Parros J., Jordana F. 2011), s'impose comme le premier critère prépondérant de succès chirurgical.

Elle relève de trois étapes successives :

- La formation et l'introduction dans les reliefs de titane d'un os spongieux primaire de croissance rapide (1mm/2 jours) qui se développe et progresse de façon centripète de la paroi osseuse vers l'implant, cela pendant 4 à 6 semaines post-opératoires.
- Développement de fibres de collagène s'organisant de façon parallèle à la surface de l'implant ; c'est la formation d'un os intermédiaire entre l'os spongieux des premières semaines et l'os lamellaire par adaptation de l'os à la contrainte. Cette étape consiste donc dans le renforcement de l'os initialement formé et cela durant environ 8 semaines.
- Remodelage osseux après 3 mois post-opératoires et se poursuit ensuite. Il est constitué d'une phase de résorption ostéocalcique suivie d'un dépôt d'os lamellaire. Ce mécanisme de remodelage osseux permet le remplacement de l'os nécrotique (ou primitif) par de l'os lamellaire mais également l'adaptation de l'os aux contraintes en adaptant le volume et l'orientation osseux.

Il est donc apparu, à la lumière de nombreuses études sur les critères de succès de l'ostéointégration, une relation étroite entre réactions cellulaires et état de surface implantaire. La rugosité augmente la surface développée au contact du tissu osseux. Clemow en 1991 montre que la croissance osseuse est maximale sur des prothèses fémorales quand les surfaces sont revêtues de particules de 200µm en moyenne, tandis qu'Albrektsson (1991) pense que des porosités de 100µm sont suffisantes.

Lorsque des porosités plus réduites (10 à 40µm) sont utilisées (Arton 1996), les études histologiques montrent que l'os ne peut se développer dans ces pores même si les couples de dévissage sont augmentés.

Enfin, les surfaces lisses engendrent la formation de tissu fibreux entre l'os et l'implant (fibrointégration) qui, malgré une stabilité apparente, ne présente aucune qualité de pérennité équivalente à celle d'une ostéointégration.

La rugosité prend donc tout son intérêt dans les os de faible densité. Toutefois, les premières techniques ayant permis l'obtention d'une rugosité suffisante ont fait appel à des dépôts de cristaux en surface du titane (hydroxyapatite et plasma de titane pour l'essentiel) qui ont démontré leurs limites après l'analyse des solubilisations d'hydroxyapatite ainsi que dans la difficulté de gestion des péri-implantites autour de surfaces rugueuses.

1.2.2.4 support prothétique

Le « deuxième étage » de ce complexe implantaire va être formé par le pilier prothétique qui a désormais le plus souvent une morphologie reproduisant la forme d'une dent taillée pour

accueillir une prothèse, c'est-à-dire réduite homothétiquement par rapport à la morphologie dentaire originelle afin de conserver les lignes de force et de soutien pour la future prothèse qui s'adaptera dessus, celle-ci présente une épaisseur uniforme afin de réduire les tensions du matériau de revêtement (céramique) qui pourraient être liées à de trop grandes variations d'épaisseur. Le pilier enfin, est dessiné en congé festonné sur la partie en contact avec la gencive afin de présenter la meilleure tolérance mécanique possible avec celle-ci et d'offrir une garantie esthétique optimale.

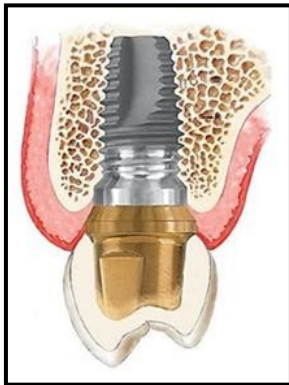


Figure 10. Structure prothétique transvissée (pilier prothétique) de forme homothétiquement réduite à la couronne dentaire

L'intérêt majeur d'une émergence en titane (pilier prothétique) connectée à l'implant et non faisant partie intégrante de l'implant (comme le serait une pièce monobloc), est la possibilité de corriger une angulation favorable au support, c'est-à-dire parfaitement intégrée au volume osseux disponible, et défavorable à la prothèse finale, en rendant celle-ci inexploitable par un positionnement inadéquat prothétiquement.

La pièce prothétique, fabriquée également en titane, est transvissée dans l'implant. Elle peut comporter un axe identique à celui de l'implant (axe droit) ou peut former un angle allant jusqu'à 15° avec l'implant, afin d'autoriser le praticien et le prothésiste à replacer l'effort masticatoire dans l'axe de l'implant, ce qui reste un impératif clinique majeur pour la pérennité implantaire.

Il existe de nombreux systèmes implantaires qui présentent tous des caractéristiques techniques et mécaniques propres, incompatibles entre elles. Le choix d'un système implique donc un engagement clinique du praticien qui ne détient le plus souvent que des informations très commerciales pour faire son choix.

Devant la multitude de systèmes, nous avons choisi pour notre étude de focaliser nos observations sur quatre types d'implants parmi les plus présents sur le marché français :

- Zimmer© : implant type Tapered Screw-Vent, titane grade 4, connectique à hexagone interne,
- Astra© : implant type osseospeed, titane grade 4, connectique à cône morse avec indexation en étoile à 12 pans,

- Tekka© : implant type in-kone, titane grade 4, connectique à cône morse avec indexation en hexagone et Implant type progress, titane grade 4, connectique à hexagone interne.



(a)



(b)



(c)

Figure 11. Pièce prothétique Zimmer (modèle Tapered Screw Vent) (a), Pièce prothétique Astratech (b), Pièce prothétique Camlog (c)

1.2.2.5 Les connectiques

C'est là que se situe la seconde interface du complexe implantaire, à la jonction implant-pilier prothétique. C'est également l'un des enjeux majeurs pour les industriels qui doivent rivaliser d'innovations afin de proposer un implant à la fois stable et de manipulation aisée.

Les connectiques implantaires sont partagées en deux principaux groupes :

- Les connectiques externes :

Ces connectiques sont les premières qui ont été utilisées en chirurgie implantaire, destinées essentiellement à des restaurations postérieures qui ont été les premières testées. Elles présentent une bonne facilité d'insertion du pilier prothétique de par un positionnement situé supra ou juxta gingival.

Pour exemple, la connectique proposée de longue date par la compagnie Zimmer® dans le concept de l'implant de type Spline et qui a été plébiscitée pour sa stabilité, est constituée d'une interface externe en créneaux, réputée pour protéger l'implant des micro-mouvements liés à la mastication, premier facteur de fracture par suite de dévissage. Cependant lorsque les indications implantaires se sont tournées vers les zones visibles de la cavité buccale, impliquant une véritable intégration esthétique, ces connectiques ont montré leurs limites.

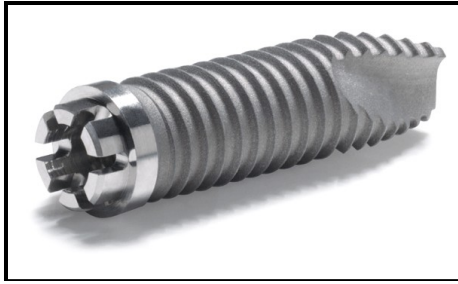


Figure 12. Implant Zimmer à Connectique externe (Spline)

Les connectiques internes :

La pratique implantaire ayant par la suite beaucoup évolué pour s'intéresser aux zones antérieures visibles, dont l'enjeu esthétique est primordial, les industriels se sont adaptés à ces nouvelles préoccupations en proposant des connectiques plus discrètes mais néanmoins très stables.

Ce sont actuellement les plus utilisées car elles présentent beaucoup de qualités mécaniques, ainsi qu'un meilleur rendu esthétique pour la future prothèse implanto-portée.

Les implants que nous avons choisi d'étudier ont été sélectionnés selon plusieurs critères :

- une distribution importante sur le marché français attestant d'un grand nombre de praticiens les utilisant,
- des connectiques internes également les plus répandues en pratique moderne,
- une parité entre connectiques à hexagone interne et à cône morse.

Implant Tapered Screw Vent (Zimmer®):

La compagnie propose dans leur gamme implantaire, plusieurs modèles présentant une connectique interne en hexagone interne « à friction » qui semblerait éliminer tout risque de micromouvements et de dévissages, grâce à ce que l'industriel nomme une « soudure à froid virtuelle » entre implant et pilier. En effet, l'hexagone interne présente une conicité de 1° qui est censée garantir une stabilité totale.

Implant Krestal (Tekka®) :

Il présente également une connectique hexagonale interne présentant un hexagone profond (2mm), permettant un ajustage précis et une stabilité des éléments prothétiques, cela ajouté à un cylindre de centrage d'une hauteur d'1 mm, permettant une mise en place facilitée des pièces prothétiques.

Implant In Kone (Tekka®):

C'est un implant qui présente une connectique en cône morse doublée d'une indexation hexagonale permettant le repositionnement fidèle de la pièce prothétique

Implant Astratech®

Ici, l'implant présente également une connectique à cône morse mais à la différence du précédent, l'indexation est donnée par une étoile à douze pans qui autorise donc un repositionnement précis, tout en laissant davantage d'options de mise en place du pilier prothétique lors de l'étape de construction prothétique et de parallélisation de piliers.

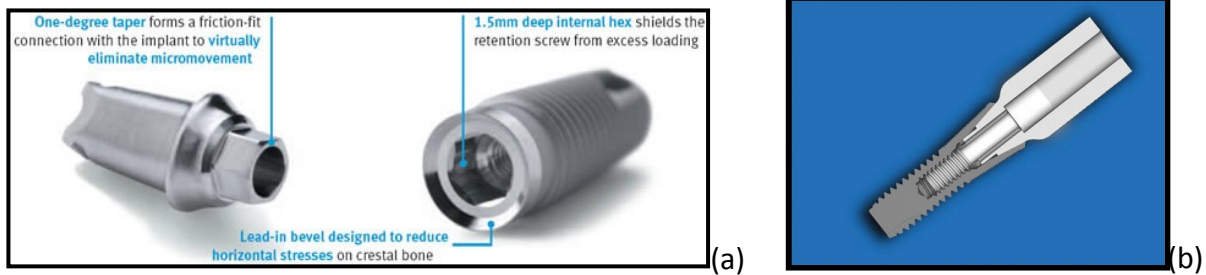


Figure 13. (a) Connectique du modèle Tapered Screw Vent (source : <http://www.implant.co.za>), (b) Connectique du modèle Astratech®, (source : British Dental Journal 191, 162-163 (2001)).

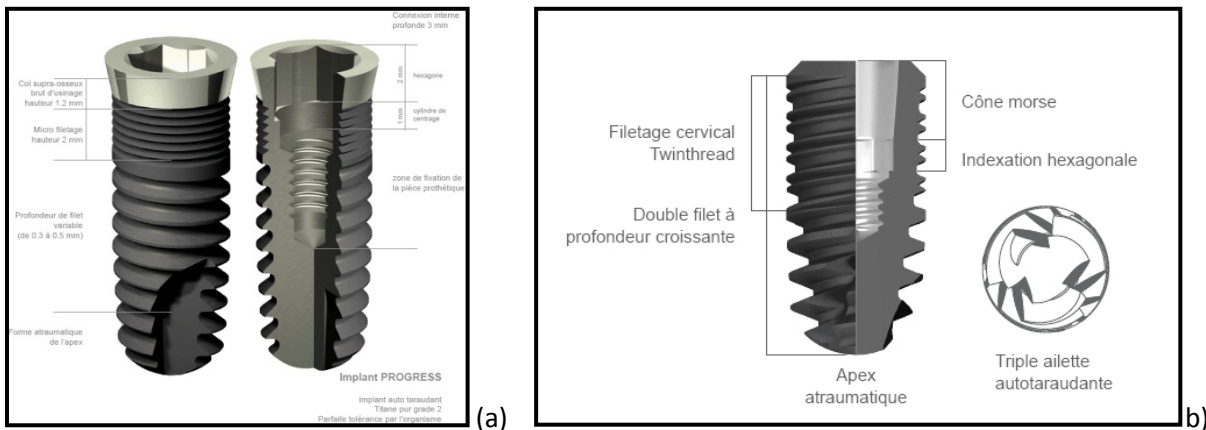


Figure 14. (a) Implant tekka à hexagone interne (source : <http://www.tekka.eu>), (b) Implant tekka à cône morse (source : <http://osseosource.com>).

1.3 La restauration implantaire – une structure multimatériau

Il apparaît que le remplacement de la dent naturelle, pour obéir aux nombreuses contraintes biologiques, mécaniques, fonctionnelles mais également esthétiques, nécessite une structure complexe, comprenant plusieurs étages et faisant appel à de nombreux matériaux. Dans ce paragraphe, nous présentons quelques informations sur ces différents matériaux.

1.3.1 Les métaux

Les métaux font partie de l'arsenal thérapeutique dentaire depuis le IV^{ème} siècle av J-C, lorsque les premiers amalgames à base de plomb sont apparus en Chine. Depuis, le plomb a disparu des amalgames dentaires du fait de sa haute toxicité, pour laisser place au mercure, remplacement quelque peu surprenant en regard de la toxicité de celui-ci, qui semble cependant être fortement minimisée par les fabricants et les utilisateurs ...

Le comblement moderne d'une cavité dentaire par du métal coulé a été proposé par De Sarran qui, en 1884, applique pour la première fois des blocs d'or dans une cavité dentaire et présente sa technique en 1903 à la Société de Stomatologie de Paris (De Sarran, 1878).

Sa technique consiste à prendre une empreinte à la cire de la cavité dentaire, placer le morceau de cire au sein d'un revêtement formé de plâtre et de talc, éliminer la cire en coulant de l'eau chaude puis faire fondre de l'or 22 carats au chalumeau dans le moule obtenu. (Fery, 2011)

Depuis, de nombreux alliages sont apparus (plus de 1000) à la fois pour proposer des qualités mécaniques variables, mais également pour en réduire les coûts. Ces alliages peuvent être précieux (à base d'or), semi-précieux ou non précieux et font appel à de très nombreux métaux (or, palladium, iridium, argent, nickel, cobalt, chrome....) Ces métaux, utilisés de longue date par les techniciens de laboratoire, constituent la base des structures prothétiques dentaires et sont parfaitement maîtrisés dans leur mise en œuvre qui fait intervenir de nombreuses techniques (fonderie, soudage, brasage ...). Le titane vient compléter cette longue liste avec des techniques de mise en forme différentes (essentiellement usinage).

Il est alors intéressant de noter que la proximité de ces métaux dans la restauration de l'organe dentaire mais également au sein de la cavité buccale ont permis de constater des phénomènes d'électrolyse aisément mesurables et qui font débat quant aux conséquences médicales éventuelles qu'elles pourraient entraîner. Cette préoccupation déjà vive avant l'apparition des implants dentaires a trouvé un argument supplémentaire avec l'introduction du titane dans l'arsenal thérapeutique.

De fait, l'implant formé majoritairement de titane grade 4, est-il au contact avec des alliages métalliques variés qui forment la structure prothétique là où le titane fait défaut de par sa piètre capacité à être coulé.

1.3.2 Les céramiques

Les céramiques dentaires constituent un revêtement cosmétique idéal sur les structures prothétiques en métal. Elles peuvent également, depuis quelques années, être utilisées sur des chapes non métalliques de type zircone.

Elles remplissent donc essentiellement le rôle esthétique de la restauration. Il en existe une grande variété qui se différencie par leur constitution chimique, par leurs procédés de mise en forme, ainsi que par leur microstructure, mais également par leur rendu esthétique, leur qualités mécaniques et leur aptitude au collage.

1.3.3 Les ciments de scellement

Le scellement de la prothèse sur son support met en œuvre une grande diversité de ciments, dont le rôle majeur est de former une coque rigide et régulière sur le pilier prothétique, afin

de stabiliser l'armature métallique mais également d'assurer un joint d'étanchéité efficace à la base de la prothèse, dans une zone soumise à un environnement humide. L'étanchéité est la base de la pérennité de la prothèse en interdisant toute colonisation bactérienne dans une zone dentaire fragilisée, mais également au contact des tissus mous (gencive).

La rétention prothétique est donc principalement mécanique, le ciment de scellement ne jouant qu'un rôle de consolidation solide et d'herméticité du joint prothétique.

1.3.4 Les colles dentaires

Le collage en dentisterie représente une amélioration considérable, car il participe à la préservation optimale des tissus dentaires en permettant une mise en forme, à minima, des cavités de carie et autorise l'utilisation de céramiques dentaires sans armature métallique (facettes dentaires, onlays...) améliorant ainsi grandement le rendu esthétique.

Les industriels innovent et s'intéressent donc au collage qui devient incontournable en dentisterie moderne.



Figure 15. Restauration d'une importante cavité de carie à l'aide d'un onlay céramique collé



Figure 16. Restauration esthétique d'un sourire à l'aide de facettes céramiques collées

1.4 Méthodes d'assemblage

Cette structure multimatériau qui caractérise toute reconstruction dentaire et plus particulièrement les reconstitutions implanto-portées est donc le siège de plusieurs

interfaces qui devront garantir une étanchéité maximale à la salive et aux bactéries qu'elle véhicule, mais également une stabilité mécanique résistant aux contraintes masticatoires.

Les assemblages entre ces divers matériaux sont de plusieurs natures.

1.4.1 Vissage

L'implant en titane reçoit dans sa partie coronaire une pièce prothétique parfaitement ajustée, et dont le positionnement est donné par la connectique implantaire. La friction entre les deux pièces n'est pas suffisante pour garantir étanchéité et stabilité ; la pièce prothétique est donc transvissée selon les recommandations des industriels qui proposent des couples de serrage variables en fonction du type de connectique qui s'imposent alors au praticien, lequel fait usage d'une clé dynamométrique.

1.4.2 Scellement

Le scellement est la méthode d'assemblage la plus traditionnelle en dentisterie. En effet, les supports prothétiques (dentaires ou implanto-portés) sont mis en forme de manière à obtenir une réduction homothétique de la dent saine, tout en préservant une rétention mécanique, seule garante de l'efficacité du scellement qui garantit étanchéité du joint prothétique et blocage de la prothèse, mais en aucun cas la rétention.

La mise en forme nécessite de préserver quelques normes concernant l'angulation et la hauteur résiduelle des parois préparées, ainsi qu'une légère rétention par friction. Les ciments dentaires permettent alors d'assembler la quasi-totalité des prothèses conjointes aux dents support et sont également indiqués pour assembler piliers implantaires et couronnes implanto-portées.

1.4.3 Collage

En dentisterie, le collage permet un assemblage de pièces ne nécessitant pas ou ne permettant pas de rétention mécanique préalable. Il permet également d'optimiser le rendu esthétique par l'emploi de matériaux libres de toute structure métallique ne pouvant être assemblés autrement.

Cette technique d'assemblage nécessite des précautions de mise en œuvre beaucoup plus contraignantes que le scellement qui, par conséquent, reste la technique remportant le plus de faveur chez la majorité des praticiens. En effet, les étapes de collage plus nombreuses exposent davantage l'interface à la salive, ce qui nécessite l'usage de techniques d'isolement de la salive peu employées dans la pratique, où le collage est en réalité trop souvent souillé par les bactéries salivaires.

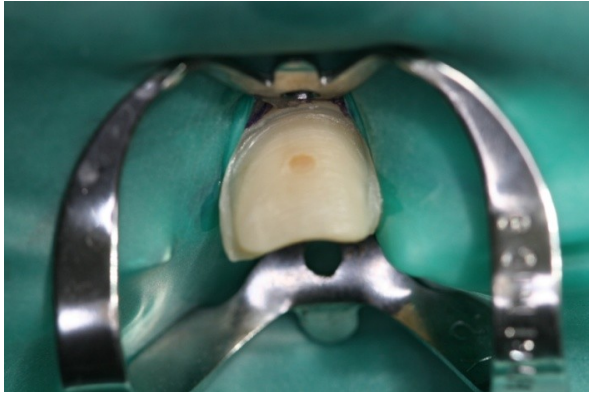


Figure 17. Digue dentaire utilisée en barrage à la salive lors du collage d'une facette

1.5 Approche des comportements mécaniques

Outre l'esthétique, la fonction principale d'une dent est mécanique ; les fonctions occlusales et masticatoires doivent être équilibrées. Malgré une culture approfondie du comportement biologique de la cavité buccale, les odontologistes restent souvent novices dans la connaissance du comportement mécanique des matériaux et des structures. Nous décrivons ci-dessous les comportements élémentaires qui permettent le choix d'un matériau en fonction des types de sollicitations auxquelles il est soumis au cours de sa vie. Rappelons que les prothèses sont placées en ambiance mécanique, chimique et bactériologique sévère. Malgré cela, le choix d'un matériau par le praticien repose sur des caractéristiques mécaniques sommaires fournies (ou pas) par les laboratoires.

1.5.1 Comportement mécanique d'un matériau

Le comportement mécanique des matériaux est traditionnellement étudié en effectuant des essais sur des éprouvettes de caractérisation dont la géométrie et le mode de sollicitation sont normalisés. Le plus courant est l'essai de traction monotone effectué sur éprouvettes dites haltères sur lesquelles un état de tension uniforme est appliqué de façon homogène dans la partie utile de l'éprouvette, c'est-à-dire la partie de section constante.

Cet essai est généralement réalisé à vitesse de déformation imposée, et le comportement du matériau est révélé à travers une courbe caractéristique $\sigma(\varepsilon)$ où σ est la contrainte appliquée et ε la déformation de l'éprouvette (dans la partie utile). Ces grandeurs ne sont pas directement mesurables et sont définies de façon conventionnelle par $\sigma = F/S$ et $\varepsilon = \Delta l/l_0$, où F est la force de tension appliquée à l'éprouvette, S sa section nominale, et Δl le déplacement longitudinal relatif entre deux points de la section utile de l'éprouvette distants de l_0 .

L'allure typique de ces courbes caractéristiques, appelées courbes de traction, est présentée sur la figure 18. Différentes valeurs caractéristiques sont extraites de ce test qui sont

communiquées dans les fiches techniques des matériaux, telles que la contrainte maximale ou l'allongement maximal, caractéristiques de la résistance mécanique du matériau pour le premier et de la ductilité/souplesse du matériau pour le second.

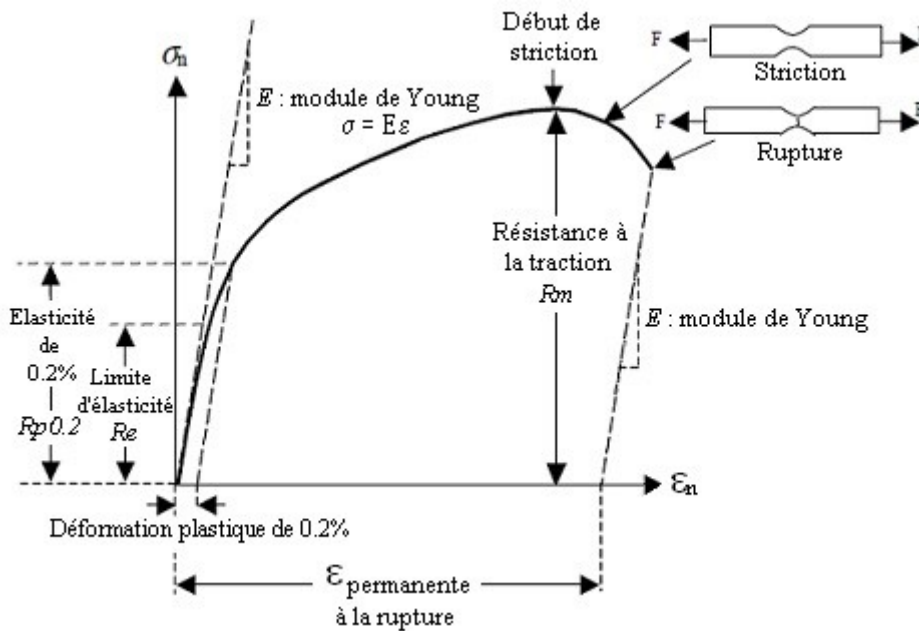


Figure 18. Exemple d'une courbe de traction pour l'acier : contrainte, σ , en fonction de la déformation, ϵ .

Cependant, la seule connaissance de ces données est insuffisante pour appréhender finement le comportement du système implantaire dans son ensemble. Il faut pour cela mieux identifier et décrire les différents types de comportement.

1.5.2. Elasticité

La courbe de traction présentée sur la figure 18, permet de distinguer deux zones de comportement différent. Durant la première phase de l'essai, lorsque des niveaux de contrainte « faibles » sont appliqués, la déformation est réversible. On parle alors de comportement élastique. Sur l'exemple présenté sur la figure 18, on observe que la réponse contrainte/déformation en début d'essai est linéaire. On parle alors d'élasticité linéaire, ce qui est le cas le plus souvent traité pour les matériaux communément employés en ingénierie, mais ne constitue en aucun cas une généralité, en particulier dans le cas des polymères.

Les matériaux peuvent ainsi présenter un mode de déformation élastique qui peut être linéaire, mais également non linéaire, présentant alors une déformation caoutchouteuse, ou encore anélastique, introduisant alors un phénomène d'amortissement ou de dissipation de chaleur.

En présence d'un comportement linéaire, on associe au rapport contrainte/déformation un module d'élasticité qui dépend du mode de sollicitation. Ainsi, dans le cas de l'essai de traction, le rapport $E=\sigma/\varepsilon$ correspond au module de Young du matériau, caractéristique de sa rigidité en tension. De même, si on sollicite le matériau en cisaillement, on le définit par $G=\tau/\gamma$, le module de Coulomb (ou module de cisaillement) du matériau, où τ et γ sont respectivement les contrainte et déformation de cisaillement appliquées au matériau. Ces modules d'élasticité sont des grandeurs intrinsèques du matériau et doivent donc être indépendants de la géométrie de l'éprouvette de test. Ils sont caractéristiques de sa rigidité intrinsèque.

La rigidité du matériau dépend du mode de sollicitation. Dans le cas d'un matériau isotrope (propriétés indépendantes de l'orientation dans l'espace), on peut caractériser le comportement du matériau par deux coefficients d'élasticité indépendants, associés à des modes de sollicitation particuliers.

Ceci nous indique également qu'en situation réelle de déformation, le matériau est rarement sollicité par un état de contrainte pur et/ou homogène. Le plus souvent il est soumis à une combinaison de sollicitations, encore appelée état de contrainte multiaxial, si bien que contrainte et déformation ne sont pas définies par des quantités scalaires mais tensorielles (ordre 2) reliées par la loi de Hooke dans le cas de l'élasticité linéaire, tel que :

Dans le cas d'un matériau isotrope, seuls deux coefficients d'élasticité permettent de définir le comportement du matériau. Ces constantes sont : le module de Young (E) et le coefficient de Poisson, tels que mesurés à partir d'un essai de traction simple, desquels on peut déduire les modules de cisaillement (G) et de compressibilité (K).

1.5.3 Plasticité - Ductilité

Lorsque l'intensité de la sollicitation dépasse un certain seuil, on observe que le comportement n'est plus réversible. En effet, si on décharge l'éprouvette, on constate qu'il subsiste une déformation permanente. On parle alors de plasticité et de déformation plastique. Le seuil à partir duquel le comportement n'est plus élastique est appelé limite d'élasticité. En pratique, cette limite est difficile à observer, et on définit de façon conventionnelle la limite d'élasticité R_p 0.2% comme la contrainte pour laquelle une déformation plastique de 0.2% est relevée.

On distingue essentiellement deux types de comportement : dans le cas où le matériau ne tolère aucune déformation plastique, la rupture intervient dès la limite d'élasticité atteinte, on parle alors de comportement fragile. Dans le cas contraire, le matériau se déforme de façon irréversible, ou ductile. Cette déformation après rupture, ainsi que la réduction de section à la rupture, permettent de mesurer la ductilité, qui est la capacité d'un matériau à subir une grande déformation plastique avant de rompre. (Ashby et Jones, 2008)

Cette déformation plastique s'accompagne généralement d'une augmentation de la contrainte qui définit le nouveau seuil d'écoulement plastique, on parle alors d'écrouissage.

Deux autres paramètres importants du comportement du matériau sont : la valeur maximale de contrainte atteinte, qui définit sa résistance mécanique et l'allongement plastique à rupture, qui caractérise sa capacité à se déformer.

1.5.4 Résistance

Dans ce même essai, nous pouvons définir la résistance à la traction qui apparaît sur la courbe au début du fléchissement de celle-ci après la phase de déformation plastique irréversible, et qui correspond au commencement du phénomène de striction où le diamètre de l'éprouvette diminue proportionnellement à l'allongement de celle-ci.

Enfin, lorsque survient la fracture finale (en fin de courbe), la valeur en ce point représente la résistance à la rupture. Après la rupture, la longueur cumulée des deux morceaux obtenus est légèrement inférieure à la longueur de l'éprouvette avant la rupture. La différence entre les deux longueurs correspond à la déformation élastique du matériau (récupérable).

1.5.5 Rupture – Sensibilité à une entaille

Les seules caractéristiques obtenues lors d'essais mécaniques sur éprouvettes « polies miroir » sollicitées de façon monotone (cf. essai de traction, flexion, etc ...), ne suffisent pas pour appréhender le comportement des matériaux, ou encore des assemblages, en particulier collés.

Ainsi, il est important de décrire la sensibilité à la présence d'une entaille (ou fissure), qui est susceptible d'initier des ruptures prématurées et qui nécessite de mettre en place un formalisme particulier. En effet, au droit d'une fissure, définie comme une singularité géométrique, la contrainte est théoriquement infinie et un critère de type contrainte seuil est inapplicable puisqu'il conduirait à une rupture à la moindre sollicitation appliquée.

Deux grandeurs ont été introduites pour permettre de décrire la résistance à la propagation d'une fissure, la ténacité et le taux de restitution d'énergie critique qui décrivent de deux manières différentes le même phénomène.

La ténacité est associée à la description du champ de contrainte en pointe de fissure décrit par Weistergaard, qui fait apparaître une singularité en $1/\sqrt{r}$, r étant la distance au front de fissure. Ainsi, on écrit de façon générique l'évolution asymptotique des contraintes en pointe de fissure sous la forme :

$$\sigma_{ij} = \frac{K}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad (1.1)$$

Où K est appelé le facteur d'intensité des contraintes. Ce coefficient qui ne dépend que de la géométrie du problème et des conditions de chargement est caractéristique de l'intensité de la sollicitation mécanique appliquée à la fissure.

Selon l'approche proposée par Irwin, on y associe un seuil à partir duquel la fissure se propage ; il est appelé ténacité. Cette propriété est intrinsèque du matériau et diffère de la résistance mécanique. En effet, la ténacité est exprimée en MPa. \sqrt{m} tandis que la résistance est exprimée en MPa. En présence d'une structure fissurée, les deux critères doivent être considérés simultanément, la rupture étant initiée au premier des deux critères atteint.

Le problème de la propagation des fissures peut également être abordé d'un point de vue énergétique. Ainsi, selon l'approche proposée par Griffith, c'est l'énergie potentielle élastique emmagasinée dans le matériau fissuré sous contrainte qui active la propagation de fissure. Celle-ci est possible lorsque l'énergie potentielle relâchée lors de la propagation est supérieure à l'énergie nécessaire à la propagation de fissure consommée en énergie de surface et/ou de dissipation plastique. Dans ce cas, la quantité qui caractérise l'intensité de la sollicitation est le taux de restitution d'énergie, G , exprimé en $J.m^{-2}$. On y associe un seuil de non propagation G_c appelé taux de restitution d'énergie critique ou encore « énergie de rupture ». Nous reviendrons plus en détail sur ces notions, l'essai de fissuration étant un moyen que nous avons privilégié pour étudier les assemblages collés en dentisterie.

1.5.6 Fluage – Comportement viscoélastique

Dans ce travail, nous nous intéressons en particulier aux assemblages collés. Les colles et adhésifs sont majoritairement des matériaux à base de polymères qui peuvent éventuellement contenir des charges métalliques et/ou minérales et sont donc sujets aux mêmes types de comportement. En particulier, ils montrent une sensibilité à la vitesse de sollicitation (visco-élasticité) mais également des évolutions de l'état mécanique lors de chargements stationnaires (fluage/relaxation, viscoplasticité). Pour une utilisation sur une période prolongée, il importe donc d'étudier ces phénomènes afin d'éviter des ruptures différées.

Pour appréhender le comportement visco-élastique des adhésifs, un instrument privilégié est le DMA (Dynamic Mechanical Analyser). Le principe de cet appareil consiste à appliquer à l'échantillon caractérisé une sollicitation harmonique à déformation ou effort imposé et d'amplitude constante. A l'échelle du matériau, on applique donc une déformation et une contrainte du type :

$$\sigma(t) = \sigma_0 \sin(\omega t + \varphi) \quad \varepsilon(t) = \varepsilon_0 \sin(\omega t) \quad (1.2)$$

où σ_0 est l'amplitude des contraintes appliquée, ε_0 l'amplitude des déformations appliquées et ω est la pulsation de la sollicitation. Le retard entre la réponse en déformation aux sollicitations $\sigma(t)$ se traduit par un déphasage, φ , entre les deux signaux où φ est appelé angle de perte, le rapport $E'=(\sigma_0/\varepsilon_0).\cos(\varphi)$ est appelé module réel ou de conservation et correspond au module d'Young du matériau, tandis que le rapport $E''=(\sigma_0/\varepsilon_0).\sin(\varphi)$ est appelé module imaginaire ou de perte.

Les applications de ce type de mesure sont multiples selon les configurations utilisées. Le plus souvent, on enregistre les évolutions des modules réel et imaginaire en fonction de la température ; pulsation et amplitude de la sollicitation restant constantes. On fait alors apparaître des transitions associées à des pics d'angle de perte qui sont indicateurs de la nature des mouvements moléculaires dans le matériau.

La viscosité (viscoélasticité et/ou viscoplasticité) se manifeste par une évolution de la réponse du matériau au cours du temps sous sollicitation stationnaire. Un moyen simple pour étudier ce phénomène consiste, par exemple, à appliquer une contrainte constante à une éprouvette dont on mesure l'allongement au cours du temps. Cet essai de fluage se termine généralement par une rupture différée qu'il convient d'étudier pour éviter que ce phénomène ne se produise en situation réelle.

1.6 Caractérisation mécanique

Ainsi qu'exposé précédemment, les propriétés mécaniques des matériaux employés en dentisterie sont complexes et il est difficile d'en tenir compte dès le départ pour effectuer un choix matériau.

1.6.1 Les Méthodes de caractérisation

Caractérisation de la résistance mécanique des colles et adhésifs dentaires :

Les performances mécaniques des colles, adhésifs et ciments de scellement dentaires sont le plus souvent exprimés en termes de résistance mécanique au sens contrainte à rupture. De nombreux travaux de nature expérimentale sont consacrés à la réalisation de ces tests. Ce nombre important est justifié par la multiplicité des systèmes à considérer, du fait d'un grand nombre de couples de matériaux possibles, d'environnements variés, d'adhésifs nombreux et de conditions d'encollage multiples.

En outre, l'aspect statistique du comportement nécessite de multiplier les tests pour capter cette dispersion. Ces essais sont par ailleurs complexes à réaliser, car la préparation des

échantillons doit être particulièrement soignée, la petite taille et la réalisation de systèmes de préhension de dents de formes complexes ajoutant des étapes supplémentaires.

Plus récemment, des questions plus fondamentales sur les caractéristiques mécaniques réellement mesurées durant ces tests ont été posées. Loin de remettre en question la qualité de ces tests comme moyen d'identifier les solutions de collage les plus performantes, ils montrent cependant que les caractéristiques obtenues ne sont pas intrinsèques du système, mais dépendent de la géométrie d'essai et des conditions de chargement.

Nous dressons ici un inventaire des travaux menés sur ce sujet. L'objectif est triple :

- présenter les caractéristiques des adhésifs dont nous avons entrepris l'étude, au moyen de nouveaux tests de caractérisation mécanique à fin de comparaison avec nos résultats,
- présenter le cadre théorique et la mise en œuvre des essais utilisés par ailleurs, afin de situer nos méthodes,
- proposer une analyse critique des méthodes existantes en terme de représentativité par rapport à la réalité.

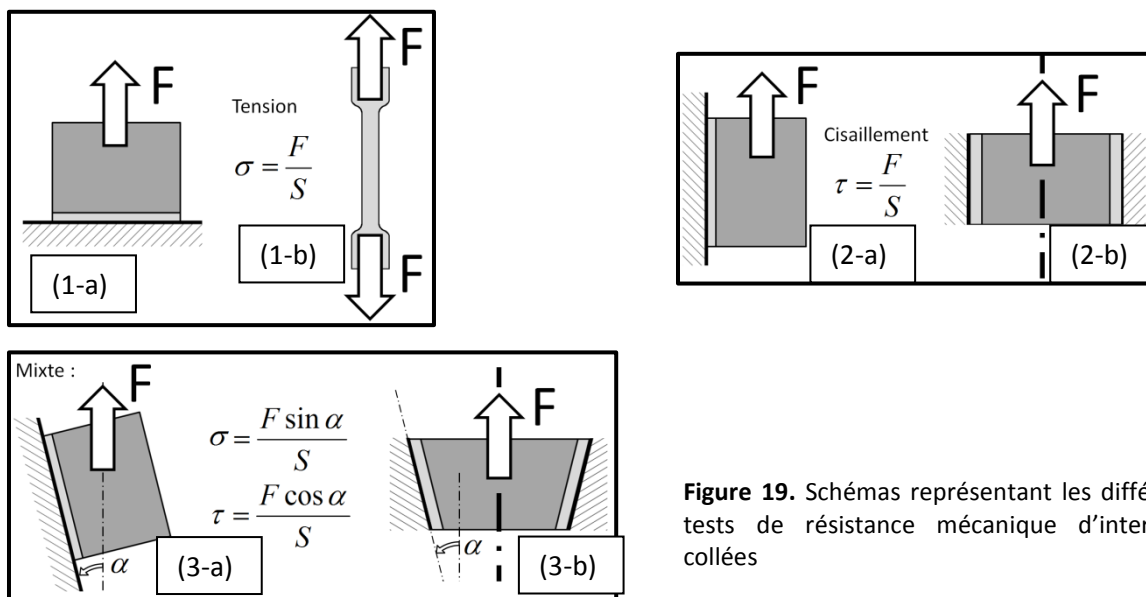


Figure 19. Schémas représentant les différents tests de résistance mécanique d'interfaces collées

Les différentes configurations possibles pour mesurer la résistance mécanique d'interfaces collées sont présentées sur la figure 19. Le principe consiste à solliciter une éprouvette, généralement constituée de deux substrats massifs liés par le joint de colle, généralement plan.

Dans le cas idéal, où le montage d'essai et l'éprouvette ne souffrent d'aucun défaut géométrique, on suppose que l'état mécanique dans le joint est homogène. La résistance

mécanique est obtenue en mesurant la force maximale, F_{max} , enregistrée au moment de la rupture de l'éprouvette.

On distingue trois modes de sollicitation selon que la force est appliquée :

- perpendiculairement au plan de joint (état de tension) (Miller et al. 1998)
- parallèlement au plan de joint (cisaillement) (Yoshida & Atsuta, 1997 ; Fonseca et al., 2009)
- de biais (état mixte de tension et cisaillement) (Rasmussen 1996 ; Ayad et al., 2009 ; Komine et al., 2004)

Ce dernier mode de sollicitation est représentatif des conditions de scellement des couronnes puisque les dents supports de prothèses sont taillées de dépouille. Les résultats sont exprimés sous forme de contrainte à rupture, σ_{rupt} :

$$\sigma_{rupt} = \frac{F_{max}}{S} \quad (1.3)$$

où S est la surface du plan de joint sollicité.

Différentes géométries d'essais peuvent être employées pour un même mode de sollicitation, de réalisations plus ou moins délicates, mais surtout qui conduisent à des résultats différents.

Il importe donc d'affiner l'analyse mécanique de ces tests. Ainsi, le test classique présenté comme permettant la mesure de la résistance en cisaillement et correspondant à la configuration 2-a (figure 19), est en fait un test en mode mixte puisque le décalage entre la position du point d'application de l'effort par rapport au plan de joint induit des contraintes de tension dans l'adhésif qui peuvent être à l'origine de la rupture. Ceci a été démontré expérimentalement par Rasmussen (1996) qui insiste, en conclusion de son travail, sur la nécessité d'investiguer plus précisément l'état mécanique dans le joint de colle.

Les tests en cisaillement sont réputés moins sensibles aux défauts d'alignement, plus simples à réaliser, et sont simples de mise en œuvre sur les colliers orthodontiques.

Plusieurs considérations sont nécessaires avant d'entreprendre la caractérisation des systèmes choisis pour cette étude, à savoir :

- Contrôle de l'épaisseur du film de colle (effet de l'épaisseur ???)
- Alignement de l'échantillon dans la machine, alignement des substrats
- Mode de sollicitation : vitesse de déplacement imposé, contrainte imposée.

Pour prétendre aboutir à un essai respectant ces critères, nous devons nous conformer à certaines préconisations :

- Réaliser le collage en contrôlant la pression d'accostage (Mizrahi & Smith, 1969)

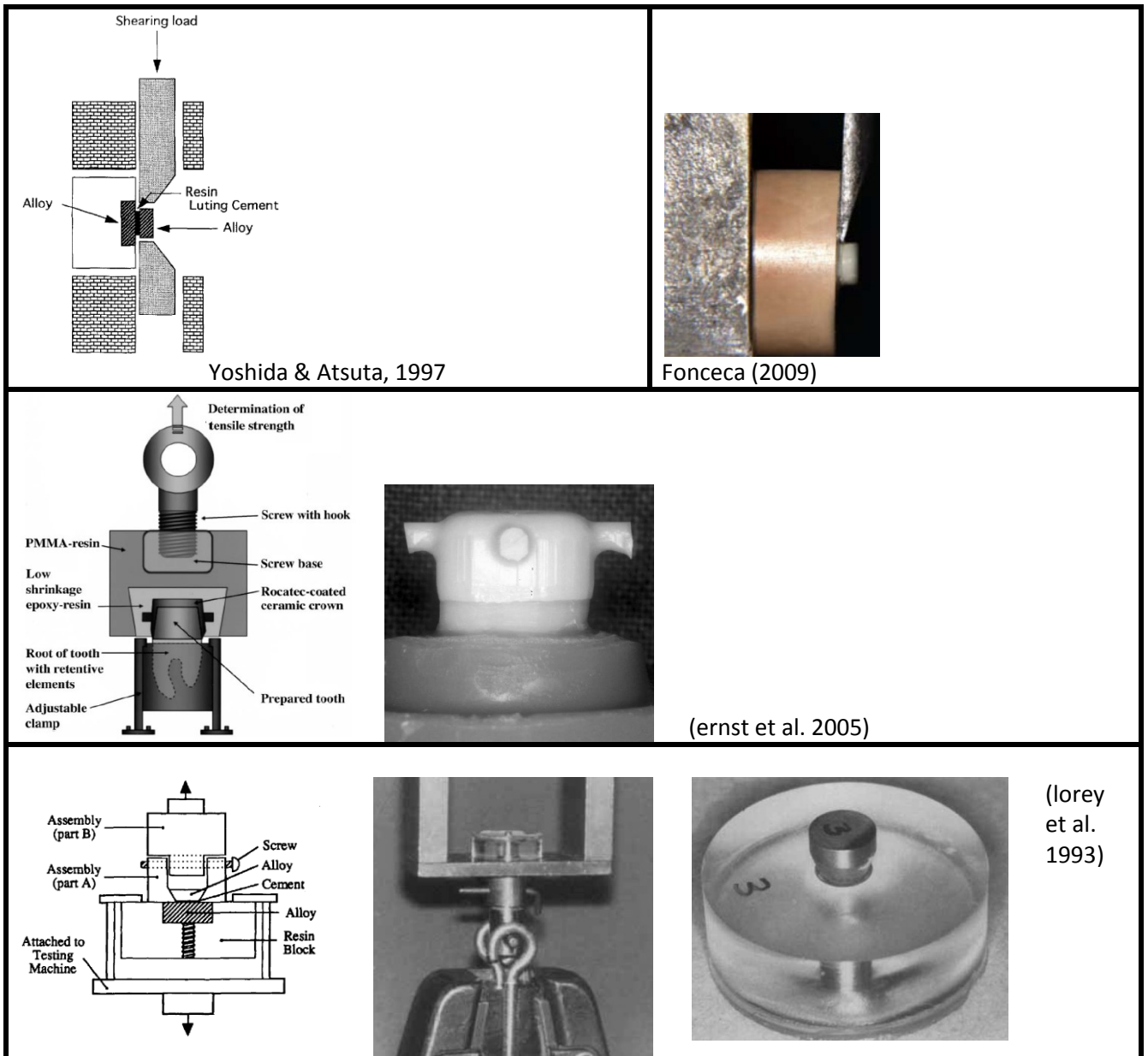


Figure 20. Exemple de tests de résistance mécanique sur collages utilisés en dentisterie

CHAPITRE 2

MATERIAUX CHOISIS

2.1 Le titane

2.1.1 Généralités

Le titane n'existe pas à l'état natif et doit être synthétisé. Les principales sources en sont le rutile (TiO_2) ainsi que l'ilménite de fer (TiO_3Fe).

Il est donc fabriqué en laboratoire (Procédé Van-Arkel), en déposant de l'iodure de titane TiI_4 sur un filament de titane pur, ou industriellement (procédé Kroll) à partir de l'oxyde de titane en fabriquant du tétrachlorure de titane (TiCl_4) qui sera ensuite réduit par du sodium en présence de magnésium.

Le titane existe sous deux formes allotropiques :

- La forme α : cristallisée dans le système hexagonal compact et qui existe dans un intervalle de température allant de la température ambiante à 882°C
- La forme β : cristallisée dans le système cubique centré et qui existe entre 882°C et la température de fusion à 1720°C

Cette transformation cristallographique entraîne des variations dimensionnelles.

2.1.2 Les alliages du titane

Plusieurs alliages de titane sont utilisés industriellement :

- Alliages α : le plus répandu est le TA5E (5%Al, 2.5%Sn). Ces alliages sont difficiles à usiner mais résistent à l'oxydation à haute température
- Alliages β : le plus connu est le TV13CA (13%V, 11%Cr, 3%Al). Ces alliages se soudent et s'usinent plus facilement.
- Alliages biphasés α - β : le plus répandu et également l'alliage le plus utilisé en implantologie est le TA6V4 (6%Al, 4%V). Ces alliages présentent des phases alpha et des phases bêta, cette structure biphasé les positionnent comme les alliages les plus résistants mécaniquement.

2.1.3 Propriétés du titane

Élément atomique de numéro 22, le titane α a son point de fusion à 1720°C et sa transformation allotropique (température de passage d'une phase à une autre) se fait à 882°C .

Il est d'usage, lorsque l'on souhaite classer les titanes, de considérer les titanes commercialement purs d'une part et les alliages du titane d'autre part.

Les titanes commercialement purs peuvent être classés selon leur teneur en oxygène (grades de 1 à 4) , l'ASTM (organisme américain de normalisation) classe également les titanes commercialement purs (grades 1 à 7)

Les alliages de titane sont comparés aux autres alliages dentaires et présentent un allongement important à la rupture (15 à 35%) ainsi que des limites élastiques (0.2%) leur conférant une résistance à la déformation sans fracture permanente très importante.

Le titane est un très faible conducteur électrique, il est peu perméable à la diffusion des anions et des cations.

Il présente un potentiel électrochimique $E = -1.63V/ECS$ et une forte tendance à l'oxydation.

La couche de passivation qui est stable et isolante confère au titane un certain nombre de propriétés biologiques.

En effet, les phénomènes de corrosion liés à tout métal entraînent une libération d'ions et la dissolution d'éléments métalliques. Ainsi, Black et al (1988), montrent que tous les implants métalliques se corrodent en libérant des produits biologiquement actifs pouvant développer des pathologies.

La biocompatibilité correspond à la capacité d'action réciproque entre l'implant et l'organisme où l'implant peut entraîner des réactions inflammatoires, toxiques, allergiques voire métaplasiques, tandis que l'organisme peut entraîner une dégradation physico-chimique du matériau avec un relargage d'éléments dans l'organisme.

Woodman (1984) et Lugowski (1991) ont étudié des animaux implantés pendant 2 à 6 ans, cela grâce à la spectrométrie d'absorption atomique (ADS), et ont montré qu'il n'y avait aucune trace décelable de titane, d'aluminium ou de vanadium.

D'autres techniques d'étude proposées par Ektessabi (1994), qui effectue le dosage par sonde PIXE, ou Schliephake (1993) qui effectue un dosage chimique, obtiennent des résultats dont la variabilité est peu exploitable de par la trop grande sensibilité des dispositifs.

Yamagami (1992) considère que l'état de rugosité de l'implant intervient de façon non négligeable dans les échanges ioniques entre milieu biologique, couche d'oxydation et métal.

Il apparaît que le titane se comporte comme une substance inerte n'entraînant aucune réaction inflammatoire (Hildebrand 1989) y compris en injection intraveineuse, et l'allergie à son contact ne concernerait que 2.5 % de la population.

Pour toutes ces qualités, le titane est donc le matériau de choix en prothèse ostéointégrée, c'est le cas en chirurgie orthopédique où l'on fait appel aux prothèses en titane pour le remplacement d'articulations comme les hanches, les genoux ... mais également en chirurgie implantaire.

2.2 les céramiques

2.2.1 Historique et fabrication

Les céramiques dentaires tiennent un rôle particulier en dentisterie car, les techniques évoluant, notamment dans les domaines des composites et des verres ionomères, les céramiques offrent toujours les meilleurs résultats esthétiques.

La toute première céramique dentaire était un mélange de kaolin, de felspath et de quartz, cela dans des proportions très différentes de la faïence, du grès ou de la porcelaine domestique, mais il a fallu attendre 1838 pour obtenir une céramique dentaire ressemblant par sa teinte et sa translucidité à une dent naturelle. Cette céramique fut élaborée par Elias Wildman et a subi de multiples transformations pour aboutir aux céramiques modernes.

Le kaolin est un silicate d'aluminium hydraté ($\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) qui agit comme un liant permettant de modeler la céramique avant cuisson. Il est opaque, ce qui explique que même présent en petites quantités dans les toutes premières céramiques, celles-ci perdaient toute translucidité. C'est pourquoi certaines céramiques ont été élaborées sans kaolin pour n'être considérées que comme des céramiques feldspathiques contenant de la silice.

Le quartz est resté inchangé durant la cuisson de la céramique et s'est révélé un excellent agent de renforcement. Le mélange avec le felspath produisit une fine dispersion cristalline partout dans la phase vitreuse.

Une céramique est donc, par définition, un matériau inorganique, fragile et mis en forme à haute température à partir d'une poudre qui est consolidée par frittage, cristallisation ou prise d'un liant hydraulique. Leur fabrication est longtemps restée réservée aux laboratoires de prothèse dentaire qui procèdent au montage de la céramique sous forme de pâtes façonnées à l'état souple et cuites ensuite pour se transformer en matériau dur.

Ainsi, ce matériau apparu il y a plus d'un siècle est à l'origine des nouveaux systèmes très sophistiqués actuels qui n'en sont que des améliorations technologiques.

Leur utilisation d'origine se cantonnait aux couronnes et aux bridges, mais dans les années 80, elle s'est étendue aux inlays, onlays, facettes. Leur fabrication consiste en une sorte de verre issu de la fusion d'oxydes métalliques à haute température et qui deviennent solides à température ambiante. La structure vitreuse de la céramique est appelée matrice de verre, elle est renforcée par différentes phases cristallines, ce qui permet d'adapter le coefficient thermique du matériau. Pour produire la céramique, le mélange est chauffé au-delà de la température de fusion de la matrice vitreuse et en-deçà de la température de fusion des cristaux. Cette phase cristalline augmente la résistance du matériau et en réduit les fractures; elle s'oppose aux microfractures au sein du matériau.

Ces matériaux comportent parfois des défauts qui sont de deux types :

- Les défauts de fabrication comme l'inclusion de bulles ou microporosités
- Les défauts de surface correspondant à des différences de contraction des phases vitreuse et cristalline lors du refroidissement.

Depuis peu, l'apparition de CAD-CAM et la CFAO (Conception Fabrication Assistée par Ordinateur), ouvrent un nouveau champ d'exploitation qui est celui de la céramique livrée sous forme de blocs qui peuvent être usinés, et présentent des qualités mécaniques remarquables.

2.2.2 Classification

Il existe plusieurs classifications possibles des céramiques dentaires (J.-M Poujade et al. 2008)

- Selon l'historique : à partir de 1774, où la céramique est introduite dans l'art dentaire par Alexis Duchateau et développée par Dubois de Chement, jusqu'à nos jours
- Selon la température de fusion (Sadoun M. 1995) qui est une classification traditionnellement employée dans le langage des praticiens et des prothésistes dentaires.

On y retrouve les céramiques haute fusion réservées à la prothèse adjointe, les moyenne fusion qui concernent plutôt les couronnes « Jacket », à savoir les couronnes essentiellement destinées aux incisives et dépourvues de chapes métalliques, et enfin les céramiques basse et très basse fusion destinées aux couronnes céramo-métalliques, ainsi que pour les travaux sur base or ou titane.

- La microstructure, les constituants chimiques ou encore le procédé de mise en forme, influent grandement sur les propriétés des céramiques comme de tout matériau. Sadoun et Ferrari en 1995 ont alors classé les céramiques selon leur constitution chimique, mais également selon le procédé de mise en forme ou encore selon leur microstructure. (Ferrari JL, Sadoun M, 1995)

- Selon les constituants chimiques :
 - Céramiques feldspathiques qui sont traditionnellement utilisées pour revêtir les chapes métalliques des couronnes céramo-métalliques
 - Céramiques alumineuses dont le constituant principal est l'alumine (Al_2O_3). Ces céramiques peuvent varier dans leur teneur en alumine (de 40% pour les « Jacket » à 98% pour les « Procera »)

- Vitrocéramiques qui contiennent de l'apatite ou du micatétrafluorosilicate
- Les matériaux en cours d'évolution comme la zircone (ZrO_2)
- Selon le procédé de mise en forme
 - Avec support métallique comme renfort mécanique en alliage précieux ou non précieux
 - Sans support métallique, la céramique peut être frittée sur un revêtement inerte ou coulée pour être ensuite vitrocéramisée.
- Selon la microstructure
 - Matrice vitreuse avec charges dispersées
 - Matrice cristalline avec phase vitreuse infiltrée.

2.2.3 Propriétés physiques des céramiques

Les céramiques présentent des propriétés physiques autorisant un remplacement total ou partiel de l'organe dentaire. Parmi leurs propriétés avantageuses, nous notons qu'elles sont :

- Isolants thermiques et permettent un remplacement de la substance perdue suite à une atteinte carieuse sans présenter d'inconfort aux chocs thermiques lorsque la restauration céramique est placée à proximité de la pulpe dentaire.
- Isolants électriques et empêchent toute diffusion ionique et donc de toutes charges électriques.
- Optiques : l'impression visuelle est la somme de nombreux facteurs comme l'état de surface, les différentes phases, les différentes couches Ainsi les rendus optiques varient de l'opaque au transparent avec des luminosités variables, des couleurs et des saturations différentes. Cette variabilité d'apparence permet une imitation subtile de chaque dent, individuellement.

2.2.4 Propriétés mécaniques des céramiques

Les céramiques dentaires sont très résistantes à la compression et peu résistantes à la traction ou la flexion. La fracture dans la céramique se fait généralement par propagation d'un défaut initial. La résistance mécanique d'une céramique est donc directement liée à plusieurs paramètres :

- Le taux de porosité où un compactage par vibration fait augmenter la résistance de 40% par rapport à une céramique non compactée

- La température et le cycle de cuisson où l'élévation de température et de la durée de cuisson font également augmenter la résistance des céramiques à condition de ne pas dépasser un seuil à partir duquel, au contraire, les céramiques deviendront plus fragiles.
- Les contraintes internes qui sont un facteur déterminant de la résistance du matériau par l'influence des différentiels de phases au sein de la céramique ou entre la céramique et le matériau sous jacent (le métal le plus souvent)
- La microstructure car la résistance de la céramique augmente avec la proportion de phase cristalline. L'état de surface et surtout les défauts de surface ont un rôle capital, raison pour laquelle la glaçure (enduit vitrifiable déposé à la surface de la céramique) permet d'augmenter la résistance de la céramique en obturant les défauts et en plaçant la surface de la céramique en compression grâce à un coefficient d'expansion thermique que celui de la céramique sous jacente, augmentant par là la résistance jusqu'à 400% par rapport à sa résistance d'origine.

2.2.5 Céramique utilisée dans l'étude

Les céramiques dentaires existent donc sous une multitude de formes ; parmi elles, certaines sont élaborées pour ne pas comporter d'armature métallique :

- Les céramiques frittées comme :
 - La céramique feldspathique renforcée à la leucite
 - La céramique feldspathique renforcée à l'alumine
 - La céramique feldspathique renforcée à la zircone
- Les céramiques coulées :
 - La céramique de verre à base de mica (aluminosilicate de magnésium)
 - Les céramiques de verre à base d'hydroxyapatite (expérimentales)
- Les céramiques pressées à chaud :
 - La céramique feldspathique renforcée : Empress, dont la résistance à la flexion est augmentée par la pressée à chaud (120 MPa) et les cuissons (160 à 180 MPa)
 - Empress II, dont la résistance à la flexion varie entre 320 et 350 MPa
- Les céramiques frittées puis infiltrées :
 - In-Céram : la proportion d'alumine contenue dans le produit est de 90% au moins et la forte agrégation des particules d'alumine couplée à une forte réduction de la porosité confère à la céramique une résistance mécanique à la flexion de 450 à 600 MPa

- Les céramiques usinées :
 - La céramique feldspathique renforcée (cristal de sanidine ou leucite)
 - La céramique préfrittée
 - Procera Allcéram sans phase vitreuse donnant une chappe polycristalline résistante à 600 MPa de flexion.
 - Zircon TZP dont la résistance à la flexion est la plus élevée (900 MPa) et permet une utilisation dans des bridges postérieurs ainsi que pour diminuer l'épaisseur des armatures.

Dans cette étude, le choix de la céramique s'est porté sur une céramique feldspathique renforcée (Empress II) qui est très répandue dans l'art dentaire pour ses qualités mécaniques (résistance à la flexion de l'ordre de 320 à 350 MPa) mais également pour ses qualités optiques qui lui confèrent une excellente esthétique.

L'Empress II (Ivoclar), à base de disilicate de lithium place sa résistance à la flexion autour de 350 MPa, quand celle de l'Empress I est trois fois inférieure. Cette résistance autorise la construction de petits bridges. Sa température de frittage est de 800°C et son glaçage s'effectue à 770°C.

Cette céramique est très utilisée dans les systèmes à usinage comme le Cerec, machine-outil à commande numérique, conçue pour usiner de la céramique fournie sous forme de blocs (comme l'Empress II) d'après une empreinte optique permettant d'élaborer un modèle virtuel extrêmement précis. Il en ressort une pièce prothétique produite sans passer par les étapes de barbotine du laboratoire de prothèse, évitant ainsi tout risque de bulles au sein de la chappe.

Disposant de cette machine dans notre activité privée, nous avons pu éprouver longuement les grandes qualités de cette céramique qui, par ailleurs et pour une manipulation plus aisée, est fournie sous forme de blocs calibrés et solidaires d'un support métallique permettant la préhension par la machine. Cette configuration nous a intéressés dans notre approche expérimentale car elle nous fournit des blocs de céramique de volumes identiques surmontés d'une tête métallique permettant un tirage axial.



Figure 21. Bloc de céramique Empress II surmonté d'un support métallique de préhension

2.3 La zircone

Le Zirconium

L'élément pur zirconium est un métal de transition se situant dans la colonne IV de la classification périodique des éléments, comme le titane et le hafnium.

Il est l'élément de numéro atomique 40 et son poids atomique est de 91.22.

Le métal n'existe pas à l'état natif, ses principaux minerais sont : le zircon, le malacon et les oxydes naturels du Brésil.

Préparation de la Zircone

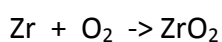
Sources minérales :

La zircone (ou oxyde de zirconium ZrO_2) est extraite de deux minéraux naturels : la baddeleyite et le zircon. Ce dernier en est la source principale. La plus grosse partie des productions de zircon sert directement à réaliser des réfractaires. Le reste est utilisé pour fabriquer des zircons dont la pureté dépend largement du processus d'élaboration.

Production de la zircone :

La zircone est une céramique de formule ZrO_2 obtenue par oxydation du métal zirconium pur.

Il s'agit d'une transformation chimique du zirconium par une réaction d'oxydation par brûlage.



C'est donc la décomposition thermique de la plupart des composés oxygénés du zirconium (hydroxyde, oxychlorure, sulfate, oxalate....) qui forme la céramique zircone.

Cristallographie de la zircone :

La caractéristique la plus frappante de la zircone est de présenter des transitions de phases qui furent longtemps considérées comme des inconvénients pour ses applications, mais qui, depuis 1975, se confirment comme riches de possibilités.

Polymorphisme de la zircone :

La zircone est préparée essentiellement à partir de sables de silicate de zirconium (zircon = $ZrSiO_4$) par traitements thermiques à haute température, accompagnés de traitements chimiques qui éliminent la fraction siliceuse du zircon.

Ainsi, la zircone peut exister sous quatre structures allotropiques différentes . La structure cubique en phase cubique

- La structure tétragonale en phase quadratique
- La structure monoclinique en phase monoclinique
- La structure orthorhombique en phase orthorhombique

La phase quadratique est stable de 175°C à 2377°C (ZrO_2 -t) (tétragonale), et sous cette forme, cette phase présente toutes les propriétés mécaniques recherchées pour la zircone.

A ces températures, la zircone s'organise en structure métastable avec des cristaux tétragonaux à angles droits.

La zircone stabilisée :

La zircone « pure » ne peut pas exister à température ambiante sous forme monolithique.

Pour résoudre ce problème, il faut allier à la zircone des oxydes dits « stabilisants » qui inhibent le changement de phase ZrO_2 -t \rightarrow ZrO_2 -m en forçant la structure à maintenir artificiellement sa maille cubique jusqu'à une température ambiante. Une zircone contenant uniquement de la phase cubique est dite FSZ (Fully Stabilised Zirconia)

Les oxydes stabilisants principalement utilisés pour obtenir une zircone stabilisée sont :

- les oxydes d'éléments bivalents : oxydes de fer rares (Y_2O_3 : Oxyde d'Yttrium)
- les oxydes d'alcalinoterreux (MgO, CaO)

Le phénomène de stabilisation trouve son origine dans le remplacement de certains cations ZrO_{4+} par d'autres cations (M_{2+} ou M_{3+}) avec la nécessité d'assurer le maintien d'un environnement électroniquement neutre. En effet, le fait de remplacer dans la structure de la zircone un ion ZrO_{4+} par un ion métallique de valence inférieure à 4 doit s'accompagner de la création de lacunes d'oxygène, dans le sous-réseau anionique.

La relaxation qui en résulte dans les sous-réseaux anioniques et cationiques, rend la structure tétragonale (ou cubique) thermodynamiquement stable dans un grand intervalle de température et de composition. L'étendue de ce domaine dépend de la nature de l'oxyde de départ.

Le diagramme de phase est alors modifié de façon favorable, ce qui permet de conserver (à l'état stable ou à l'état métastable) une zircone stabilisée, exempte de transitions dans tout le domaine de température utile.

De plus, comparativement à l'alumine, la zircone stabilisée a :

- une masse volumique plus élevée
- une dilatation thermique supérieure (donc une plus grande sensibilité aux chocs thermiques)
- un coût nettement accru

Cela montre que la FSZ n'a pas, à priori, de vocation mécanique.

La zircone partiellement stabilisée :

Il s'agit d'une zircone qui contient une concentration insuffisante en agent stabilisant pour obtenir une zircone FSZ.

En conséquence, nous obtenons une zircone constituée d'une matrice riche en stabilisant que l'on trouve sous forme cubique et au sein de laquelle existe une dispersion de petits précipités de zircone pauvre en stabilisant, qui devrait être monoclinique mais qui peut perdurer à l'état métastable (c'est-à-dire à des températures inférieures à celles du changement de phase et, en l'occurrence, à température ambiante) sous forme tétragonale.

Ainsi, on parle de PSZ (Partially Stabilised Zirconia) lorsque la zircone contient un mélange de phase cubique et quadratique.

En ce qui concerne la distribution des stabilisants dans la matrice, celle-ci dépend en grande partie du mode de préparation des matériaux.

Une distribution très homogène peut être réalisée par une co-précipitation d'hydroxydes.

Dans d'autres procédés, les stabilisants sont ajoutés sous forme de couche autour de grains de zircone, et diffusent dans la zircone, grâce à un traitement thermique.

La zircone yttriée 3Y-TZP :

Les zircons qui nous intéressent plus particulièrement en odontologie sont stabilisés à l'yttrium, notamment les 3Y-TZP, c'est-à-dire stabilisés en phase quadratique (TZP : Tetragonal Zirconia Polycrystal) pour 3mol% d'oxyde d'yttrium (Y_2O_3), soit 5.27% en masse d'oxyde d'yttrium.

Elaboration de la céramique zircone (Y-TZP) :

Préparation :

Pour obtenir une zircone yttriée, on peut réaliser un mélange de zircone et de nitrate d'yttrium et le porter à 1200°C. Le nitrate d'yttrium se décompose, laissant une couche d'oxyde d'yttrium autour des grains de zircone. La couche d'oxyde diffusera dans la zircone grâce à un traitement thermique de plusieurs heures à 1600°C.

La qualité de la poudre de départ joue un rôle critique dans le processus de fabrication. Elle doit être fine et présenter une distribution en granulométrie la plus faible possible.

Son homogénéité permettra à la densification de se faire de manière optimale (densité de la céramique = densité théorique) c'est-à-dire, sans pores résiduels.

La distribution de sa granulométrie doit être la plus réduite possible et la forme de ses grains la plus homogène possible afin d'obtenir la densité de tassement à pression atmosphérique la plus élevée possible.

Mise en forme – Préparation des blocs :

Le préfrittage consiste à cuire des blocs de zircone pressés isostatiquement à une température inférieure à celle qui permet d'obtenir la densification totale du matériau. On parle aussi de zircone microporeuse ou « crue ».

La poudre atomisée est mise en forme dans des moules polymères déformables auxquels on applique une pression isostatique sur toute leur surface, pression pouvant aller jusqu'à 3000 bars.

La couche fluidifiante qui sert aussi de liant lors de l'injection est éliminée par évaporation, distillation et réaction exothermique.

Cette opération permet d'éliminer tout espace entre les grains (matière homogène) dans le but de densifier au maximum la zircone crue. Ceci contribue à l'obtention d'un bloc homogène dense et sans défaut, présentant une bonne cohésion. Les propriétés mécaniques du matériau après frittage, dépendent de la densité à l'état cru. A ce stade, sa consistance est celle d'une craie.

Le frittage :

La densification est opérée selon le procédé HIP (Hot Isostatic Pressing), qui assure l'évacuation optimale des pores intercrystallins.

Cette opération nécessite un four particulier permettant, pendant le frittage, d'exercer une pression pouvant aller jusqu'à 2000 bars sur les pièces présentes dans la chambre de chauffe, ainsi que d'un traitement thermique à 1000°C dans un premier temps, puis à 1500°C.

Lors de la cuisson finale, le volume de la zircone diminue de 20 à 30%. Cette réaction doit être prise en compte par les logiciels de CAO/FAO. Aussi, la dimension du moule tient aussi compte des différents retraits obtenus lors des étapes de frittage et de densification.

Tous ces traitements ont pour but l'élimination de tous les pores intercrystallins afin d'obtenir la densité théorique du matériau. Obtenir une porosité proche de zéro est primordiale car la présence de pores résiduels est un facteur de fragilisation des propriétés mécaniques de la céramique. Ces dernières diminuent en fonction de la porosité résiduelle selon une échelle logarithmique.

Le but de toutes ces opérations est d'obtenir une zircone très pure, où la taille des grains est réduite, homogène, où les pores résiduels sont réduits, les contraintes internes minimales et dont la surface est dépourvue de fissures si nuisibles aux propriétés mécaniques dynamiques.

Cependant, le frittage est une étape particulièrement délicate à réaliser. Lors de cette cuisson, les variations de température, la géométrie de la pièce, les contaminations, peuvent entraîner des défauts dans la céramique.

L'usinage des pièces prothétiques :

Usinage avant frittage :

L'usinage avant frittage est le plus utilisé car moins onéreux à la production. De plus, dans un bloc avant frittage, il est beaucoup plus rapide (env 15 min à l'unité), use moins d'outils, fatigue moins les machines, nécessitant de ce fait moins de frais de maintenance.

Il convient par contre de savoir gérer le retrait et les déformations par fluage au cours du frittage pour obtenir des pièces parfaitement ajustées. Ce paramètre est complètement maîtrisé dans l'industrie des céramiques techniques. Le retrait est de l'ordre de 22% dans un bloc lors du frittage.

Il existe des méthodes pour le réduire en incorporant certains éléments, mais qui risquent de compromettre la densité du matériau, donc ses propriétés mécaniques.

L'usinage après frittage :

La gestion du retrait est éliminée ; il a lieu en amont lors du frittage du bloc. Cependant il est de plus en plus délaissé par les fabricants du fait de son coût à la production. L'usinage dans un bloc fritté HIP nécessite beaucoup de temps (environ 45/60 min l'unité), et des outils impérativement diamantés qui fatiguent et usent les machines entraînant une maintenance importante.

La gestion de retrait, par contre, est éliminée puisqu'il a lieu en amont lors du frittage

2.4 Les polymères dentaires

Les substrats mis en présence dans un collage dentaire sont l'email et la dentine, deux tissus minéralisés ayant des spécificités poussant les chercheurs à faire cohabiter dans la préparation au collage, un traitement spécifique pour chaque tissu, pourtant accolés l'un à l'autre et sur une surface n'excédant pas 1mm carré. La manipulation de cette colle doit s'effectuer en parfait isolement par rapport à la salive porteuse de bactéries responsables de la carie, deuxième contrainte technique majeure et difficile au sein d'une bouche exigeant une manipulation des plus rapides et des qualités de polymérisation également très rapides.

Ainsi, les substrats en présence sont : l'émail qui est le tissu le plus minéralisé du corps humain, à savoir 96% d'hydroxyapatites en poids, (puis 4% d'eau et 1% de matière organique) (Goldberg, 1987) et dont la structure prismatique est très favorable au collage grâce à un traitement à l'acide phosphorique proposé en 1955 par Buonocore et permettant d'obtenir des valeurs d'adhérence de 15-20MPa indispensables à l'obtention d'un joint hermétique avec le composite.

La dentine est un tissu vivant dont les caractéristiques varient selon la zone de coupe (de la jonction amélo-dentinaire à la pulpe). Elle est composée de 70% d'hydroxyapatite en poids, de 18 à 22% de phase organique (principalement du collagène), et de 7 à 12% d'eau. (Goldberg 1987)

Il a paru surprenant, à priori, de ne pas obtenir les mêmes performances de collage avec la dentine qu'avec l'émail en utilisant les mêmes techniques (Fusayama, 1980 cité par Van Meerbeek et al., 1992), les valeurs d'adhérence obtenues étant particulièrement faibles (2-3 MPa) (Buonocore et al., 1956 ; Torney, 1978)

La disposition radiale des tubulis dentinaires entraîne un gradient de densité de tubulis (et de leur lumières) entre la zone d'origine des tubulis (au niveau de la pulpe dentaire) et la zone de jonction amélo-dentinaire ; ainsi plus la zone est proche de la pulpe , plus le volume de dentine occupée par la lumière des tubulis est important (Pashley et Pashley, 1991). Cette hétérogénéité de la structure dentinaire peut être une explication de la faible adhérence obtenue au niveau des couches profondes par rapport aux couches superficielles (Mitchem et Gronas, 1986)

De plus, la dentine est un tissu qui, au cours des processus physiologiques et pathologiques, subit des modifications. Le vieillissement ou les irritations de faible intensité et progressives, comme l'érosion (chimique) ou l'abrasion (mécanique) transforment la dentine en dentine sclérotique (Attal, 1995), tandis que de la dentine réactionnelle peut être produite à la périphérie de la chambre pulpaire suite à des agressions sévères (carie dentaire ou procédures opératoires) (Stanley et al., 1983). Il résulte de ces modifications une nette diminution de la perméabilité dentinaire (Yoshiyama et al., 1990).

2.4.1 Historique – Classification chronologique

Les polymères dentaires ont été classés chronologiquement en générations.

La 1^{ère} génération d'adhésifs apparaissent dans les années 50 où Buonocore et al (1956) utilisent des esters acryliques phosphorés supposés créer des interactions entre groupements phosphate de l'adhésif et les ions calcium de la surface dentinaire. Hélas les valeurs d'adhérence variaient de 5,7 MPa à 2,7 MPa après 5 mois de trempage dans l'eau.

Quelques modifications sont apportées par la suite, comme l'utilisation de tri-butyl-borane (TBB) (amorceur de polymérisation) par Masuhara et al (1962) ou l'emploi du N phényl glycine glycidil métacrylate (NPGGMA) par Bowen (1965) afin d'améliorer l'adhésion dentinaire, cependant, les évaluations à moyen terme ont montré un nombre significatif d'échecs (Jendressen, 1978 cité par Burke et Mc Caughey, 1995)

La 2^{ème} génération (fin des années 70) est caractérisée par l'apparition de la molécule BisGMA et par d'autres développements basés sur les interactions phosphate-hydroxyapatite, la trame minérale semblant plus stable que la trame organique, dégradable par acides ou enzymes.

Certaines équipes proposent l'utilisation de monomères contenant des groupes phosphonates (Anbar et Farley, 1974). Des monomères de nature chimique différente font leur apparition comme le phenyl phosphate développé par Fusayama et al (1979) ou le 4META (4 méthacryloxyethyl trimellitate anhydride) développé par Takeyama et al (1978)

Les valeurs d'adhérence sont supérieures mais les pertes de restauration à 6 mois restent très importantes (Burke et Mc Caughey, 1995) et montrent que le mordantage de la dentine n'est pas garant d'adhésion ni d'étanchéité.

La 3^{ème} génération (1985-1991) voit apparaître un traitement de surface dentinaire permettant l'élimination de la « smear layer » (boue dentinaire), associé à des agents de couplage hydrophiles augmentant le mouillage de la dentine traitée.

Les traitements de surface sont essentiellement de trois types : glutaraldéhyde, oxalate ferrique-oxalate d'aluminium ou acide maléique ; les agents de couplage : HEMA (Hydroxyéthyl méthacrylate), NTG-GMA 5(N Tolylyl glycine glycidyl méthacrylate) ou un mélange de Bis GMA/HEMA.

Cette génération a apporté une augmentation très nette des valeurs d'adhérence (Prati et al., 1991 ; Chappell et al., 1990)

La 4^{ème} génération d'adhésifs correspond à une synthèse des qualités exigées pour une colle dentaire : diminution de la sensibilité du produit à la manipulation, amélioration des performances sur surfaces humides, manipulation et résultats similaires sur émail et dentine (Burke et Mc Caughey, 1995).

Le principe de liaison est ici micro-mécanique selon 3 étapes :

- élimination de la smear-layer et déminéralisation de la dentine intratubulaire par attaque acide grâce à un traitement de surface intéressant à la fois la dentine et l'émail dans une même application (« total-etch ») d'acides minéraux (H_3PO_4 à 32%) ou d'acides organiques (acide maléique, oalique ou citrique à 10%)

- infiltration de monomères comportant des groupements hydrophiles et hydrophobes améliorant le mouillage de la dentine comme HEMA (hydroxy éthyl méthacrylate) et appliqués sur une dentine légèrement humide afin de proposer une surface très hydrophile (Gwinnett, 1992, Swift et Triolo, 1992, Kanca, 1992)
- la résine basse viscosité relie la surface dentinaire traitée au composite de restauration. Cette adhésion semble ainsi procéder à la fois d'une accroche physico-chimique (mouillage) et micro-mécanique (imprégnation du réseau de fibres de collagène et pénétration dans les tubulis (DeGrange 1994) ; c'est la théorie de la couche hybride.

La 5^{ème} génération (datant des années 90) présente un protocole clinique en deux étapes avec soit :

- 1^{ère} étape de mordantage puis 2^{ème} étape comprenant primaire + adhésif One Step (Bisico®) ou Prime Bond (Dentsply®)
- 1^{ère} étape mordantage +primaire suivie d'une 2^{ème} étape avec dépôt de l'adhésif Scotch Bond (3M Espe®) ou XP Bond (Dentsply®)

La 6^{ème} generation est caractérisée par un protocole également en deux étapes mais faisant intervenir un primaire auto-mordant :

- 1^{ère} étape avec un 1^{er} flacon de primaire auto-mordant sans rinçage
- 2^{ème} étape avec un 2nd flacon d'adhésif Liner Bond II (Cavex Kuraray®)

Enfin, la 7^{ème} génération présente un protocole en une seule étape avec 2 systèmes:

- 2 flacons à mélanger Xeno III (Dentsply®), Adper Promp (3M®)
- 1 seul flacon prêt à l'emploi I Bond

Ici non plus, le protocole ne prévoit pas de rinçage.

Les polymères dentaires, comme tout matériau utilisé dans le corps humain, doivent répondre à un cahier des charges très strict. En effet, la biocompatibilité, la rapidité de polymérisation, la facilité d'emploi, l'esthétique, le conditionnement extrêmement segmenté, rendent ces produits aussi techniques que coûteux.

Il est à noter que le vieillissement des polymères utilisés comme agents de couplage est souvent la cause des échecs thérapeutiques. En effet, ces polymères placés en bouche subissent de nombreux facteurs de vieillissement tels que l'hydrolyse, les chocs thermiques, les différences de coefficients de dilatation thermique et leur efficacité peut également être altérée par le traitement UV lié à une polymérisation mal maîtrisée, mais également à l'épaisseur du joint de colle qui reste un critère majeur extrêmement peu contrôlable cliniquement.

Dans notre étude, le choix des polymères s'est porté sur plusieurs colles parmi les plus employées dans les cabinets dentaires, cela afin de nous placer au mieux dans les conditions de travail du praticien. Celui-ci ne bénéficie pas, dans la plupart des cas, d'une information très détaillée des produits qu'il manipule pourtant au quotidien et qui prennent une importance toujours croissante dans la pratique odontologique.

Pour cause, il apparaît que la principale source d'information concernant les produits et leurs qualités leur est apportée par les fabricants eux-mêmes qui se rapprochent des praticiens dans une démarche d'information non dénuée d'arrière-pensées commerciales.

Les principaux polymères dentaires que nous avons choisi d'étudier sont :

Le Super-Bond C&B : (Sun Medical®, shiga, japan)

Composition : PMMA, MMA, 4-META, TBB

C'est un polymère pur de Bis-GMA, résine non chargée, viscoélastique.

Le Panavia F : (Kuraray Medical®, tokyo, japan)

Composition : Filler (78%), MDP, diméthacrylates, initiator

C'est un polymère de Bis-GMA avec adjonction de charges, c'est une colle composite non viscoélastique, anaérobie et dont les propriétés adhésives sont intermédiaires entre les colles à base d'esters métacrylates et le Super Bnd.

Le Rely X unicem II : (3M ESPE®, seefeld, germany)

Composition: Filler (72%), diméthacrylates, methacrylated phosphoric ester.

C'est un ciment de scellement composite auto-adhésif.

Ces produits bénéficient d'une large distribution dans les cabinets dentaires et d'une mise en œuvre différente dans les trois cas.

Parmi les critères qualitatifs majeurs d'une colle dentaire, nous nous intéresserons à l'étanchéité. En effet, l'étanchéité marginale d'une colle est à la source de la protection des tissus dentaires contre les caries récurrentes, les dyschromies et les sensibilités post-opératoires. (Phillips, 1970)

Les fluides et les micro-organismes pénètrent dans tout hiatus formé entre la colle et le substrat de par l'environnement salivaire permanent dans lequel baigne toute restauration dentaire. L'étanchéité du complexe collé doit donc être immédiate.

Lors de la polymérisation, l'adhésif peut subir une déformation plastique permettant d'atténuer les contraintes transmises à l'interface (Davidson et De Gee, 1984)

Au-delà de l'étanchéité immédiate, il doit rester une étanchéité dans le temps grâce à une résistance aux agressions nombreuses du milieu buccal : thermiques, chimiques et mécaniques (Degrange, 1990). Ainsi, les restaurations subissent des endommagements liés à des mécanismes d'usure, de fatigue et de rupture.

Il apparaît que les caractéristiques rhéologiques de la colle jouent un rôle important dans l'amortissement des contraintes. Cependant la longévité des assemblages collés est très diminuée dans le cas de fortes contraintes occlusales (Munksgaard et al. (1985) et Söderholm (1991)

De même, les variations de température intra buccales peuvent faire apparaître des différentiels d'environ 50°C (mesurés entre la prise successive de glace et d'une boisson chaude), mais cette variation calculée in vitro semble être beaucoup plus modérée en bouche (environ 30°C) et que les températures extrêmes qui en seraient la cause (variant entre 19°C et 48°C) ne seraient en réalité pas atteintes successivement l'une après l'autre. (Michailescu et al., 1995)

Enfin, du point de vue chimique, les assemblages collés sont soumis à des agressions acides et, d'une manière générale les qualités adhésives d'un polymère diminuent en présence d'humidité (Cognard, 1995)

2.4.2 Polymères et céramiques – Effets de l'environnement

Les matériaux dentaires sont soumis, en plus des sollicitations mécaniques, à des agressions chimiques et bactériennes. Du point de vue médical, il importe surtout de vérifier que ces produits n'engendrent pas de toxicité ni initialement, ni différée du fait de sous-produits qui pourraient être relargués progressivement car extraits par des processus de vieillissement chimiques.

Du point de vue des colles et adhésifs, la présence d'un milieu humide se traduit par une absorption hydrique qui engendre un gonflement du matériau. L'eau emprisonnée modifie les propriétés du polymère, soit de façon réversible, soit de façon irréversible si les macromolécules sont coupées par plastification ou hydrolyse.

CHAPITRE 3

OBJECTIFS DE L'ETUDE ET MISE EN OEUVRE

3.1 Problématiques liées au complexe implantaire

Après avoir détaillé les différentes parties constituant le complexe implantaire et analysé tous les matériaux nécessaires à son élaboration, il apparaît différentes problématiques qui ne trouvent pas encore de consensus de résolution.

3.1.1 Stabilisation d'un site préimplantaire

Le succès de la démarche implantaire nécessite que la fonction dentaire originelle soit rétablie. Pour cela, le positionnement de l'implant est primordial car la correction qui pourra être apportée par le pilier prothétique pour rétablir un axe optimal à la mastication et à la fonction occlusale, sera limitée (15° maximum de correction de l'axe initial).

Or, il apparaît que le site qui recevra le futur implant est parfois défaillant, en qualité osseuse, en volume, en hauteur, rendant alors indispensable le recours à une reconstruction. Celle-ci peut alors faire appel à une autogreffe osseuse, technique parfaitement appropriée biologiquement car offrant une réparation de nature identique mais néanmoins complexe car nécessitant deux sites chirurgicaux.

Le recours aux substituts osseux permet une intervention sur le seul site d'implantation et apparaît donc comme une excellente alternative clinique. Toutefois, si ces matériaux semblent remplir un certain nombre de critères nécessaires au comblement, il reste difficile pour le clinicien de sélectionner le substitut le mieux adapté à une situation donnée tant les renseignements fournis par les industriels restent difficiles à appréhender pour le profane.

3.1.2 Hiatus et colonisation bactérienne

L'étanchéité des reconstructions dentaires est un facteur de stabilité primordial qui, lorsqu'il concerne les dents naturelles, garantit la protection du tissu dentaire sous-jacent contre les bactéries véhiculées par la salive. C'est en effet par infiltration de la salive sous les reconstitutions dentaires (de type amalgame ou composite) ou sous les prothèses que le phénomène carieux peut s'installer au détriment d'un tissu dentaire privé de sa protection naturelle, l'émail.

Dans le complexe implantaire, la colonisation bactérienne ne pouvant rencontrer aucun tissu dentaire, c'est dans les tissus mous périphériques que l'atteinte se propagera provoquant d'abord une réaction inflammatoire des tissus environnants qui pourra rapidement dégénérer sous forme de péri-implantite pouvant elle-même entraîner la perte de l'implant.

3.1.3 Dévissage et défaillances mécaniques

Les micro-mouvements entraînent inexorablement le dévissage de la pièce prothétique, ce qui entraîne des complications cliniques extrêmement graves de type fracture de la vis de transfixation ou encore de l'implant lui-même. Les connectiques implantaire visent donc à imposer une stabilité parfaite à l'ensemble du complexe implantaire, cela avec plus ou moins de succès.

Selon le type de connectique, ces micro-mouvements semblent pouvoir être réduits et peut-être même disparaître.

3.2 Evaluation comparative de substituts osseux

La perte d'une dent laisse place dans de nombreux cas à une perte osseuse associée. Ce défaut osseux peut présenter plusieurs formes que l'on peut classer selon le nombre de « murs » osseux résiduels entourant la cavité formée.

Ainsi, les défauts peuvent présenter de 1 à 4 parois osseuses qui détermineront le processus cicatriciel ; en effet, un défaut à 4 parois présentera une réparation osseuse « ad integrum » car le phénomène de régénération osseuse centripète sera davantage protégé de la colonisation de tissu conjonctif qui, dès le début de la phase de cicatrisation, entre en compétition avec les cellules osseuses pour coloniser le défaut.

Or, la cicatrisation osseuse ne peut se produire qu'en présence de certaines cellules souches (ostéoblastes), seules capables d'entraîner la régénération osseuse. Ainsi, le comblement du défaut par les tissus mous (cellules épithéliales et conjonctives) ne permettra pas la formation d'os.

Lorsque le nombre de parois résiduelles diminue, le caillot sanguin doit être protégé pour réserver aux ostéoblastes une place suffisante et un environnement adéquat pour leur développement et leur maturation. Pour cela, la mise en place d'une barrière physique permet d'empêcher la colonisation du défaut par les tissus mous ; c'est le rôle des membranes à base de collagène (résorbables ou non).

Ces membranes sont positionnées en couverture du défaut et fixées aux parois osseuses ou au périoste de la manière la plus étanche possible afin de ne réserver l'espace ainsi aménagé qu'au caillot sanguin, porteur des cellules souches du futur tissu osseux.

Cependant, avec la diminution du nombre de parois osseuses pour contenir le caillot, il devient indispensable de positionner un mainteneur d'espace afin de protéger le caillot sanguin. Le matériau utilisé alors devra être résorbable et favoriser la colonisation des cellules osseuses. C'est là le rôle prépondérant du substitut osseux. Ainsi, les défauts osseux posent un problème de taille au clinicien et le recours aux substituts osseux peut contribuer

à le résoudre. Toutefois, devant la multitude de substituts à la disposition du praticien, il est parfois difficile et compliqué de faire le bon choix scientifique. Il n'en reste pas moins que ces matériaux ont de nombreuses indications.

Aujourd'hui, les substituts sont caractérisés par la porosité ou densité évaluée par des mesures de porosité au mercure, d'adsorption qui sont des mesures très globales. L'objectif étant de s'approcher des valeurs correspondant à un os spongieux. La forme précise des particules et leur état de surface ne sont pas considérés a priori. Ces paramètres peuvent pourtant avoir une incidence importante sur le déroulement de l'opération et sur le processus de reconstruction osseuse.

La dissolution des substituts synthétiques semble liée au rapport existant entre l'hydroxyapatite et les phosphates tricalciques qui peuvent exister sous forme alpha ou sous forme bêta.

Ainsi, les compositions chimiques de ces substituts et des produits d'origine animale ou humaine peuvent être mesurées.

3.2.1 Variété des greffes

Il convient de rappeler les différents types de greffes :

- L'autogreffe : c'est une greffe dont le prélèvement est effectué sur le patient lui-même ; les sites donneurs sont en général des zones de la cavité buccale (ramus ou tubérosité postérieure maxillaire, ou encore menton), toutefois il est également fréquent de procéder à des prélèvements pariétaux lorsque le volume osseux nécessaire est important. Les prélèvements au niveau de la crête iliaque semblent désormais être délaissés de par l'ergonomie opératoire rendue difficile par les deux sites d'intervention en anesthésie générale, mais également par la résorption très importante, à moyen terme, de ce type de greffon.
- L'allogreffe : c'est une greffe dont le donneur est une personne autre que le patient, les sites de prélèvement sont identiques. Elle est très anecdotique en odontologie où la priorité va aller naturellement vers les substituts osseux synthétiques ou les produits d'origine animale.
- Les greffes synthétiques : la greffe est ici entièrement d'origine synthétique avec le plus souvent cinq principales familles chimiques représentées :

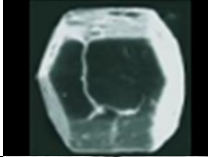


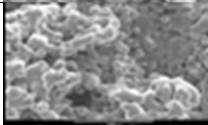
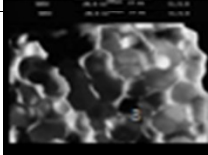
Sulfate de Calcium	Ca(SO₄), 2H₂O	Plâtre – Gypse	
Phosphate de Calcium	CaHPO₄, 2H₂O	Brushite	
Apatite	Ca₁₀(PO₄)₆OH		
Hydroxyapatite	Ca₁₀(PO₄)₆OH₂		
α-TCP ; β-TCP	Ca₃(PO₄)₂		
BCP = Phosphate de calcium biphasé	HA+β-TCP		

Figure 22. Composition chimique de différents substituts osseux synthétiques

Les phosphates de calcium biphasés sont des mélanges entre des hydroxyapatites et des phosphates tricalciques, très souvent sous forme Béta (60/40 ou 70/30).

3.1.2 Critères de choix pour le clinicien

Ces substituts osseux vont être choisis dans la pratique clinique selon différents critères :

- L'infectiosité – immunologie

Le matériau synthétique ne présente pas de risques de transmission virale, ce qui ne peut être garanti totalement par les fabricants de matériaux d'origine animale ou humaine malgré les nombreux traitements subis pour les rendre inertes. Or, la réaction immunitaire est au cœur des préoccupations actuelles.

- Porosité – Etat de surface

Les substituts osseux présentent une immense variété d'états de surface caractéristiques qui interagissent avec le milieu environnant (le sang, les tissus mous, l'os). Le contact intime du matériau joue un rôle prépondérant dans la colonisation de l'espace ménagé par les cellules sanguines et osseuses, préalable indispensable à une reformation osseuse.

- Solubilité – Résorption – Inflammation

L'un des enjeux cruciaux de tout matériau de substitution osseuse est de laisser place, après avoir subi une dégradation totale, à un tissu néoformé.

Mis à part le prélèvement autogène, aucun matériau de substitution ne présente une résorption totale.

Pourtant, c'est à ce prix que l'implant se retrouverait dans les meilleures conditions cliniques, si l'os néoformé était de même qualité que l'os d'origine et non pollué par des particules de matériau de comblement résiduelles.

Toutefois, il peut y avoir un intérêt clinique à la non résorption, lorsque la démarche ne vise pas à positionner un implant mais seulement à redonner du volume aux tissus (sous un intermédiaire de bridge par exemple)

Donc, selon l'option clinique choisie, le matériau pourra être pris semi-résorbable ou non.

Il est à noter une conséquence clinique non négligeable à la résorbabilité : l'inflammation.

En effet, lorsque le matériau est résorbable, le phénomène de résorption entraîne une inflammation localisée importante qui peut être minimisée par l'adjonction dans le matériau de structures non résorbables (les 60/40).

-Ostéoinduction – Ostéoconduction

Le matériau de choix doit être, sinon ostéoinducteur, au moins ostéoconducteur, ce qui reste, avec la capacité de résorption, l'un des enjeux cliniques majeurs pour obtenir un os de qualité.

Concernant les autogreffes, tous les critères sont remplis. Par exemple, dans le cas d'un édentement très ancien d'une seule incisive chez un patient ayant perdu sa dent par accident étant enfant, l'os résiduel, environ vingt ans plus tard, est extrêmement réduit.

La greffe autogène permet alors de positionner correctement un implant.

Malheureusement, ce type d'intervention nécessitant deux anesthésies et deux sites chirurgicaux, complique beaucoup les protocoles chirurgicaux. Ainsi, le recours aux substituts osseux peut présenter des avantages.

Les produits disponibles qui couvrent l'ensemble des champs d'application correspondant aux différents types de greffes sont très nombreux.

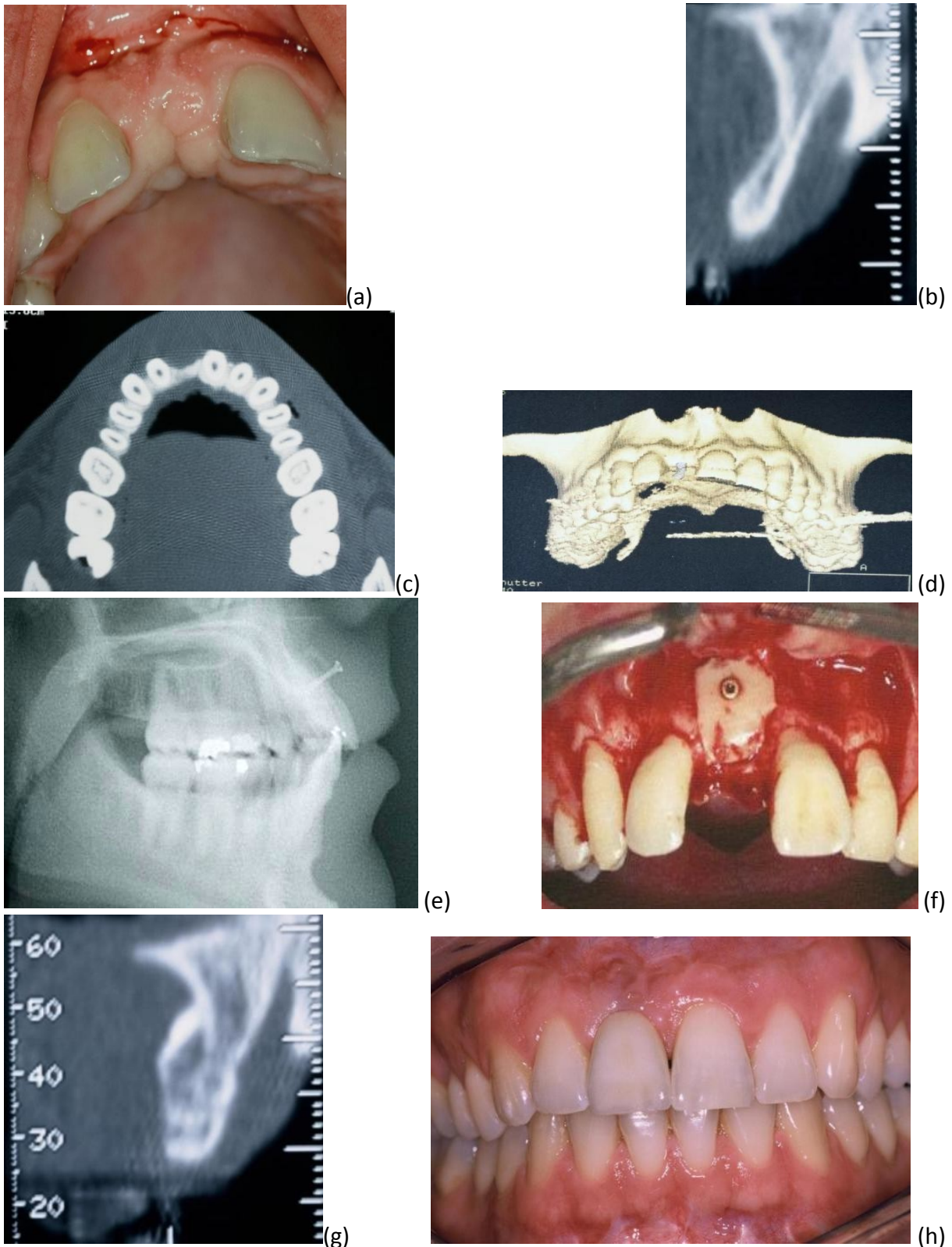


Figure 23. Cas clinique de réhabilitation osseuse sur un édentement ancien. a) vue clinique préopératoire, b) vue radiologique sagittale préopératoire, c) vue radiologique occlusale préopératoire, d) reconstruction en imagerie 3D préopératoire, e) vue radiologique de profil de la greffe osseuse autogène, f) vue clinique frontale de la greffe osseuse, g) vue radiologique sagittale après cicatrisation du greffon et dépose de la vis, h) vue clinique de face de la réhabilitation implanto-prothétique achevée.

Allogreffes	Puros® (Zimmerdental)
Xénogreffes	Lubboc® (Ostéotech Inc.)
Corail	Biocoral® (Biocoral France)
HA + collagène	Bio-oss® collagen (Geistlich)
Sulfates de calcium	Ceraplast (CeraVer)
Alpha Synthétique	Biocement (GmbH)
Beta Synthétique	Cerasorb® (Curasan AG)
Biphasé (HA/PTC)	SBS® 60/40 (Expanscience)
Bioverres	Perioglas® (Sunstar)
Polymères	Bioplant® (Kerrhawe)

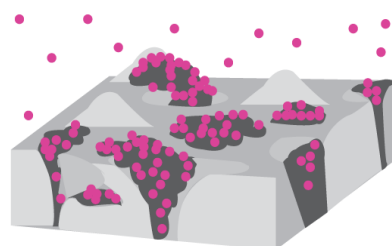
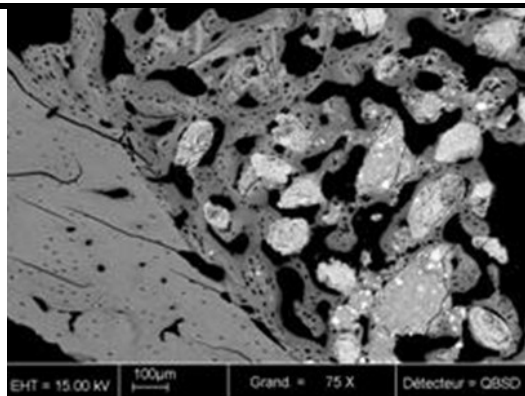


Figure 24. Liste non exhaustive de substituts osseux disponibles en pratique dentaire

Le praticien peut alors se retrouver démuni face à la multitude de produits présents sur le marché. Or, le choix du matériau doit être cohérent avec les objectifs cliniques.

Lorsque l'objectif de l'utilisation du matériau est seulement prothétique, c'est le volume osseux qui est recherché (pour un intermédiaire de bridge par exemple). Ainsi, ne seront validées que les propriétés d'augmentation de volume et de stabilité du volume obtenu sans que la résorbabilité ne soit une priorité.

En revanche, pour les implantologues, l'os obtenu suite à la greffe de matériau se doit d'être d'une nature la plus proche possible de l'os humain autant dans ses caractéristiques physico-chimiques, que dans son comportement mécanique et ses propriétés morphologiques.

Il convient donc d'évaluer au mieux les différentes familles de matériaux à la disposition du clinicien, il existe pour cela plusieurs techniques que nous évoquons ci-dessous.

3.1.3 Evaluation biologique

L'évaluation biologique qui se fait par expérimentation animale ou évaluation clinique, ces procédés sont très dépendants de l'opérateur, du patient (ou de l'animal) et des conditions expérimentales.

Les résultats cliniques peuvent, en effet, être remarquables lorsque les conditions sont bonnes (morphotype osseux, cicatrisation, qualité de l'os environnant)

Ici, un édentement antérieur de trois dents est comblé par du matériau placé dans les alvéoles d'extraction et permet un maintien du volume d'origine ainsi qu'une excellente qualité d'os autorisant une mise en place parfaite d'implants dentaires.



Figure 25. Cas clinique d'une reconstruction osseuse post-extractionnelle. a) vue clinique occlusale après avulsion de deux dents maxillaires, b) comblement osseux par adjonction de Biooss (Geistlich®), c) vue clinique occlusale lors de la pose des implants après 6 mois de cicatrisation post-comblement.

Pour les cas moins favorables, tous les détails comptent et le choix du matériau devient crucial.

Sur la figure 25, pour compenser une épaisseur d'os trop faible du maxillaire, un matériau a été positionné grâce à une intervention de sinuslift (accès donné dans le sinus par une fenêtre latérale, permettant un décollement de la muqueuse sinusienne ou membrane de Schneider pour placer dessous le matériau de comblement sous forme de poudre).

Le matériau, dans son comportement mécanique et son déplacement éventuel, obéit à la cinétique des poudres (déplacement assimilable à celui d'un tas de sable), ce qui peut entraîner un déplacement du matériau, sous la pression sinusienne par exemple, dans une zone anatomique inappropriée pour la restauration implantaire.

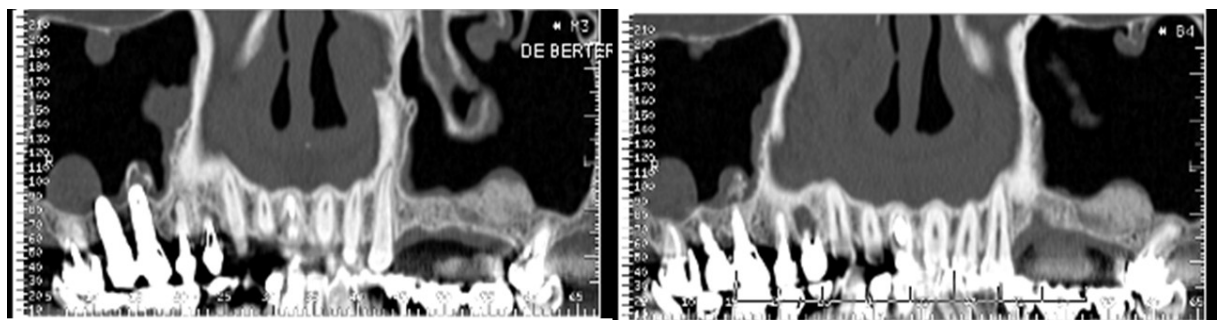


Figure 26. Radiographie frontale de contrôle après intervention de sinuslift (6 mois post-opératoires) (source : Dr J. Colat-Parros)

Ici, le cas d'une furcation de classe III dont la lésion (provoquée par une perforation du plancher pulpaire de la dent lors de la dépulpage de celle-ci) a entraîné la formation d'un granulome volumineux entre les racines d'une molaire mandibulaire.

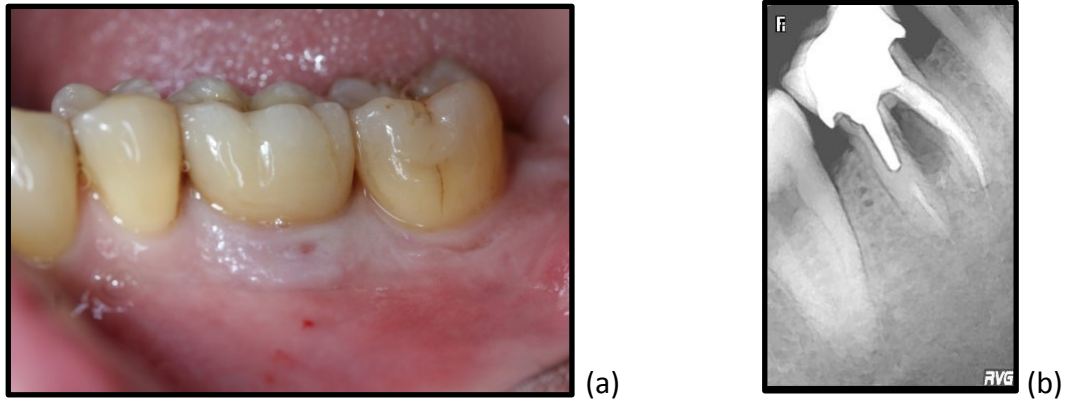


Figure 27. Cas clinique d'un granulome volumineux localisé entre les racines d'une molaire mandibulaire. (a) vue clinique vestibulaire de la fistule révélant la zone infectée, (b) vue radiologique vestibulaire mettant en évidence la destruction osseuse interradiculaire.

Un lambeau gingival d'épaisseur totale est levé afin d'accéder au granulome qui peut alors être cureté,

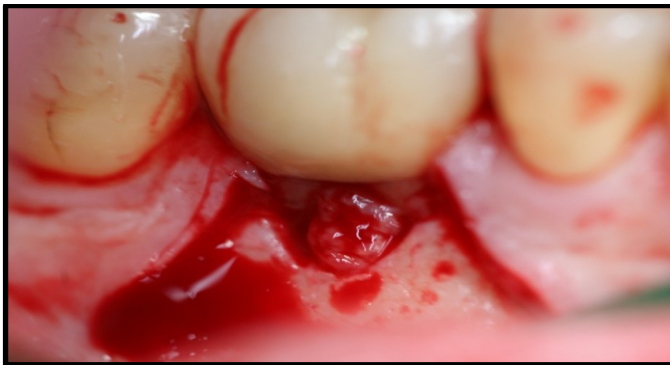


Figure 28. Vue clinique du granulome exposé grâce à un lambeau gingival d'épaisseur totale

puis après décontamination de la zone opérée, la perforation est rebouchée (matériau Pro root ZX) et le volume anciennement occupé par le granulome est comblé grâce au matériau de comblement (Biooss – Geistlich®)

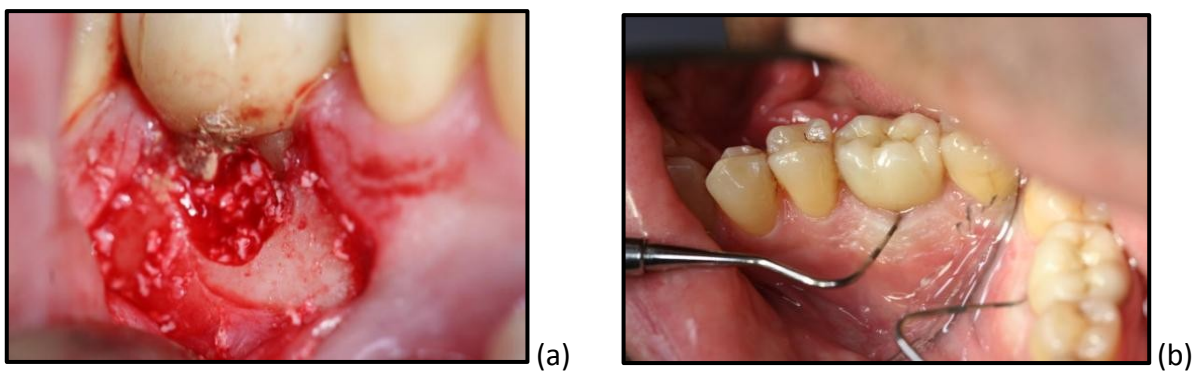


Figure 29. (a) vue clinique vestibulaire de la lésion osseuse curetée puis comblée au Biooss (Geistlich®), (b) vue clinique du sondage de la zone opérée à 6 mois post-opératoires.

Après six mois post-opératoires, le sondage est asymptotique et l'image radiologique parfaitement satisfaisante.

Ainsi, l'évaluation biologique apparaît très dépendante de l'opérateur, du patient et des conditions expérimentales.

3.1.4 Evaluation physico-chimique

La caractérisation physico-chimique, comme la composition chimique et l'état de surface peuvent être évalués grâce à de nombreux tests qui déterminent les qualités intrinsèques du matériau.

La cristallinité a été étudiée par la technique de la diffractométrie de rayons X ou XRD (X-ray diffraction) (Figueredo et al 2010, Accorsi- Mendonça T et al 2008, Tadic D et al 2004, Joschek S et al). Les matériaux soumis aux tests sont le Bio-Oss, le Pep-Gen, l'os humain et l'hydroxyapatite.

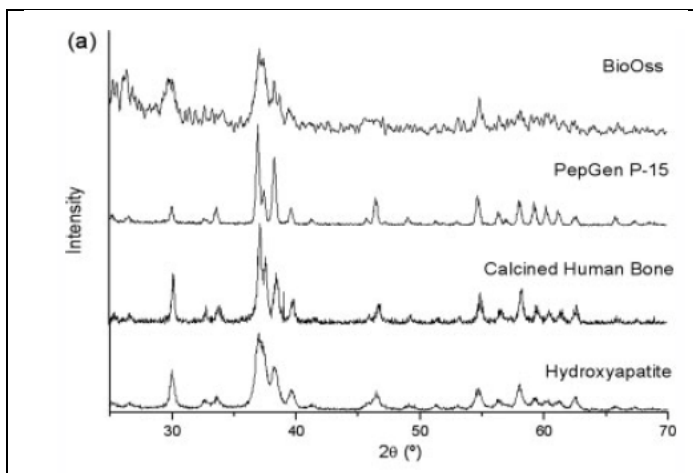


Figure 30. Spectres de cristallinité de plusieurs matériaux de substitution osseuse par diffractométrie à rayons X (Figueredo et al 2010, Accorsi- Mendonça T et al 2008, Tadic D et al 2004, Joschek S et al).

Les spectres obtenus pour les trois matériaux sont très similaires entre eux en raison de la proximité des compositions chimiques brutes et ne permettent donc pas de différenciation significative sur ce critère.

La teneur en collagène quant à elle est analysée par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR Fourier Transformed Infrared Spectroscopy) ainsi que par spectroscopie à Rayons X

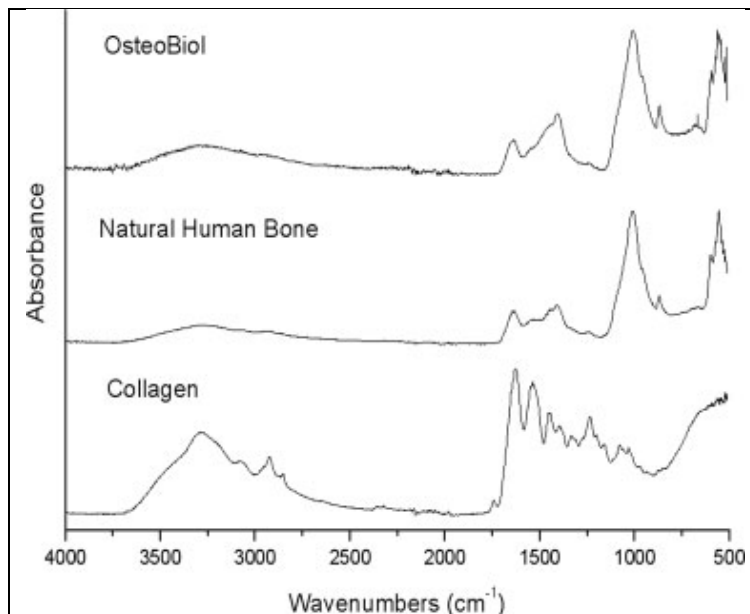


Figure 31. Spectres traduisant la teneur en collagène de plusieurs matériaux de substitution osseuse par FTIR (Figueredo et al 2010, Accorsi- Mendonça T et al 2008, Tadic D et al 2004, Joschek S et al)

Il apparait des spectres également superposables entre les deux matériaux testés (Ostéobiol et os humain).

Il est donc établi que ces tests ne permettent hélas pas de distinguer de manière significative les caractéristiques des matériaux que nous étudions.

La taille des particules : sachant que la cinétique de comportement des matériaux varie avec la taille des particules, nous nous sommes alors tournés vers les valeurs données par les fabricants dans ce domaine.

Echantillons	Moyenne donnée par les fabricants (μm)
Bio-Oss	250-1000
Pep-Gen P15	250-420
OsteoBiol	250-1000
BioCoral	640-1000

Figure 32. Moyennes, fournies par les fabricants, des tailles de particules pour quelques substituts osseux.

Mais les valeurs données par les fabricants présentent des intervalles de dispersion très importants ne permettant pas d'évaluer réellement la taille des particules.

La porosimétrie au mercure : elle permet de caractériser la porosité (macro et micro porosité) d'un matériau. Le fonctionnement d'un porosimètre est fondé sur le principe physique qu'un matériau non réactif (ici le mercure) ne mouille pas la surface du matériau sur lequel il est appliqué. Il ne peut pas pénétrer dans les pores du matériau sans qu'une certaine pression lui étant appliquée ne le force à le faire. Le rapport entre la pression appliquée et la taille des pores est défini par l'équation de Washburn où le diamètre des pores est inversement proportionnel à la pression.

Les matériaux testés par Figueiredo et al en 2010 sont le Bio-oss, le PepGen P-15 et l'Osteobiol.

Echantillons	Volume d'intrusion (cm ³ .g ⁻¹), (pores <400µm)	Porosité totale(%) (pores <400 µm)	Porosité intra-particulaire (%) (pores<1µm)
Bio-Oss	0,546	63,5	51
Pep-Gen P15	0,308	49,4	23
OsteoBiol	0,230	33,1	21

Figure 33. Résultats de mesures de porosimétrie au mercure concernant le Bio-Oss, le Pep-Gen P15 et l'OsteoBiol.(Figueiredo et al 2010.)

Le tableau de la figure 33 montre que le Bio-Oss présente une porosité totale (63,5%) proche de celle du Pep-Gen (49,4%) et de l'Osteobiol (33,1%). En revanche, il apparaît une supériorité plus marquée concernant la porosité intraparticulaire pour le Bio-Oss (51%) que pour les deux autres qui, eux, restent très proches (23% et 21%), ce qui démontre donc une microporosité du Bio-Oss plus importante qui peut expliquer que ce matériau puisse être plus performant en termes d'adhésion cellulaire.

La surface spécifique : Elle est donnée en m²/g et est calculée par absorption gazeuse ; elle correspond au volume de gaz nécessaire pour recouvrir la totalité du matériau et traduit le lien intime avec l'environnement, les cellules et le sang.

Les matériaux testés ici sont du Bio-Oss, du Pep-Gen, de l'Osteobiol et du Biocoral.

Echantillons	Surface spécifique (m ² g ⁻¹)
Bio-oss	59,7 – 79,7
Pep-Gen P15	1,72
OsteoBiol	42,4
Biocoral	0,26

Figure 34. Surface spécifique calculée pour le Bio-Oss, le Pep-Gen P15, l'Osteobiol et le Biocoral.

Les valeurs mesurées reflètent l'origine tissulaire des matériaux. Le Pep-Gen et le Biocoral présentent des valeurs d'absorption bien inférieures au Bio-Oss ou à l'Ostéobiol car, ici encore, leur très faible porosité est mise en évidence, le Biocoral étant à base de corail et Pep-Gen 15 de nature corticale (os cortical) avec une porosité très modifiée par les traitements à haute température.

Le Bio-Oss (100% os spongieux) montre la plus haute valeur et l'Ostéobiol (80% spongieux) présente une valeur inférieure.

Tous ces tests permettent une différenciation assez appréciable sur le critère de la porosité des différents matériaux mais ne permettent pas d'évaluer ni de distinguer le comportement mécanique de chacun, critère pourtant indispensable au choix du matériau par le praticien en fonction des différentes situations cliniques qu'il peut rencontrer.

3.1.5 Analyse morphologique

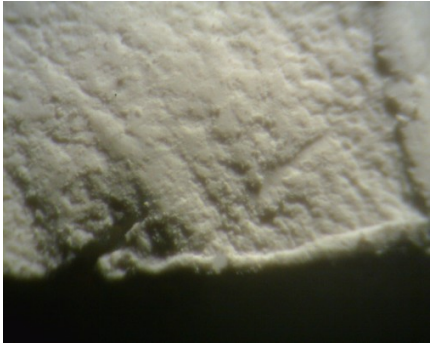
Une approche morphologique a été réalisée au laboratoire avec de nombreux substituts osseux d'origines variées ayant des présentations sous forme de poudres ou de blocs. Pour cela, nous avons observé différents échantillons au microscope optique, celui-ci étant relié à une caméra nous a donné les images suivantes.

Nous constatons que la différence de morphologie entre les matériaux est cette fois-ci très marquée, contrairement aux résultats obtenus lors des tests analysés précédemment dans la littérature. Il résulte donc par conséquent des variations également très importantes du comportement cinétique de ces différentes particules, comme lors du tassement du matériau, dans la stabilité obtenue après comblement, des capacités de chaque matériau à s'appliquer contre une membrane ou des points de suture sans les endommager (certaines particules peuvent s'avérer très coupantes et être à l'origine de lésions voire de perforations des membranes sinusiennes ou de la rupture de points de suture).

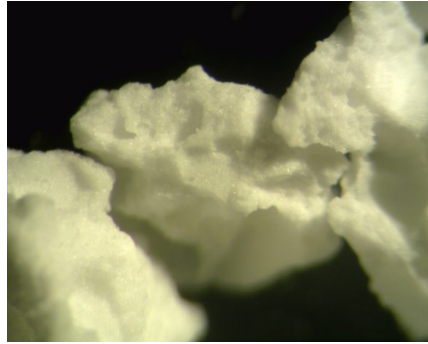
Ainsi, nous pouvons observer des particules aux contours très saillants, voire coupants, comme dans le cas du Puros (allogreffe d'origine humaine), du Bio-Oss (hydroxyapatite d'origine bovine) ou de l'Osteobiol (hydroxyapatite et collagène d'origine porcine) en opposition à des morphologies très arrondies comme le Biobase (alpha-TCP synthétique) ou le SBS (60% hydroxyapatite et 40% PTC synthétique)

Pour compléter cette étude morphologique, nous avons opté pour une observation à l'AFM (Atomic Force Microscopy) qui est un microscope à sonde locale qui se base sur les interactions entre l'échantillon et une pointe montée sur un micro-levier. La résolution verticale est de l'ordre de l'Angström (donc au niveau de l'atome)

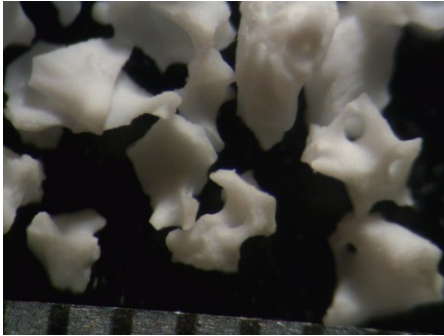
Les images obtenues sont reconstruites tridimensionnellement et les analyses par traitement d'images nous permettent d'étudier précisément l'état de surface et sont très éloquentes quant à la porosité du matériau (Bio-Oss), hélas il ne nous est pas possible d'enregistrer d'autres images sur les autres matériaux testés pour des raisons d'instabilité des particules ne permettant pas, à ce niveau de grossissement, une stabilisation de l'image.



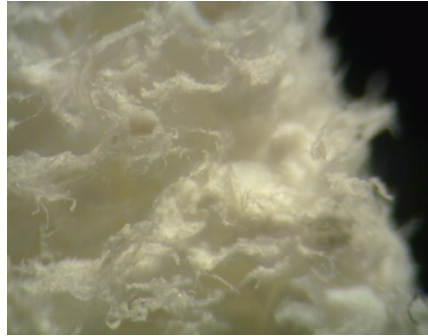
BioApatite HA®



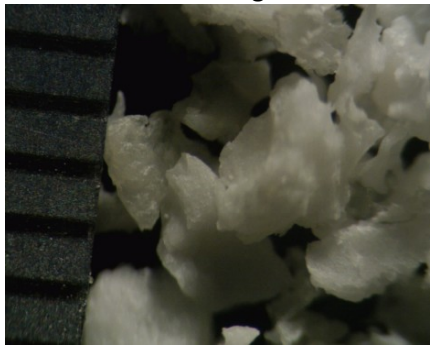
Biobase® - α -TCP Synthétique



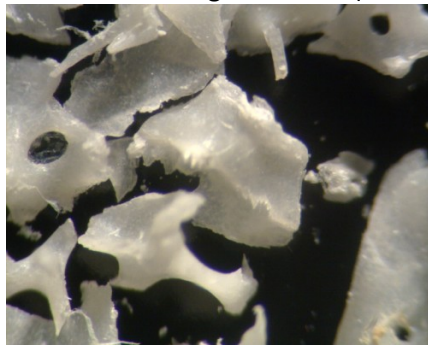
BioOSS – HA d'origine Bovine



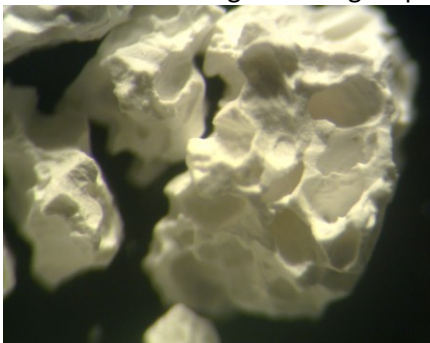
BioOSS – HA d'origine Bovine (zoom)



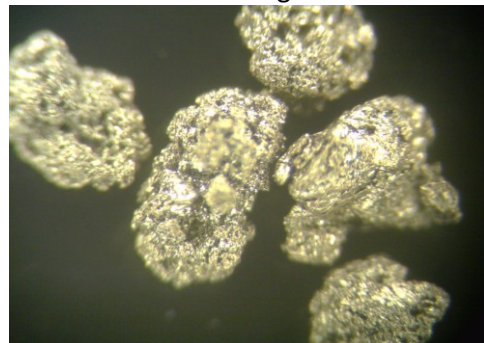
OstéoBio® – HA + collagène d'origine porcine



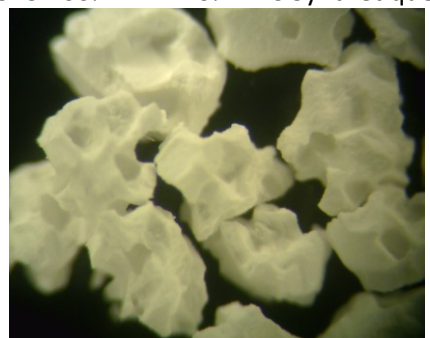
Puros® allogreffe



SBS - 60% HA + 40% PTC Synthétique



Tigran - Titane



Graftys – céramique biphasée 60%/40%

Figure 35. Morphologie des substituts osseux

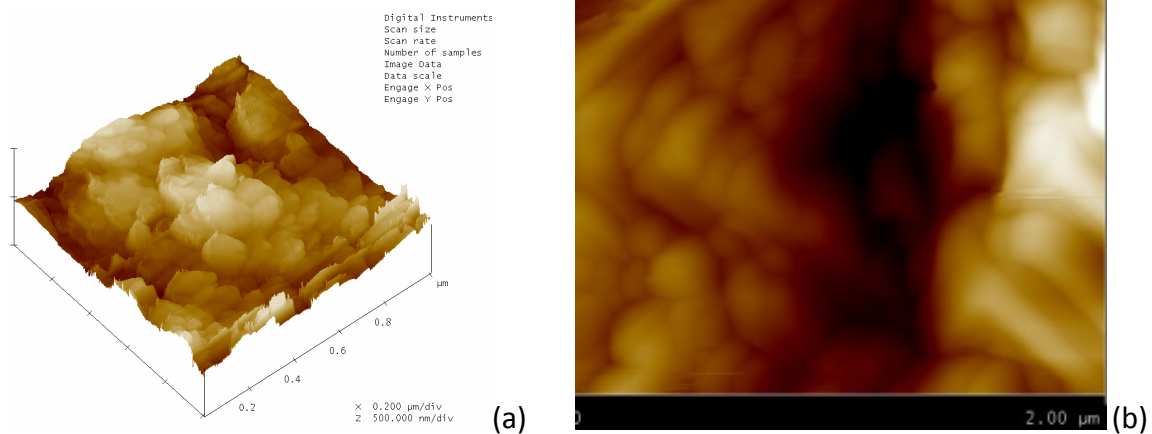


Figure 36. Images obtenues par AFM de la surface de plusieurs échantillons de substituts osseux. (a) Image d'un échantillon de Bio-Oss, (b) Image d'un échantillon d'apatite.

3.1.6 Essais de compaction

Afin de mieux appréhender les différences de comportement mécanique entre les matériaux, nous avons complété notre étude microscopique par un test de compaction. Pour cela, il a été fabriqué au laboratoire un creuset cylindrique dans lequel les poudres sont placées après avoir été pesées. Puis un piston est positionné au contact du matériau. Un capteur de pression est relié à une machine qui presse le piston à vitesse très lente et enregistre la force appliquée jusqu'à stabilisation complète.

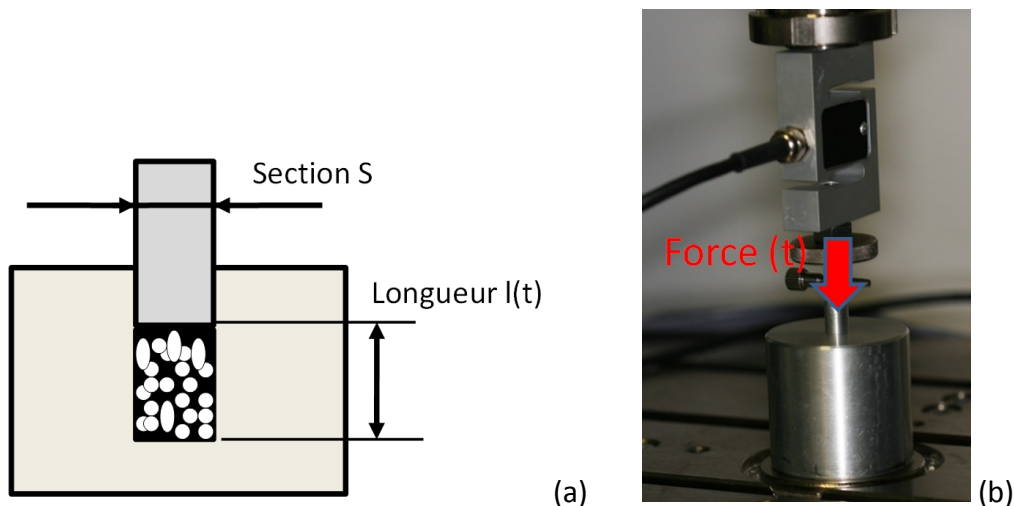


Figure 37. Montage expérimental pour essai de compaction. a) schéma du montage en coupe où l représente la longueur occupée par le matériau dans le piston, b) creuset métallique et tige permettant la compaction, adaptation du système de compaction sur la cellule d'effort.

La définition de la compaction $C(t)$ est donnée par :

$$C(t) = \frac{l_0 - l(t)}{l_0} \quad (3.1)$$

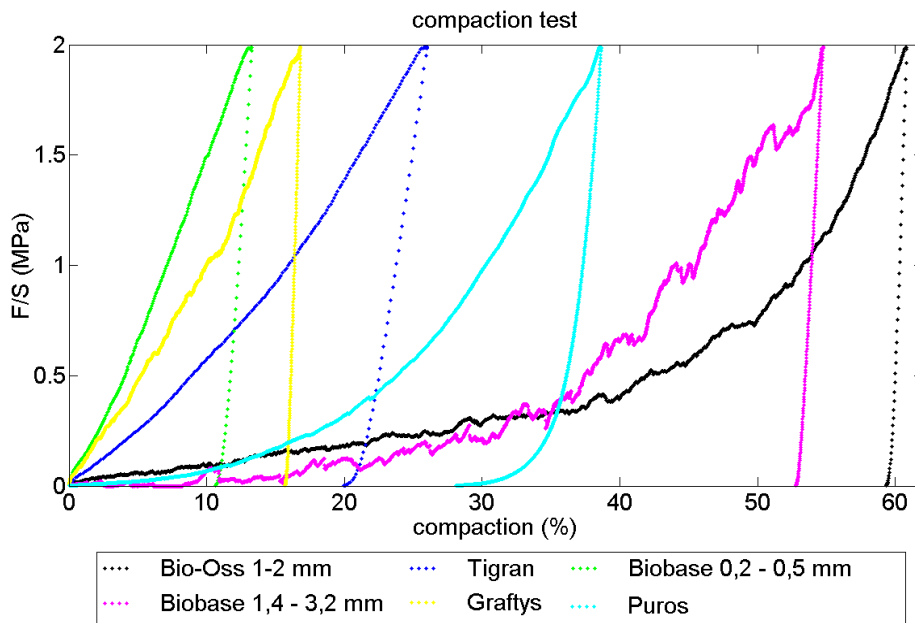


Figure 38. Courbes de compaction de plusieurs matériaux de comblement.

Nous observons alors de très grandes disparités de compaction allant de 10% de compaction moyenne pour le Biobase (alpha-TCP synthétique) à 60% de compaction pour le Bio-Oss (hydroxyapatite d'origine bovine). Ces différences de comportement sont à la fois dues aux formes particulières des particules, qui peuvent se coapter différemment, notamment dans le cas des particules très anguleuses comme le Bio-Oss et le Puros, (os humain) mais également par le morcellement de certaines particules sous la force de pression exercée, comme le Biobase 1,4-3,2 mm qui se compacte à plus de 50% quand le même matériau en dimensions 0,2-0,5 mm ne donne à peine que 10% de compaction.

A la lumière de ces résultats, selon la situation clinique, il est donc indispensable d'optimiser le choix du matériau pour l'obtention des meilleurs résultats cliniques.

Sur la figure 39 ci après, après extraction de deux incisives latérales maxillaires, laissant deux alvéoles inhabitées comprenant encore trois parois osseuses, ont été implantées en post-extractionnel et comblées par un matériau conditionné sous forme de billes et contenu de surcroît par une membrane collagène résorbable. Cette intervention effectuée en 2006 donne un résultat parfaitement satisfaisant lors de la dernière image faite en 2011.



Figure 39. réhabilitation de deux incisives latérales maxillaires par thérapeutique de comblement osseux et implantaire post-extractionnelle. a) vue clinique occlusale du site 12 après avulsion de la dent, mise en place de l'implant et comblement au Cerasorb®, b) vue occlusale identique au niveau de la dent contro-latérale (22), c) et d) vues cliniques à 6 ans post-opératoires en visite de maintenance.

De la même manière, sur la figure 40, un nouveau cas où le patient souhaite privilégier la conservation de la couronne. Une intervention par lambeau d'épaisseur totale est effectuée avec un curetage du granulome inter-radicaire et un comblement par du Bio-Oss, ici encore contenu par les parois de la lésion.

Il apparaît une excellente stabilité et intégration du matériau lorsque les parois osseuses sont toujours présentes, ce qui laisse au praticien un choix très large dans le matériau de comblement.

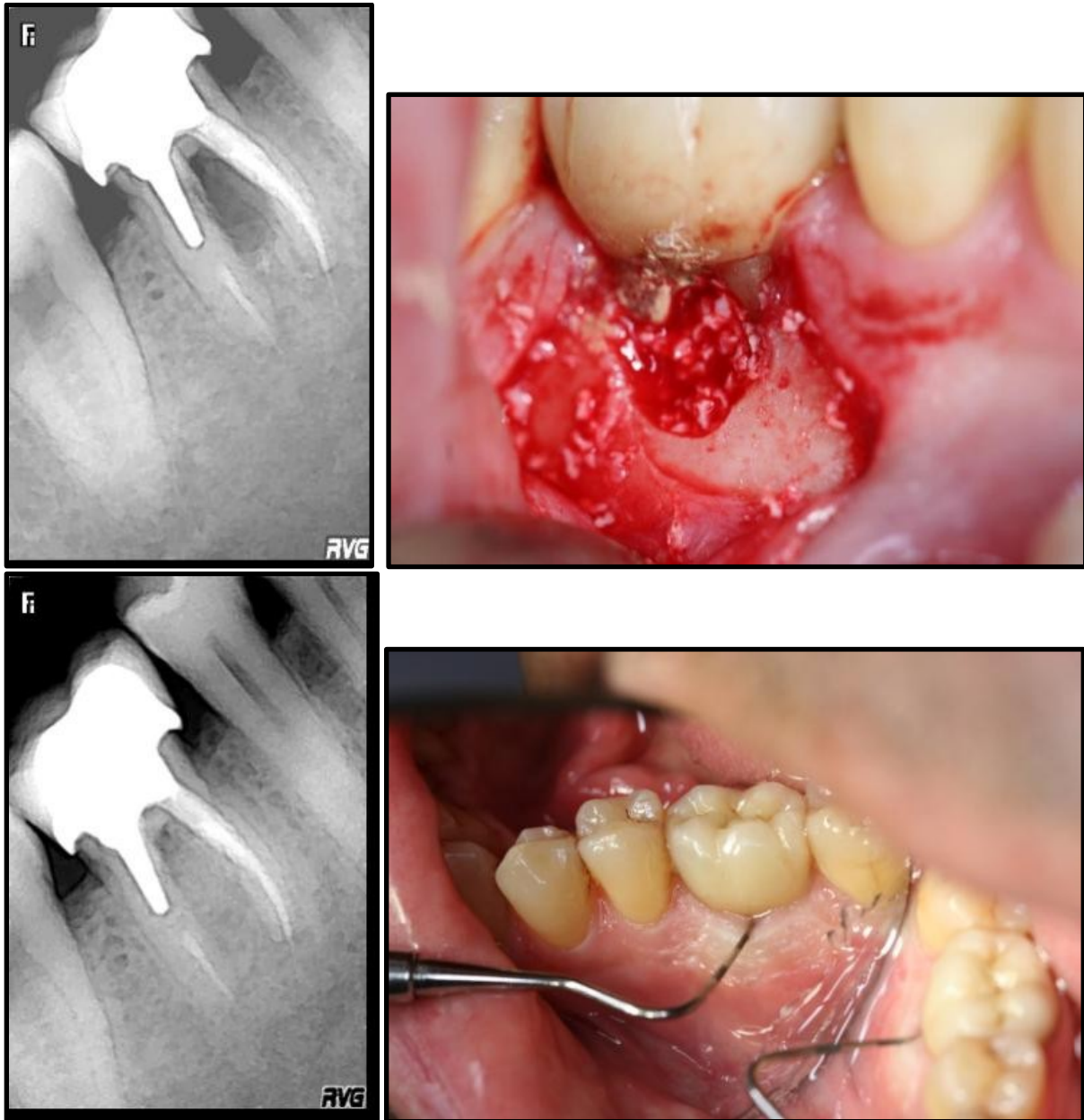


Figure 40. Evolution d'un cas de reconstruction inter-radulaire sur 10 ans. a) radiographie préopératoire, b) comblement per-opératoire au Bio-Oss®, c) radiographie de contrôle à 5 ans post-opératoires, d) sondage asymptomatique à 5 ans post-opératoires.

En revanche, dans ce cas clinique de sinuslift (figure 41) où le matériau doit être positionné dans une zone précise mais soumise à la pression sinusienne et à la pente osseuse, il a été indispensable d'opter pour un matériau très stable et compactable (Bio-Oss) pour un résultat optimal.

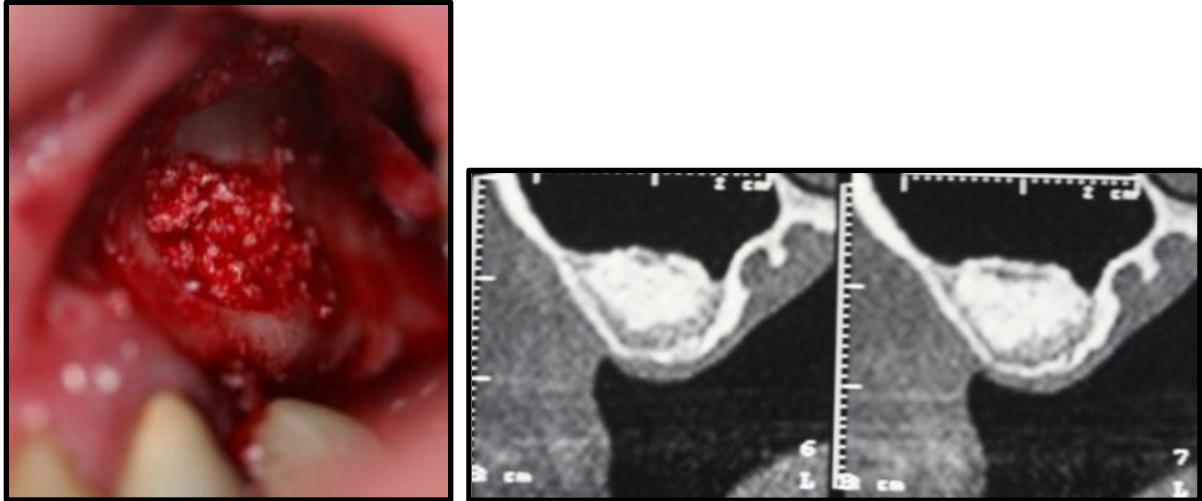


Figure 41. Cas clinique de sinuslift au Bio-Oss®. a) vue clinique vestibulaire du volet latéral maxillaire et du matériau de comblement, b) vues radiologiques sagittales à 6 mois post-opératoires.

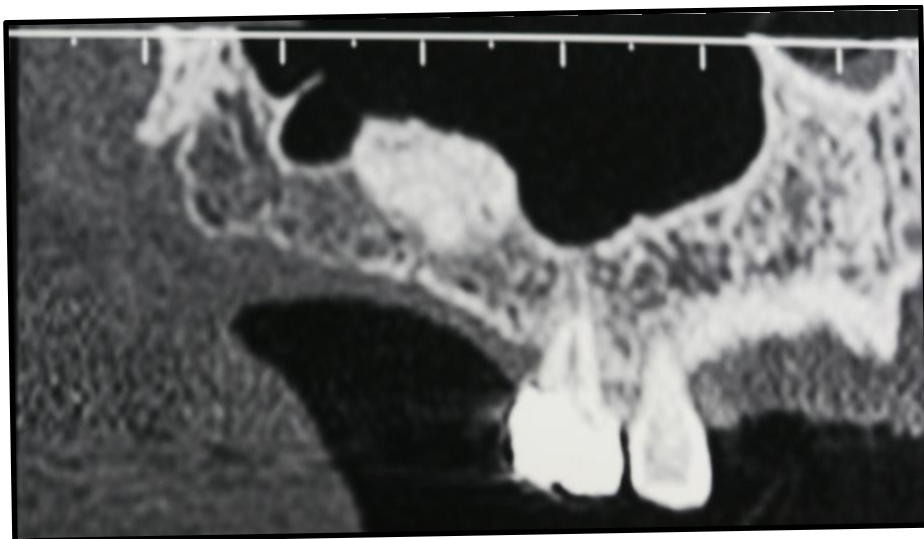


Figure 42. Cas clinique de sinuslift comblé au Bio-Oss : vue radiologique frontale à 6 mois post-opératoires et stabilisation parfaite de la greffe soumise à la pente maxillaire et la pression sinusienne

3.2 Evaluation de la mobilité au sein du complexe implantaire

3.2.1 Contraintes observées

La structure implantaire est soumise aux mêmes contraintes que les organes dentaires à savoir, pour l'essentiel, la mastication.

Une dent naturelle répond aux contraintes de façon homogène, l'implant quant à lui, ne peut offrir autant de souplesse ni d'adaptabilité car il est en prise directe avec la structure osseuse grâce au phénomène d'ostéointégration, qui a pour conséquence un comportement

analogue à une dent ankylosée (soudée à l'os). Ainsi, la transmission des contraintes au niveau de l'implant ne bénéficie pas de l'amorti d'un ligament desmodontal, la suprastructure devient donc le seul « fusible » de ce système à plusieurs étages.

Les forces agissant sur le complexe implantaire peuvent être schématisées par des forces strictement axiales (absolute axial loading AL), des forces axiales déplacées latéralement (laterally positioned axial loading LL) et des forces obliques (oblique loading OL) (Saime Sahin, Murat C. Cehreli, Emine Yalçin 2002), schématisées dans la figure 43 dans un contexte de prothèse transvissée, c'est-à-dire comportant trois étages transvissés entre eux, à la différence des prothèses scellées ou collées où la prothèse recouvrant le complexe implantaire est construite comme une couronne dentaire traditionnelle et repose sur le pilier prothétique comme sur une dent taillée.

Toutes ces forces créent des pressions, des tensions et des moments de forces, entraînant une contrainte défavorable aux niveaux de la vis de fixation (en or dans cette étude), de la prothèse transvissée (gold screw : g), de la vis de maintien de la plateforme prothétique (abutment screw : a) et enfin de l'implant lui-même ainsi que de son environnement (i).

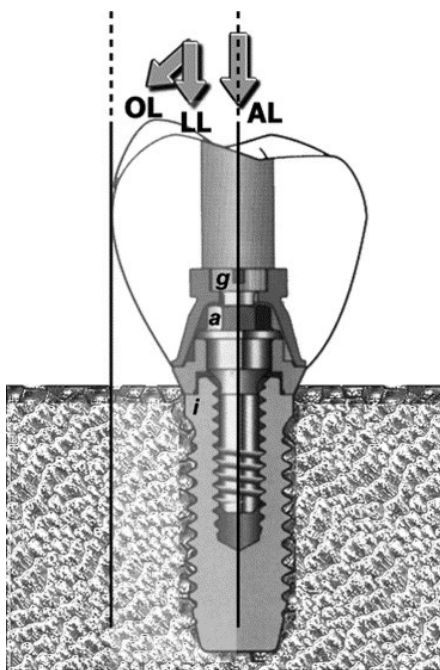


Figure 43. Sollicitations mécaniques sur structure implantaire

3.2.2 Formation d'un hiatus sous contrainte

On peut observer le hiatus apparaissant sous contrainte et distinguer l'infiltration salivaire résultante, essentiellement au niveau de la jonction implant-pilier prothétique. Cette infiltration entraîne avec elle des colonies de bactéries qui tenteront de se loger dans les structures inaccessibles aux techniques d'hygiène et de se développer, entraînant par là une

inflammation gingivale d'abord et osseuse ensuite.... La perte osseuse qui s'ensuit constitue pour le clinicien un échec thérapeutique.

La force moyenne développée par les forces masticatrices varie de 10 à 200 N (DeLong et Douglas, 1983). Rapportée à un volume partiel d'une dent, cela peut représenter des pressions allant jusqu'à 200 MPa sur une cuspide molaire par exemple.

Les études, menées récemment par le chercheur allemand Holger Zipprich, démontrent la variabilité très large de mobilité de la connectique implantaire soumise à un effort similaire à celui engendré par la mastication. (Holger Zipprich, Paul Weigl 2007)

En effet, plusieurs implants de différentes marques sont assemblés à une pièce prothétique surmontée d'une sphère métallique dans les conditions préconisées par le fabricant (ajustage de la connectique, couple de serrage).

La sphère métallique reproduit une surface cuspidienne sur laquelle toute force masticatoire appliquée peut être représentée par un vecteur de force qui se décompose en une somme de plusieurs forces et torques :

- Un vecteur de force correspondant à l'axe de l'implant
- Un vecteur de force perpendiculaire au 1^{er}
- Un dernier vecteur de force perpendiculaire aux 2 autres
- Trois torques axés sur chacun des axes de forces précédentes



Figure 44. Formation d'un hiatus sous contrainte (source : Weigl - <http://www.kgu.de/zzmk/werkstoffkunde/>).

L'ensemble implant-pièce prothétique est placé sur un support fixe et rigide en résine (pour son module d'élasticité voisin de l'os) et soumis à un choc oblique qui, pour reproduire au mieux la somme moyenne des pressions subies par les cuspides dentaires (au niveau molaire où la mastication est la plus puissante), fait un angle de 30° avec l'axe de l'implant (Morneburg et al). Les forces sont progressives de 50, 100, 150 et 200 N

L'interface implant-pièce prothétique est filmée sous rayons X afin de déterminer la mobilité obtenue lors du choc en temps réel.

Plusieurs types d'implants sont testés dans cette étude, à savoir :

- SIC
- Replace select (Nobel biocare)
- Camlog
- XIVE
- Straumann synOcta et milling cylinder
- Bego-Semados
- Straumann solid abutment
- Ankylos
- Astra Tech

Pour chaque type d'implant, 5 spécimens sont testés.

Il apparaît que la stabilité de l'ensemble implant-pièce prothétique peut être très perturbée lors du choc produit, mais cela de manière très variable d'un système à l'autre. Là où certains implants ne montrent aucune instabilité, d'autres au contraire laissent apparaître un hiatus très important.

L'auteur (P Weigl), dans une seconde partie de son travail, étudie la pénétration de liquide dans le joint implanto-prothétique lors de la mise en pression. Pour cela, le même dispositif est installé en trempant l'ensemble de l'éprouvette dans une solution radio-opaque dont l'infiltration va donc pouvoir être filmée lors de la manipulation mécanique.

Comme attendu, la pression occlusale, même très courte, suffit amplement à laisser pénétrer le liquide au sein des connectiques les moins stables de l'expérience (hexagone interne et « tube in tube »)

Or, c'est lors de cette pénétration de liquide dans la jonction mécanique entre les deux structures, (donnant là une image parfaitement fidèle du comportement de la salive dans une telle situation in vivo) que les bactéries et autres germes salivaires sont entraînés au sein de la connectique et ne pourront en être délogés, créant là un véritable foyer bactérien captif et abrité, entraînant la destruction des tissus vivants environnants par des phénomènes inflammatoires et des processus de destruction gingivale et osseuse associés.

Cette perte osseuse est extrêmement grave pour la survie de l'implant dans le site car alors les premières spires implantaires perdent leur environnement osseux, les bactéries trouvent ainsi un site de développement d'où elles deviennent indélogeables et rendent le pronostic de conservation de l'implant à long terme très réservé car elles poursuivent leur progression en direction apicale de l'implant, détruisant au fur et à mesure l'os environnant.

Les implants monoblocs comprenant pièce prothétique et pièce implantaire solidaires dans le même bloc de titane, répondent en partie à cette problématique mais nécessitent un positionnement dans l'axe occlusal.

Hélas, si l'implant peut ne présenter aucune inclinaison dans les trois dimensions de l'espace, justifiant alors l'usage d'implants monoblocs, il reste que le support osseux détermine fréquemment un positionnement implantaire dont l'axe devra être corrigé par la pièce prothétique pour remplir son rôle fonctionnel.

Le prothésiste qui fabriquera la prothèse sur implant devra appuyer sa construction sur un support travaillant dans l'axe de la mastication, il devient alors indispensable de surmonter l'émergence implantaire d'une connectique angulée pouvant corriger un défaut d'angulation inférieur ou égal à 15° sans aucun risque pour la pérennité du complexe implant-prothèse.

3.2.3 Dévissage du pilier prothétique

La seconde problématique liée aux micro-mouvements du pilier prothétique est le dévissage ; en effet, un dévissage va, à terme, être lourd de conséquences entraînant essentiellement deux types de complications :

- la fracture de la vis de transfixation entre l'implant et le pilier prothétique avec pour impératif pour le praticien de réussir à récupérer la vis cassée au sein de l'implant sous peine de condamner l'usage de celui-ci.
- La fracture de l'implant qui devient alors irréparable, donc inutilisable et doit donc être déposé au prix d'une chirurgie très délabrante nécessitant bien souvent de détruire l'os environnant l'implant pour parvenir à le désolidariser de son support (alvéolectomie).

Le dévissage spontané du pilier prothétique, n'est pas immédiatement perceptible par le patient qui ne modifiera en rien sa mastication. Lorsque la mobilité prothétique est perceptible, la situation est déjà très avancée et peut laisser apparaître une fracture de la vis obligeant alors le praticien à tenter de récupérer le morceau de vis cassé, opération délicate en bouche, avec la nécessité absolue de ne pas modifier ou altérer la configuration interne de l'implant.

Ce phénomène de dévissage concerne plus particulièrement les implants porteurs d'une prothèse unitaire, c'est-à-dire, les implants n'entrant pas dans une conception prothétique de type bridge où plusieurs piliers prothétiques sont reliés entre eux par la prothèse rigide qui forme à la fois une poutre et une contention interdisant tout mouvement circulaire. Dans ce contexte de restauration d'une dent unitaire qui représente une indication majeure en pratique clinique, il apparaît un taux de dévissage de 12.7% à 5 ans (Jung RE et coll. 2008). **Malgré ce taux important de défaillance, ce phénomène n'est nullement évoqué par les industriels de sorte qu'aucune technique opératoire ou dispositif ne sont proposés pour y pallier.**

3.2.4 Montage expérimental

Notre étude consiste à reprendre en partie l'expérience du Dr Weigl en reproduisant des éprouvettes similaires (ensemble implant-prothèse) coulées dans une résine dure (résine epoxy) afin de former un socle stable. Celles-ci seront soumises à des forces supérieures à celles relevées plus haut.



Figure 45. Implant Tapered Screw-vent – Zimmer® positionné dans un moule plastique recevant une résine epoxy.

Les socles sont placés sur un plan rigide en résine, incliné à 45° et comportant sur le tiers inférieur de la partie inclinée, deux plots métalliques, perpendiculaires au plan incliné et situés à même hauteur sur le plan avec un écartement suffisant pour bloquer la descente des supports d'implant, tout en les stabilisant également latéralement pour ainsi recevoir sans aucune mobilité, une poussée verticale de 450N. Chaque pièce prothétique est soigneusement transvissée dans les conditions recommandées par les fabricants à l'aide d'une clé dynamométrique (couple de serrage variable d'un fabricant à l'autre).

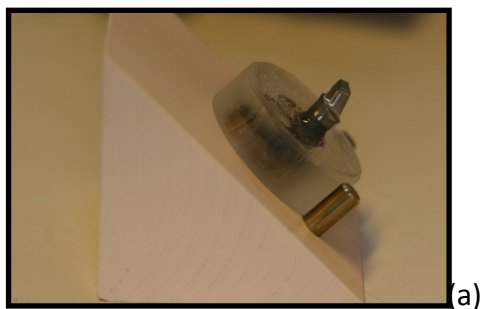


Figure 46. Socle incliné à 45° comportant deux tiges métalliques permettant le calage en pression verticale des échantillons. a) vue de profil, b) vue de face.

Plusieurs types d'implants sont testés, à savoir :

- **Implants Zimmer** (connectique en hexagone interne) :
- 3 implants de diamètres différents, 3 piliers prothétiques droits et angulés
- **Implants Tekka** (connectique en cône morse avec indexation hexagonale)
- **Implants Astra**(connectique en cône morse avec indexation à 12 pans)

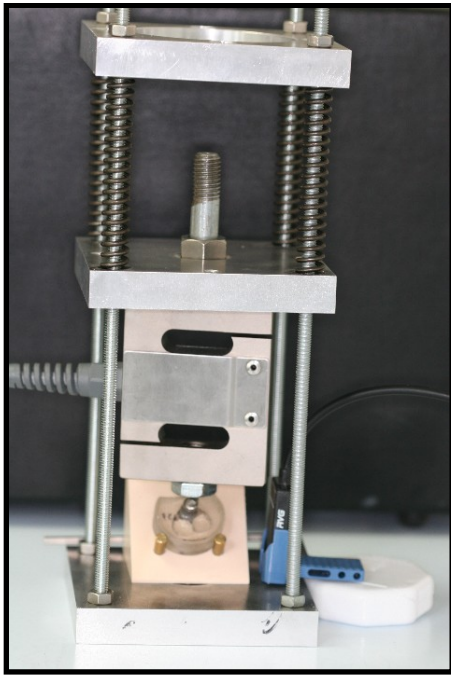
Le plan incliné est installé sous une presse constituée de quatre ressorts reliés à un socle métallique et compressibles par action manuelle de vissage. La partie active en contact avec l'extrémité implantaire et qui applique la pression est reliée à un capteur de pression.

Un capteur de radiovisiographie numérique est installé parfaitement perpendiculairement au montage avec un focus centré sur la jonction implant-pièce prothétique (siège de la connectique) et le générateur de rayons X est lui aussi positionné perpendiculairement au montage, du côté opposé.

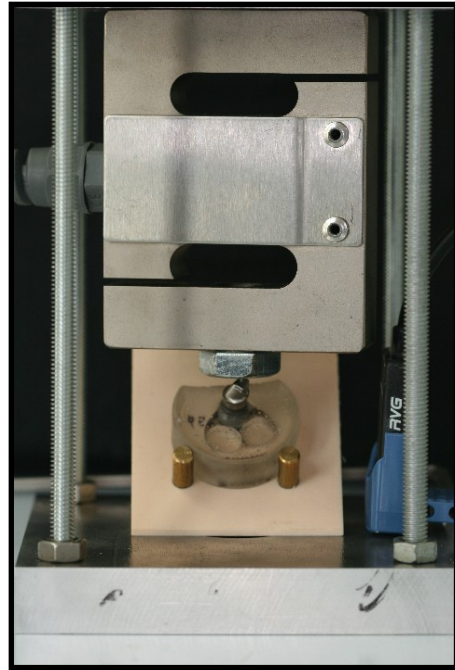
La source de rayonnement est modifiable en intensité de rayonnement afin d'obtenir une image optimale du montage en titane, le contraste de l'image numérique obtenue est également paramétrable.

Les clichés radiographiques sont pris successivement avec des augmentations de la force de pression par tranches de 50N. L'ensemble des clichés est synthétisé en plusieurs films retraçant les instabilités respectives des connectiques. La force de pression exercée sur les piliers implantaires est supérieure à celle qui était décrite dans l'expérience de P Weigl, et l'angle formé par la force et le grand axe du complexe implant-prothèse est de 45° donc là également beaucoup plus important que celui choisi dans l'expérience sus-citée (l'angle était alors de 30°).

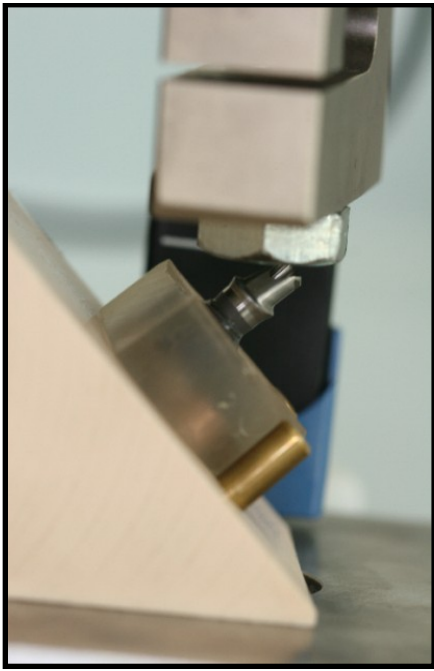
Ainsi, nous choisissons d'exercer une pression deux fois plus forte selon un axe plus incliné sur les piliers prothétiques, cela afin de nous approcher d'une éventuelle rupture de connectique, de pilier ou d'implant et d'en éprouver donc à la fois la stabilité mais également la solidité.



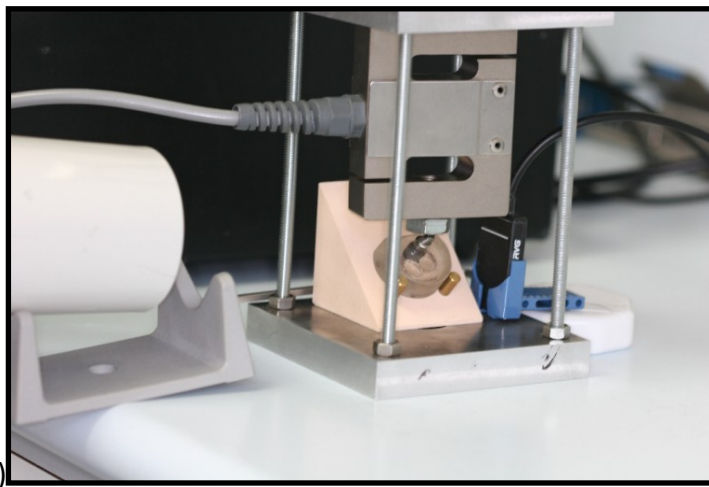
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure 47. Montage expérimental de sollicitation des implants par une force appliquée à 45° de l'axe implanto-prothétique. a) et b) vues de face du montage expérimental, c) vue de profil, d) mise en place du cône de radiographie perpendiculairement à l'axe du complexe implanto-prothétique et du capteur RVG.

3.2.5 Résultats et interprétation

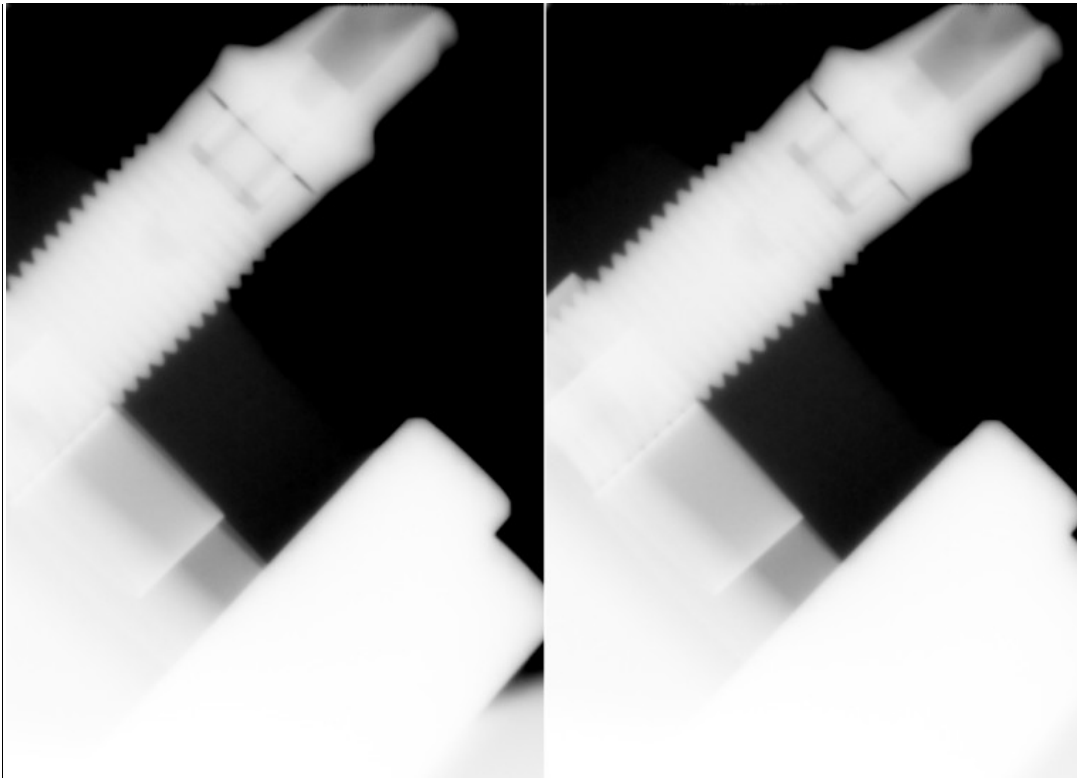


Figure 48. Implant Zimmer chargé. a) chargement à 0N, b) chargement à 400N.

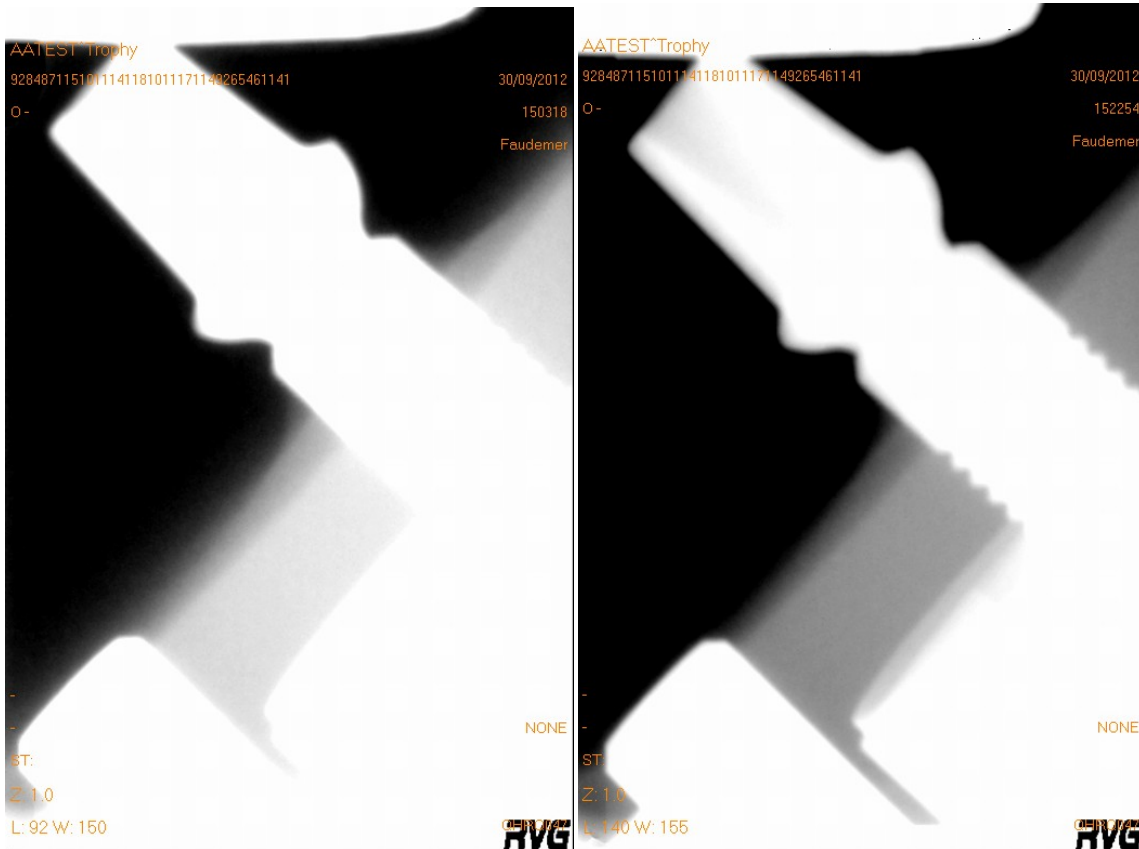


Figure 49. Implant Astra chargé. a) chargement à 0N, b) chargement à 400N.

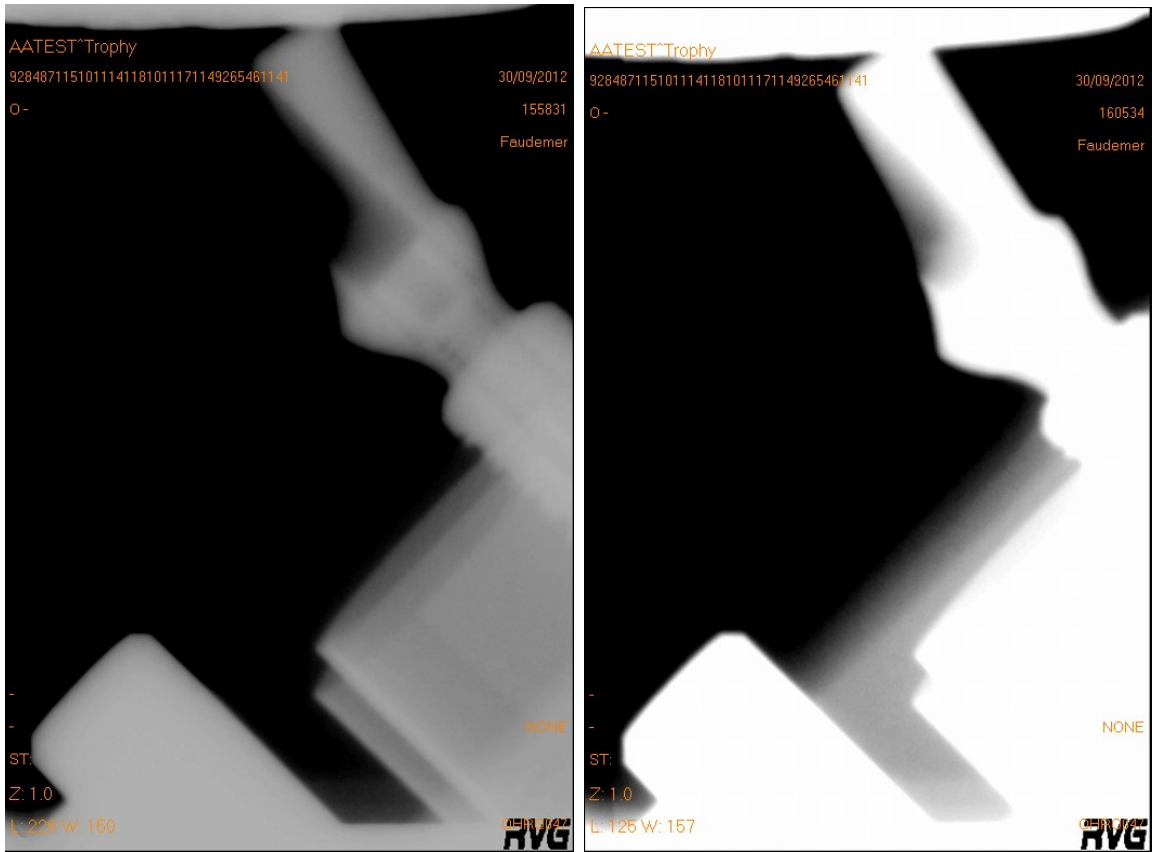


Figure 50. Implant In Kone chargé. a) chargement à 0N, b) chargement à 400N.

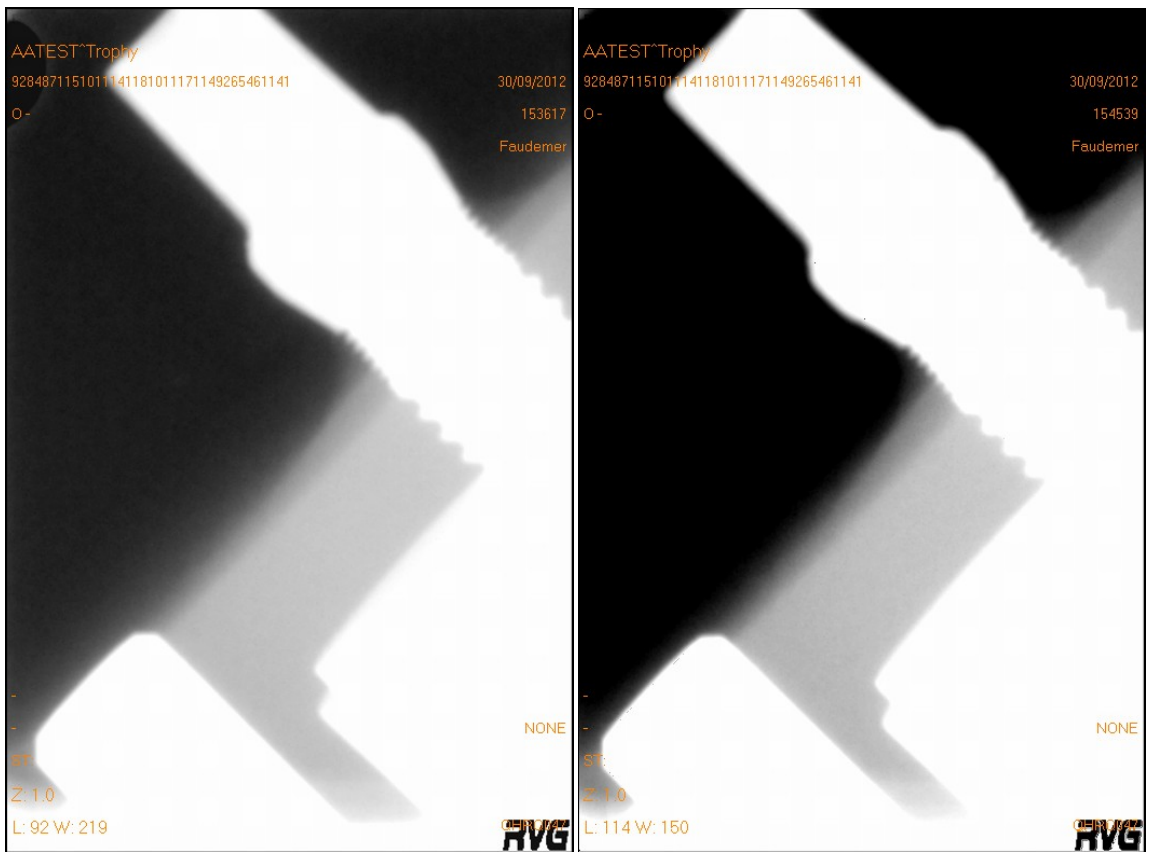


Figure 51. Implant Progress chargé. a) chargement à 0N, b) chargement à 400N.

Lors de la collection des images résultantes, nous réglons les paramètres radiologiques afin d'obtenir une image la plus lisible de la zone connectique dissimulée dans les épaisseurs métalliques radioopaques. Le support, fixé au plan de travail, permet une superposition très satisfaisante des images obtenues. De plus, ici, contrairement à l'expérience menée par l'équipe allemande dont l'impact sur le pilier prothétique est filmé, les forces sont maintenues et augmentées (par tranches de 50N) entre chaque cliché afin d'obtenir l'image très précise de l'ensemble soumis à un effort donné.

Les images obtenues dans nos tests permettent de distinguer plusieurs différences entre les implants testés. Il apparaît comme le montrait déjà l'étude de P Weigl une grande stabilité des connectiques en cône morse qui ne laissent supposer visuellement aucun mouvement de déconnexion entre l'implant et le pilier prothétique. C'est le cas des implants Astra et Tekka (modèle in-kone).

Toutefois, il est important de souligner que cette analyse n'est basée que sur les images radiologiques, elle ne peut donc être que qualitative et sa précision limitée à l'interprétation visuelle. Mais de même, un léger mouvement ne suffit pas à conclure qu'il y a formation d'un hiatus car il convient de prendre en compte la flexion des matériaux.

Concernant les connectiques dites « à plat », c'est-à-dire ne faisant pas intervenir de cône morse mais plutôt une connectique hexagonale, il semble que le tapered screw-vent (société Zimmer) remplisse parfaitement son rôle de stabilité de l'hexagone ainsi que la solidité globale du complexe implantaire, ce qui fût une surprise car, après lecture de l'article du Dr Weigl, nous pouvions raisonnablement envisager une grande instabilité du complexe. Cela nous laisse penser que certains progrès technologiques ont vu le jour dans la conception de l'implant. Il reste toutefois l'hypothèse selon laquelle les tests allemands font intervenir un protocole expérimental comprenant un grossissement extrêmement important dans la zone de jonction. Nous restons donc prudents quant à l'interprétation qui peut être faite des images ainsi diffusées.

Enfin, concernant l'implant Tekka à connectique hexagonale (progress), les images montrent très nettement un hiatus important se formant sous contrainte, ce qui peut nous amener à craindre une infiltration bactérienne caractérisée en milieu salivaire.

Cependant, nous notons qu'aucun pilier prothétique ne cède sous la pression, les implants demeurent totalement stables et nous ne notons aucune déformation après retour à la pression nulle. Il apparaît donc que la solidité des complexes est comparable et pourrait accepter des forces de rupture extrêmement importantes mais que la connectique, point faible du complexe implanto-prothétique réagit de manières diverses aux pressions exercées.

3.3 Evaluation comparative de polymères dentaires

3.3.1 Intérêts de l'usage d'une colle

L'étude de Paul Weigl a démontré la pénétration massive de salive dans le joint implanto-prothétique lors des mouvements masticatoires ainsi que des mouvements de la pièce prothétique créant une instabilité de l'ensemble favorisant le dévissage et donc la rupture annoncée de la vis.

Lorsque le praticien est confronté à un dévissage sur une prothèse implanto-portée, quelle peut être la garantie d'une stabilité après revissage ? Si l'implant est parfaitement ostéointégré, il devient inenvisageable de déposer celui-ci en conscience du risque de délabrement osseux que cette intervention peut comporter.

Les colles dentaires peuvent-elles apporter leur contribution à résoudre ce grave problème clinique ? Peut-on envisager l'utilisation de la colle, à l'instar de l'aéronautique, pour bloquer une vis implantaire ? Peut-on imaginer que la colle puisse servir de joint souple en barrage à l'infiltration salivaire lorsqu'une connectique semble défaillante ?

Dans cette partie de notre étude, nous comparerons plusieurs polymères dentaires choisis parmi les plus utilisés chez les praticiens. Cette comparaison purement mécanique vise à déterminer quelle colle serait la mieux susceptible de remplir les conditions de résistance et de souplesse nécessaires au blocage d'une vis et à l'herméticité d'un joint collé. Ces deux fonctions étant généralement contradictoires pour un polymère donné, cela pourrait nous amener à proposer deux colles différentes pour assurer les deux fonctions.

3.3.2 Evaluation de la résistance sous sollicitation de tension – « tack test »

L'objectif de ces essais est d'évaluer la résistance mécanique d'adhésifs dentaires, exprimés sous forme de contrainte à rupture.

Cette quantité détermine la force maximale applicable au complexe formé. Elle n'est cependant pas intrinsèque de la colle mais dépend de l'ensemble des éléments de la liaison collée (i.e. les deux substrats, la colle, le procédé d'assemblage).

Dans ce travail, nous avons mené une étude comparative des adhésifs dentaire pour l'assemblage de céramiques feldspathiques sur des substrats titanes (Ta6V4), en adoptant le protocole (« gamme ») de collage indiqué sur les fiches produit.

3.3.2.1 Matériel et substrats

- **Le titane (Ta6V4)**

Ce matériau possède une très faible densité, une excellente biocompatibilité ainsi qu'un faible module d'élasticité et une résistance mécanique élevée.

Il constitue une solution de choix pour la fabrication de la plupart des implants dentaires. Le titane pour application médicale est de type ELI.

Pour cette étude, nous nous sommes approvisionnés auprès de la société ACNIS, et avons utilisé un titane du type TA6V Grade 5 SVT ASTM B265 (Acnis int., Villeurbanne, France). La composition et les caractéristiques sommaires indiquées dans la fiche matériau sont données dans le tableau ci-dessous.

Al	V	C	Fe	H	N	O	Ti
5,5 à 6,75	4,5 à 4,5	<0,01	<0,4	<0,015	<0,05	<0,2	Base
R _m (MPa)	1000						
Re (MPa)	910						

Tableau 1. Composition et caractéristiques du TA6V

Deux plaques ont été approvisionnées : une première d'épaisseur 10mm, et une seconde d'épaisseur 2,03mm.

La plaque d'épaisseur 10 mm a été découpée au laser, en blocs de largeur 30 mm, de longueur 110mm.

Pour cette campagne de test, la surface des blocs de titane a été dépolie par sablage de façon également à accroître sa rugosité et favoriser l'ancrage mécanique de la colle. Pour cela une cabine de sablage manuelle (Guyson Formula, 1400) a été utilisée, les blocs étant maintenus à une distance de ≈ 50 mm et orientés à $\approx 30^\circ$ de la direction du jet. Une pression de sablage de 4bar et une buse de type Guyson P400 de 8mm ont été utilisées pour projeter des particules d'alumine (Al₂O₃ – white corundum) F80. Ces particules ont un diamètre compris entre 140 et 212 μ m et une dureté comprise entre 1900 et 2300 kg/mm².

Lorsqu'un état de surface visuellement homogène est obtenu, les blocs sont nettoyés à la brosse sous eau claire et savon afin d'en éliminer les impuretés et graisses qui se déposent lors du sablage. Ils sont ensuite placés dans un bain d'éthanol à 95%, lui-même plongé dans un bac à ultrasons (f=35KHz) durant 4min. Enfin, ils sont nettoyés à l'acétone puis séchés au pistolet à air chaud.

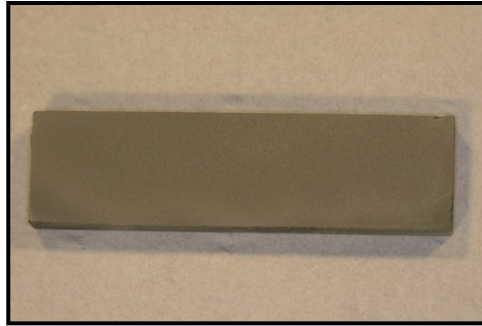


Figure 52. Bloc de titane sablé utilisé pour l'étude – dimensions 30x110x10 mm³.

- **La céramique feldspathique**

C'est une céramique qui présente des caractéristiques de translucidité et de mimétisme qui en font le matériau de choix pour la cosmétique prothétique. Choisie préférentiellement dans les restaurations antérieures en céramique collée (type facettes) ainsi que dans la partie cosmétique des prothèses dentaires à armature métallique ou zircone.

Pour notre étude, nous avons employé des matériaux de la société Sirona qui propose à travers son système InLab , une solution complète de CFAO (Conception et Fabrication Assistée par Ordinateur) pour la réalisation de prothèses de restauration dentaire.

Ces dernières sont fabriquées par fraisage 4 axes de blocs de céramique dont les chutes sont récupérées pour nos tests mécaniques. Ils se présentent sous forme de parallélépipèdes fixés par collage sur un support métallique qui permet leur préhension dans la broche de la machine à commande numérique utilisée pour l'usinage.

Ce procédé de fabrication (CEREC) permet un usinage de grande précision de plots de céramique parfaitement homogènes (fabriqués industriellement) quand la fabrication traditionnelle (chez le prothésiste dentaire) fait encore appel à la stratification manuelle et la cuisson de la céramique.

Les cubes ont des dimensions variables en épaisseur, leur longueur varie entre 11.5 mm et 12.8mm, la largeur entre 9.2 mm et 10.9 mm (cf. figure 52). Le système d'amarrage, que nous exploiterons lors de nos essais mécaniques, se compose d'une tige où est ménagée une gorge et centrée sur un disque dans une configuration classique centrage court appui plan (visible sur la figure 53 b). Deux rainures permettent l'indexation et l'orientation du bloc dans le montage.

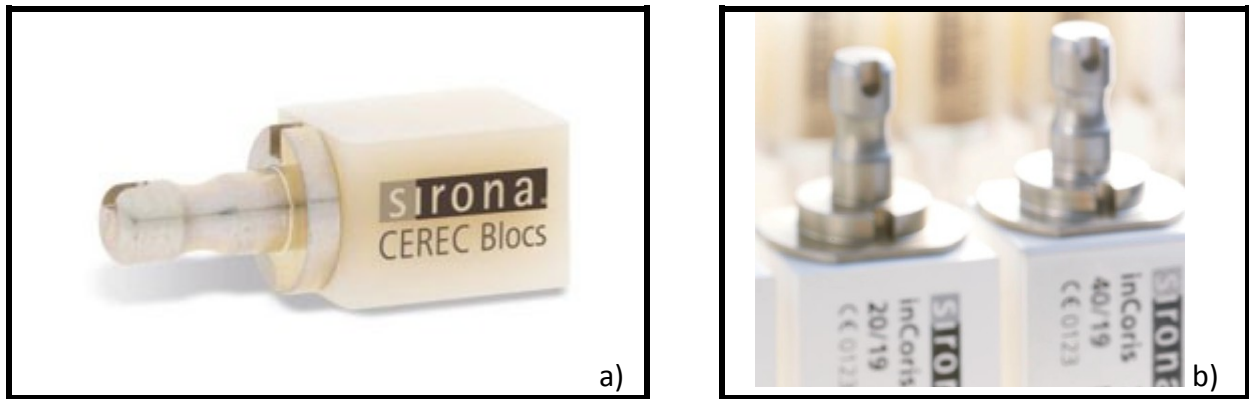


Figure 53. Bloc de céramique feldspathiques du système CEREC. a) vue d'ensemble, b) système de préhension

Dans le tableau 2 sont rappelées les compositions et caractéristiques des céramiques CEREC, telles que figurant dans la documentation technique du fournisseur.

SiO ₂ (%w)	Al ₂ O ₃ (%w)	Na ₂ O (%w)	K ₂ O (%w)	CaO (%w)	TiO ₂ (%w)
56-64	20-23	6-9	6-8	0,3-0,6	0,0-0,1
densité	2,44 g/cm ³				
Résistance en flexion (après usinage)	113MPa				
Ténacité	1,6MPa.√m				
Module D'Young	45GPa				
Taux cristallinité	≈30% volume				

Tableau 2. Caractéristiques de la céramique feldspathique

Avant de procéder au collage des blocs de céramique sur le titane, leur surface doit être aplanie selon un protocole similaire à celui utilisé pour l'usinage des blocs.

Pour cela, on dresse les surfaces par polissage mécanique selon le protocole décrit ci-dessous au moyen d'un système de polissage et prépolissage Struers / Tegrapol.

Un plateau de polissage permettant la préhension de 12 échantillons est employé, les échantillons étant placés dans des cylindres percés d'un trou au diamètre de l'axe et d'un épaulement au diamètre du disque. L'ensemble est maintenu lors du polissage par la pression exercée durant le polissage mais également par un mastic placé dans le perçage. Ce montage assure une bonne perpendicularité de l'axe par rapport à la surface polie.



Figure 54. Mise en place des blocs de CEREC dans le plateau de polissage.

La gamme de polissage est choisie de façon à s'approcher des conditions d'usinage de la céramique et se conformer à l'état de surface prothétique. En effet, l'usinage est effectué au moyen d'outils meule diamantée (40 μ m). Les contraintes à rupture des céramiques CEREC mesurées lors d'essai de flexion 3 points montrent un abattement de 25% (cf. notice technique) suite aux opérations d'usinage, ce qui indique que le procédé crée des défauts sous forme d'amorce de rupture à la surface du matériau.

Le polissage est effectué en utilisant le protocole suivant :

La surface est dressée lors d'une étape de prépolissage effectuée au papier abrasif P80 (taille particules 201 μ m) durant 4 min sous lubrification à l'eau. La force appliquée sur le plateau vaut 90N. Les vitesses de rotation du plateau et du disque (qui tournent dans deux sens opposés) sont respectivement 60 tr/min et 100 tr/min.

La seconde étape consiste en un polissage plus fin en utilisant un papier abrasif P320 (diamètre des particules 46,2 μ m) et en appliquant une force de 130N au plateau.

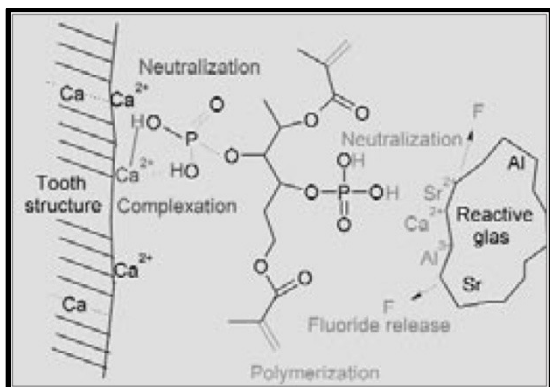
Après polissage, les plots de céramique sont extraits du plateau et plongés dans une solution d'éthanol à 95 % puis séchés au pistolet à air chaud.

- **Les colles :**

Plusieurs colles sont testées parmi les plus utilisées dans les cabinets dentaires. Nous décrivons ci-dessous les caractéristiques de ces adhésifs.

Rely X Unicem:

Le rely X unicem est distribué par 3M (3M Espe, Seefeld, Germany) comme un ciment colle destiné au scellement des composites, métaux et céramiques.



Base
Methacrylated phosphoric esters
Dimethacrylates
Acetate
Stabilizers
Self-curing initiators
Light curing initiator
Particules
Glass fillers
Silica
Calcium hydroxide

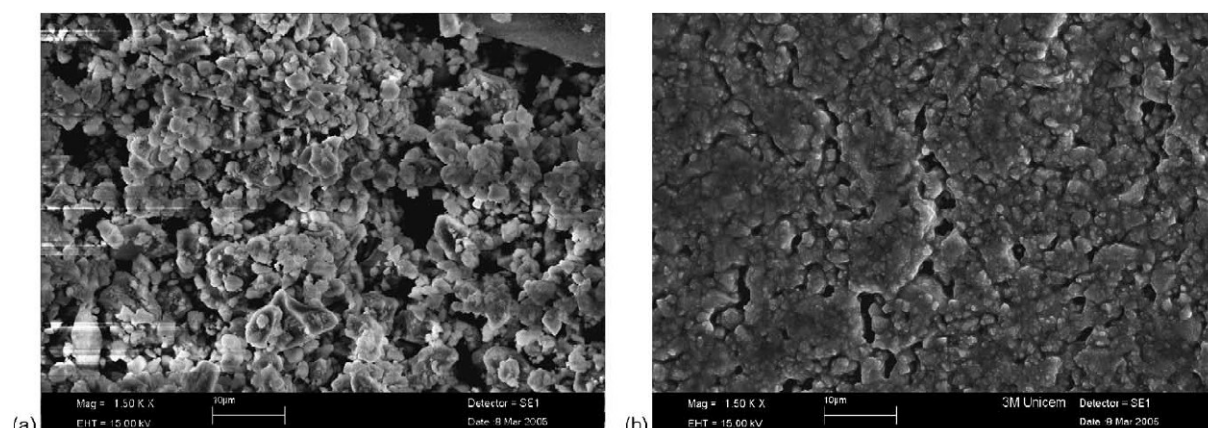


Figure 55. Image en microscopie électronique à balayage de la colle 3M Rely X unicem. a) Charges seules, b) après polymérisation. D'après (Gerth et al., 2006).



Figure 56. 3M Rely X unicem. a) kit, b) charges et liant.

Le produit que nous utilisons ici est conditionné sous forme de compules percutables automélangeuses (cf. figure 56a)) qui contiennent une poudre et un liant séparés par une membrane. Cette compule est percutee, pour percer cette membrane sous la pression du percuteur, pendant 2s ce qui déclenche la réaction. La capsule est ensuite placée dans un mélangeur (Rotomix – 3M) durant 15s à l'issue desquelles l'adhésif est applicable au moyen d'un piston qui libère le mélange.

La composition de cet adhésif méthacrylate chargé de particules de verre est indiquée dans le tableau ci-dessous ainsi que le schéma de la réaction de polymérisation.

Il peut être photopolymérisé au moyen d'une lampe à rayonnement ultraviolet mais polymérise également de façon autonome (pendant une durée plus longue cependant) du fait des agents de réaction qu'il contient.

Rely X II unicem (3M):



Figure 57. Seringue auto-mélangeuse de Rely X Unicem – 3M®.

Le RelyX Unicem 2 repose sur la même chimie que le Rely X Unicem qui utilise des monomères méthacrylates d'acide phosphorique et des charges soumises à un procédé particulier appliqué aux charges qui offre des propriétés de neutralisation. La formulation du liant a été cependant optimisée en ajoutant des monomères méthacrylates.

Le conditionnement de cet adhésif a été également modifié, puisque stocké dans une seringue automélangeuse. La colle est appliquée directement en bout d'un applicateur automélangeur jetable, permettant de conserver les 2 composants indépendants. Ici également, le rayonnement ultra-violet permet d'initier et compléter la polymérisation.

Superbond C&B :

- Superbond C&B Base/Catalyst 4-META/TBB/PMMA containing resin Sun Medical, Kyoto, Japan

Conditionné sous forme d'un flacon de monomère, une seringue de catalyseur, une boîte de poudre polymère.

Monomère : 4 gouttes, Catalyseur : 1 goutte, Poudre polymère : cuillère mesure standard (petite dose)

Immédiatement après le mélange, la colle est appliquée sur les surfaces et les éléments sont positionnés rapidement et pressés jusqu'à totale polymérisation.

Panavia :

Panavia 21 Base/catalyst BPEDMA/MDP/DMA, Ba–B–Si-glass/Silica cont.
composite resin
Kuraray, Osaka

Panavia F 2.0 :

Conditionné sous forme de deux seringues.

Le mélange se fait manuellement après avoir dispensé une quantité égale de chaque pâte (repère de vissage du piston pour chaque seringue) puis, lorsque le complexe collé est assemblé, un gel est déposé sur le joint de colle grâce à une seringue afin de créer un espace anaérobie indispensable à la polymérisation.

Désignation commerciale	Composition	Fabricant
Superbond C&B	Poudre : PMMA Monomère : MMA, 4-META Catalyseur :TBB	Sun medical Co., Kyoto, Japan
Panavia F 2.0	MDP Part A : BPEDMA, MDP, DMA Part B : verre Al-Ba-B-Si, silice	Kuraray Medical Co., Osaka, Japan
MDP : 10-methacryloxydecyl dihydrogen phosphate BPEDMA : bisphenol-A-polyethoxy dimethacrylate DMA : aliphatic dimethacrylate PMMA : polymethyl methacrylate		MMA : Methyl Methacrylate 4-META : 4-Methacryloxyethyl trimellitate anhydride TBB : tri-N-butylborane

3.3.2.3 Protocole de collage / protocole d'essai :

Les substrats et les colles étant préparés, l'adhésif est déposé sur la surface polie du bloc de céramique feldspathique avant de l'accoster sur le bloc de titane. La mise en position est manuelle et nous nous efforçons, comme en conditions réelles, d'exercer une pression identique d'un collage à l'autre. La colle, chassée sur les bords du plan de joint, est essuyée avant réticulation complète de façon à évacuer la bavure due à l'excédent de colle.

Le test mécanique est lancé après réticulation complète de la colle. Pour cela, le mandrin, collé au bloc de céramique, est inséré dans un cylindre de métal percé de quatre trous filetés

en regard de la gorge du mandrin. Quatre vis sont serrées alternativement de manière à centrer et solidariser le mandrin dans le cylindre.

Le cylindre est lui-même percé d'un axe pour être accroché à la traverse mobile d'une machine de traction. Une pièce intermédiaire percée de deux axes à 90° horizontaux offre les deux mobilités en rotation qui permettent de positionner l'axe du mandrin verticalement.

L'ensemble (échantillon + montage) est donc suspendu à la traverse mobile de la machine de traction qui est lentement descendue jusqu'à ce que le bloc de titane vienne au contact du plateau rainuré, qui sert ici de traverse fixe. On applique une légère compression à l'ensemble pour le précontraindre. Le bloc est alors bridé au moyen d'un étau pour assurer le maintien en position de l'ensemble.

Le test est effectué à vitesse de chargement croissante. En effet, si la plupart des essais mécaniques sont réalisés à vitesse de déformation imposée, ce protocole est très difficilement applicable dans le cas du collage, du fait de la complexité à mesurer la déformation du joint de colle souvent de très faible épaisseur.

Au contraire, la section travaillante restant constante au cours de l'essai, imposer l'effort permet de contrôler la contrainte appliquée.

Dans le cas présent, on impose un taux d'augmentation de la force appliquée de 500N/min, soit, pour la section retenue de $9 \times 10 \text{ mm}^2$, 5.5MPa/min.

En fin d'essai une rupture brutale est observée, nous retenons alors la force maximale enregistrée.

3.3.2.4 Résultats et interprétation

Les contraintes à rupture relevées sur des assemblages titane / céramique feldspathique collés au moyen des adhésifs Superbond C&B ainsi que Rely X sont présentées sur la figure 58.

Les performances sont meilleures avec le superbond puisqu'on relève une contrainte à rupture médiane de 14MPa tandis qu'avec le Rely X on relève une contrainte à rupture médiane de 9MPa.

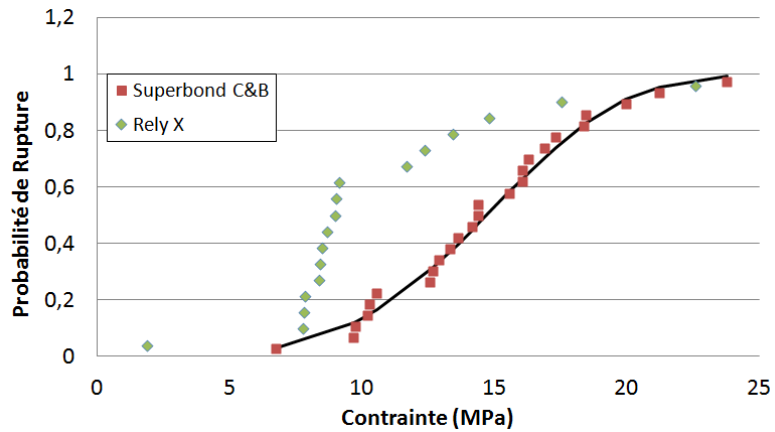
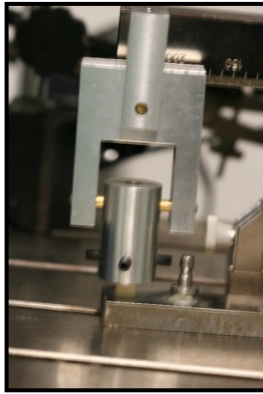


Figure 58. Résultats tack tests : contraintes à rupture mesurées sur les colles Superbond C&B et Rely X.

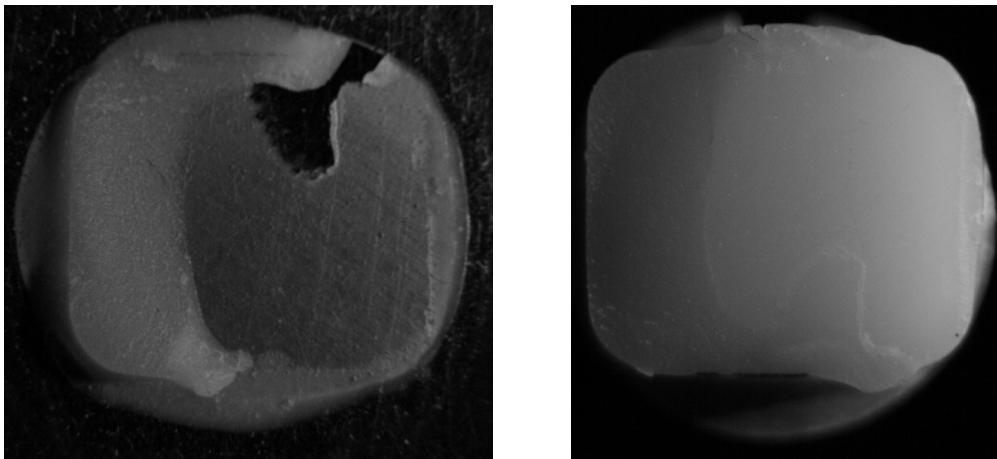


Figure 59. Faciès de rupture, montrant une rupture mixte, adhésive céramique/adhésif, Titane/adhésif, céramique.

Parmi les nombreux essais réalisés, nous n'avons retenu que les essais pour lesquels une rupture cohésive au sein de la colle était observée, mais une large variabilité de comportement a pu être relevée; des ruptures apparaissant parfois à l'interface colle/titane ou colle/céramique, lorsque ces substrats étaient mal préparés.

Il est également à noter que des ruptures dans la céramique sont parfois observées, dues probablement à des défauts dans le matériau, mais également, comme cela a parfois été observé, à des concentrations/singularités de contraintes importantes dans cette zone.

Ce test, qui reste très technologique, est intéressant pour discriminer les adhésifs les plus performants en termes de résistance mécanique, mais il fait également apparaître pour les deux configurations testées, une forte variabilité de comportement qui peut être considérée comme une certaine défaillance pour une utilisation médicale exigeant une grande reproductibilité.

La forte dispersion de comportement des assemblages collés est connue dans de nombreux secteurs industriels, et reste encore un frein à une utilisation plus généralisée en remplacement des éléments de fixation mécanique classiques (soudage, boulonnage, rivetage etc ...).

Les causes de ces dispersions ont été étudiées et présentent plusieurs origines :

- la variabilité du comportement du matériau lié à une microstructure très hétérogène que produit le mélange de charges minérales et de liant (cf. figure 56).
- la mauvaise maîtrise des conditions expérimentales et de la qualité de réalisation des assemblages (contrôle de l'épaisseur, présence de bavures, lacunes de colle etc ...).

Il est intéressant, à travers un essai technologique, de faire apparaître la sensibilité de la tenue mécanique de l'assemblage à ces différents défauts de fabrication. Ces essais technologiques ont donc toute leur place dans une campagne de qualification. Mais auparavant, il importe de bien évaluer si les résultats d'essai sont sensibles aux conditions expérimentales.

Pour caractériser la résistance de liaisons collées titane/céramique, nous avons choisi de mettre en œuvre un test simple de résistance type tack test.

Un cube de céramique est collé sur un bloc de titane et sollicité en tension. La céramique est disponible sous forme de parallélépipèdes collés sur une bride permettant la fixation de l'ensemble dans une machine d'usinage à commande numérique (CEREC , SIRONA).

Nous avons décidé d'utiliser ce même support pour lier l'ensemble à la traverse mobile de la machine de traction. Un système à cardan permet « théoriquement » de compenser les défauts d'alignement du montage de façon à obtenir un état de tension pur dans la colle. La section collée échantillons vaut $9 \times 10 \text{ mm}^2$.

Les défauts que nous pouvions envisager dans cette configuration, outre l'influence de la bavure, sont les défauts de parallélisme et perpendicularité introduits lors de la phase de polissage et de collage. Ils se traduisent par une angulation schématisée sur la figure 60.

Une analyse mécanique simple peut être effectuée pour quantifier cet effet, elle est transposable à beaucoup des autres dispositifs existants et présentés au chapitre 2 mais rarement effectuée pour prendre du recul sur la dispersion des résultats observés. Elle montre la difficulté à mettre en œuvre ce type d'essai.

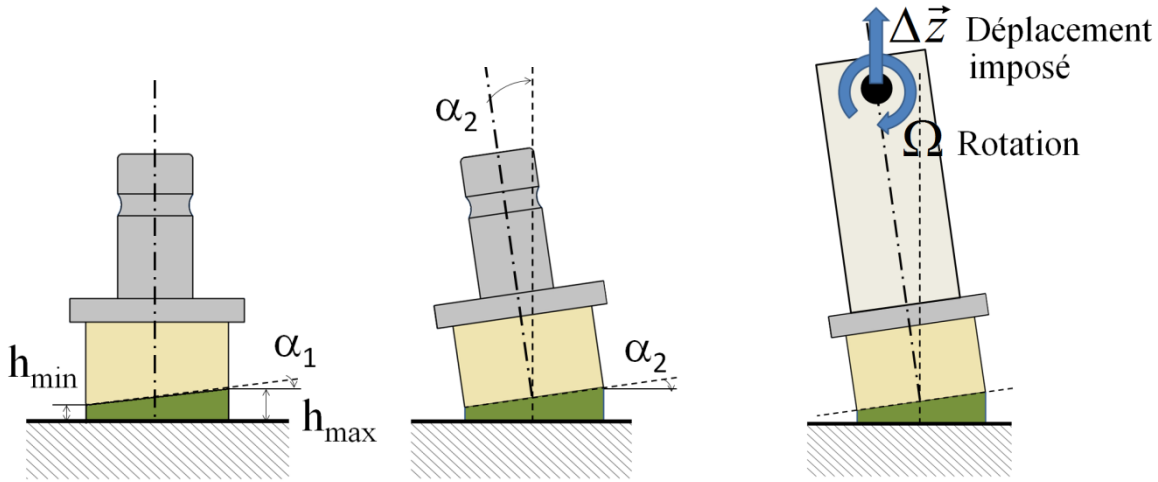


Figure 60. Analyse d'un essai d'arrachement – effet des défauts géométriques.

La surface encollée est dressée par polissage mécanique (cf. dessus). Si la planéité de la surface collée est jugée correcte, des défauts de perpendicularité sont toutefois attendus entre la surface collée et la direction de sollicitation. Ce défaut de perpendicularité est lié au défaut géométrique de la pièce (défaut de perpendicularité plan de joint /mandrin), mais également à l'accostage des deux substrats qui est réalisé manuellement (dans les mêmes conditions qu'en pratique clinique). De ce fait l'épaisseur du joint de colle, h , n'est pas uniforme.

Dans une représentation bidimensionnelle du problème, on peut considérer que l'épaisseur de colle varie entre h_{min} et h_{max} , de sorte que l'épaisseur locale $h(x)$ vaut :

$$h = \frac{h_{max} - h_{min}}{2} \frac{x}{L/2} + \frac{h_{max} + h_{min}}{2} \quad (3.2)$$

ou encore :

$$h = \Delta h \cdot \frac{x}{L} + h_{moy} = (\alpha_1 + \alpha_2)x + h_{moy} \quad (3.3)$$

où L est la largeur du plan de joint (longueur de la zone collée), et α_1 et α_2 sont respectivement les défauts de perpendicularité du mandrin par rapport à la surface du substrat céramique et du substrat titane.

Si on assimile le film de colle à une distribution homogène de ressort de tension, on relie le déplacement relatif local $U_z(x)$ des surfaces des deux substrats à la contrainte de tension locale σ_{yy} par la formule :

$$\sigma_{yy}(x) = E_a^* \frac{U_z(x)}{h(x)} \quad (3.4)$$

où :

$$E_a^* = \frac{E_a(1 - \nu_a)}{(1 - 2\nu_a)(1 + \nu_a)} \quad (3.5)$$

est le module effectif de la colle qui prend en compte l'effet rigidifiant lié à l'état de déformation plane du matériau.

On suppose ici que l'épaisseur du film de colle est faible au regard des dimensions de surface collée et donc que la taille de la zone affectée par les effets de bord (i.e. contrainte plane) est très petite.

La résultante des contraintes normales est obtenue en intégrant le long du plan de joint, ainsi la force de réaction normale vaut :

$$F_{y1} = \int_{-L/2}^{L/2} \sigma_{yy} dx = \int_{-L/2}^{L/2} \frac{E_a^*}{h_{moy}} \frac{U_z}{\frac{\Delta h}{h_{moy}} \cdot \frac{x}{L} + 1} dx = \frac{E_a^* U_z}{\Delta h} L \cdot \ln \left(\frac{h_{max}}{h_{min}} \right) \quad (3.6)$$

La distribution des contraintes n'étant pas uniforme, elle engendre également un couple :

$$M_1 = \int_{-L/2}^{L/2} x \sigma_{yy} dx = \int_{-L/2}^{L/2} \frac{E_a^*}{h_{moy}} \frac{U_z x}{\frac{\Delta h}{h_{moy}} \cdot \frac{x}{L} + 1} dx = \frac{E_a^* U_z}{\Delta h} L^2 \left[1 - \frac{h_{moy}}{\Delta h} \ln \left(\frac{h_{max}}{h_{min}} \right) \right] \quad (3.7)$$

La cinématique de l'outillage d'essai induit une rotation qui, au niveau du plan de joint, induit un déplacement relatif horizontal U_x des deux substrats. Ce déplacement est à l'origine de contraintes de cisaillement dans la colle :

$$\sigma_{xy} = G_a \frac{U_x}{h(x)} \quad (3.8)$$

et dont la résultante vaut :

$$F_x = \int_{-L/2}^{L/2} \sigma_{xy} dx = \int_{-L/2}^{L/2} \frac{G_a}{h_{moy}} \frac{U_x}{\frac{\Delta h}{h_{moy}} \cdot \frac{x}{L} + 1} dx = \frac{G_a U_x}{\Delta h} L \cdot \ln \left(\frac{h_{max}}{h_{min}} \right) \quad (3.9)$$

La rotation qu'autorise également le montage d'essai engendre également des contraintes dans le film de colle ainsi que des efforts résultants. En utilisant les mêmes notations que précédemment, on trouve pour la tension :

$$\sigma_{yy} = E_a^* \frac{\Omega x}{h(x)} \quad (3.10)$$

La force résultante étant donnée par :

$$F_{y2} = \int_{-L/2}^{L/2} \sigma_{yy} dx = \int_{-L/2}^{L/2} \frac{E_a^*}{h_{moy}} \frac{\Omega x}{\frac{\Delta h}{h_{moy}} \cdot \frac{x}{L} + 1} dx = \frac{E_a^* \Omega}{\Delta h} L^2 \left[1 - \frac{h_{moy}}{\Delta h} \ln \left(\frac{h_{max}}{h_{min}} \right) \right] \quad (3.11)$$

et le couple induit par :

$$M_2 = \int_{-L/2}^{L/2} x \sigma_{yy} dx = \int_{-L/2}^{L/2} \frac{E_a^*}{h_{moy}} \frac{\Omega x^2}{\frac{\Delta h}{h_{moy}} \cdot \frac{x}{L} + 1} dx = \frac{E_a^* \Omega}{h_{moy}} L^3 \left(\frac{h_{moy}}{\Delta h} \right)^2 \left[-1 + \frac{h_{moy}}{\Delta h} \ln \left(\frac{h_{max}}{h_{min}} \right) \right] \quad (3.12)$$

Ce mouvement ne produit cependant pas de cisaillement dans le film de colle.

Ces équations sont difficiles à manipuler mais leur écriture peut être simplifiée en remarquant qu'au premier ordre :

$$\ln \left(\frac{h_{max}}{h_{min}} \right) \approx \frac{\Delta h}{h_{moy}} + \frac{1}{12} \left(\frac{\Delta h}{h_{moy}} \right)^3 \quad (3.13)$$

On obtient alors des expressions simplifiées qui relient les efforts résultants aux déplacements relatifs des deux substrats, soit :

$$F_{y1} \approx \frac{E_a^* U_z}{h_{moy}} L \quad M_1 \approx -\frac{1}{12} \frac{E_a^* U_z}{h_{moy}} L^2 \frac{\Delta h}{h_{moy}} \quad (3.14)$$

$$F_x \approx \frac{G_a \Omega}{h_{moy}} L \quad F_{y2} \approx -\frac{1}{12} \frac{E_a^* \Omega}{h_{moy}} L^2 \frac{\Delta h}{h_{moy}} \quad M_2 \approx \frac{E_a^* \Omega}{h_{moy}} \frac{L^3}{12} \quad (3.15)$$

En cas de faibles variations relatives ($\Delta h/h_{moy}$) de l'épaisseur de colle, le moment M_1 et la résultante F_{y2} sont donc des quantités à priori négligeables.

Cependant, il faut rappeler que les épaisseurs d'adhésif sont elle-même très faibles (<200 μ m) de sorte que, compte tenu des moyens de réalisation employés, il est difficile de garantir une régularité équivalente.

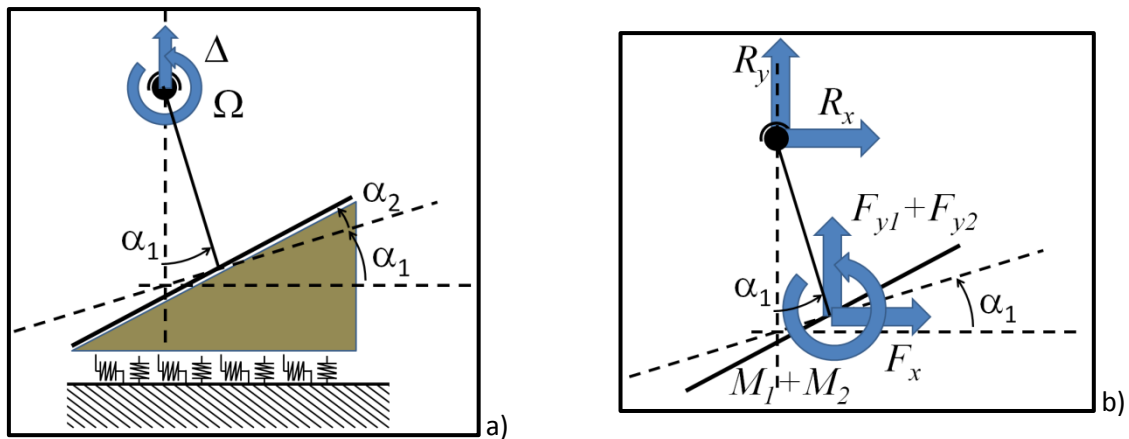


Figure 61. Description simplifiée du problème. a) cinématique et géométrie, b) équilibre statique.

La cinématique de l'essai est décrite sur la figure 61. Nous supposons ici que l'ensemble des éléments du montage, à l'exception de la couche de colle, est rigide, ce qui constitue une simplification importante du problème.

De façon macroscopique, nous assimilons le film de colle à une distribution de ressorts qui traduisent la rigidité en cisaillement ainsi qu'en traction/compression de l'interface.

Imposer un état de contrainte et de déformation uniforme dans le film de colle se révèle très difficile du fait des défauts géométriques difficiles à empêcher. En effet, force et déplacement sont imposés par la traverse au niveau des axes autour desquels s'articule le cylindre qui maintient le bloc de céramique. Nous notons Δ le déplacement vertical (i.e. déplacement traverse) imposé au niveau de l'axe placé à une distance l du plan de joint.

Comme expliqué précédemment, les défauts d'épaisseur et d'alignement engendrent un couple lorsqu'un déplacement vertical du bloc de céramique est imposé.

Pour équilibrer l'ensemble, le bloc de céramique subit une légère rotation Ω autour des axes qui se traduit également par un cisaillement du plan de joint. Ce dispositif n'est simple qu'en apparence puisque le moindre défaut géométrique engendre un état mécanique complexe et hétérogène dans la couche de colle.

Pour étudier le comportement du montage, on suppose que l'amplitude des déplacements est faible, ce qui permet de simplifier la résolution du problème. En effet, au premier ordre, les composantes horizontale et verticale du déplacement relatif des deux substrats sont données par :

$$U_x = \Omega l \cos \alpha_1 \quad U_y = \Delta + \Omega l \sin \alpha_1 \quad (3.16)$$

Ces mouvements engendrent les efforts F_{y1} , F_x , M_1 , F_{y2} et M_2 définis par les relations (3.14) et (3.15). Le substrat mobile est articulé autour d'un axe. En ce point, le moment résultant des efforts de cohésion dans le joint de colle doit être nul, d'où la condition :

$$0 = M_1 + M_2 + l \sin \alpha_1 (F_{y1} + F_{y2}) + l \cos \alpha_1 F_x \quad (3.17)$$

Au premier ordre cette condition se traduit par une relation entre déplacement imposé Δ et rotation du substrat mobile Ω :

$$\Omega = \frac{\frac{L^2}{12} \frac{\alpha_1 + \alpha_2}{h_{moy}} - l \alpha_1}{\frac{L^2}{12} - l^2 \frac{G_a}{E_a^*}} \Delta \quad (3.18)$$

On observe ainsi que la rotation est induite par deux termes qui se compensent.

L'angle $(\alpha_1 + \alpha_2)$ qui résulte de la somme de deux défauts géométriques (perpendicularité de la surface collée et mise en position de la pièce) contrôle la variation d'épaisseur de la colle. Cette variation d'épaisseur est à l'origine du couple produit lorsqu'un déplacement relatif vertical est imposé.

L'angle α_1 correspond au défaut de perpendicularité entre mandrin et plan de joint. Ce défaut géométrique conduit à écarter l'axe du pivot du centre de la section collée, ce qui produit également une rotation du bloc.

La rotation du bloc n'a pas d'intérêt sinon qu'elle modifie l'état de contrainte que l'on souhaite imposer. Ω et Δ étant désormais connus, les contraintes de tension et de cisaillement dans la couche de colle peuvent être maintenant déterminées :

$$\sigma_{yy} = \frac{E_a^*}{h_{moy}} U_z \left(1 - \frac{\Delta h}{h_{moy}} x \right) + \frac{E_a^*}{h_{moy}} \Omega x \quad (3.19)$$

$$\sigma_{xy} = \frac{G_a}{h_{moy}} \Omega l \left(1 - \frac{\Delta h}{h_{moy}} x \right) \quad (3.20)$$

La seule mesure disponible pour cet essai est la force mesurée par la cellule d'effort. Or ce capteur ne mesure que la seule composante verticale de la force qu'il faut donc évaluer afin de relier cette information à l'état mécanique local de la colle.

$$F = F_{y1} + F_{y2} \approx \frac{E_a^* U_z}{h_{moy}} L \quad (3.21)$$

Au premier ordre, la force mesurée est directement reliée à la contrainte moyenne de tension dans la colle. La variabilité observée est donc due, outre la variabilité du matériau, aux surcontraintes induites par la rotation ainsi que par la composante de cisaillement supplémentaire.

La configuration d'essai, dans ce chapitre, s'avère donc beaucoup plus complexe que ce que le laissait espérer le grand nombre d'études publiées utilisant des dispositifs similaires.

Notre travail a montré la difficulté à maîtriser l'état de contrainte à l'interface, ce qui ajoute à la difficulté de mise en place de l'essai, de l'analyse mécanique ainsi qu'au problème propre au système que nous avons testé.

En effet, le mandrin et le bloc de céramique feldspathique sont assemblés par collage. Pour de nombreux échantillons nous avons observé des ruptures à cette interface et non à l'interface titane / céramique qui n'a donc pu être testée. Ces données, pourtant importantes puisque associées aux meilleures performances atteintes n'ont pas pu être intégrées au bilan statistique.

3.3.2.5 Essai de cisaillement

La seule connaissance de la résistance d'un assemblage collé bout à bout sollicité en tension ne suffit pas à caractériser le comportement du système. En effet, ces assemblages sont généralement soumis à des combinaisons d'effort qui produisent au niveau de la colle un état mixte de tension en déformation plane et de cisaillement.

Dès le début de ce travail, nous avons envisagé de mesurer la résistance mécanique en cisaillement de ces systèmes en adaptant le dispositif présenté au chapitre précédent.

La première adaptation ne fut pas satisfaisante ; les erreurs de conception et compensation d'alignement ont détruit une cellule d'effort sous l'effet d'efforts transverses trop importants.

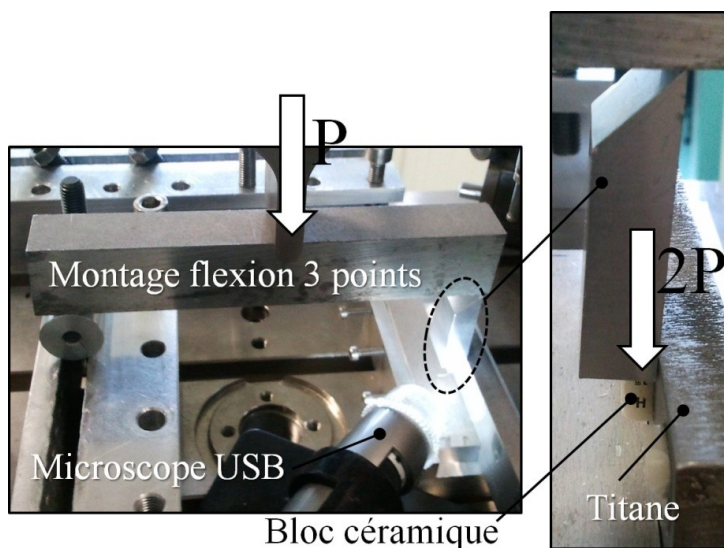


Figure 62. Essai de cisaillement.

Un système beaucoup plus robuste, et de surcroît plus simple, a été proposé. En voici la description :

Les plots de céramiques feldspathiques sont collés sur les mêmes blocs de titane que précédemment. L'ensemble est cette fois positionné verticalement et bridé par un système de serrage.

Comme expliqué précédemment, pour produire une sollicitation pure, ici de cisaillement, il faut appliquer l'effort au niveau du plan de joint. A cet effet, nous utilisons la pièce représentée sur la figure 62, qui présente deux arêtes et qui peut être positionnée dans les deux sens si tant est que le bord vertical soit en appui sur le bloc de titane pour être guidé.

Cette pièce constitue l'un des appuis extérieurs d'un montage de flexion trois points, l'appui central étant lié à la cellule d'effort et à la traverse mobile de la machine de traction. Utiliser cette pièce intermédiaire permet d'empêcher l'application d'un moment susceptible de cliver la liaison collée. Le montage est, en outre, extrêmement rigide et très simple de mise en oeuvre.

Faute de substrats et adhésifs supplémentaires disponibles nous avons testé ce nouveau dispositif sur les assemblages titane / céramiques collés avec l'adhésif superbond C&B pour lesquels la rupture a eu lieu en tension au niveau de l'interface mandrin céramique.

Les résultats obtenus sur cinq échantillons ont indiqué une résistance en cisaillement très importante pour cet adhésif : $\tau_{max} = 33,8 \text{ MPa}$; $63,8 \text{ MPa}$; 58 MPa ; $66,4 \text{ MPa}$; $59,1 \text{ MPa}$.

Des analyses supplémentaires sont nécessaires pour s'assurer que la mesure est réalisée correctement et l'analyse exempte de tout artefact bien que les valeurs relevées restent peu dispersées.

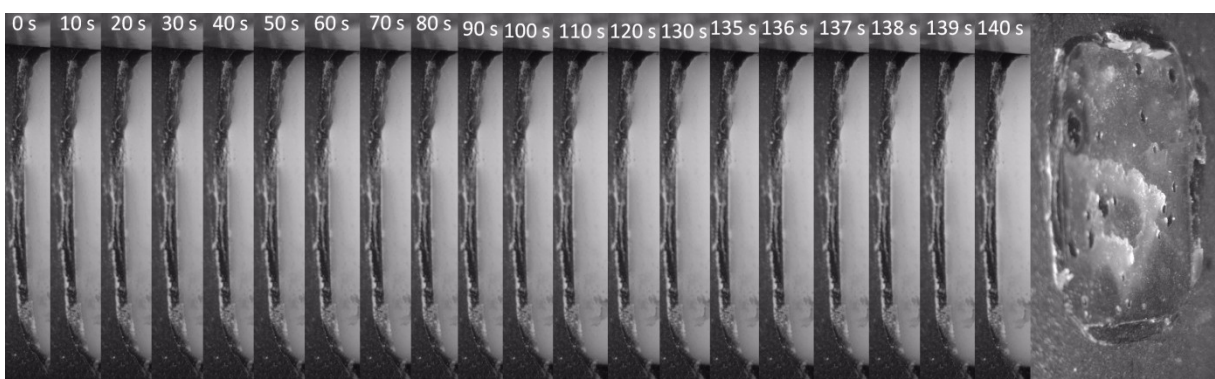


Figure 63. Séquence de chargement en cisaillement sur éprouvette collée céramique / superbond. 50N/s, $F_{max}=5980\text{N}$, contrainte à rupture $66,4\text{MPa}$.

Pour suivre le déroulement de l'essai, nous avons filmé l'évolution du collage et en particulier de la bavure sur le bord de l'échantillon au moyen d'un microscope digital (Dino Lite Pro – IS Production S.A., St Genis Pouilly, France).

Nous avons ainsi obtenu une séquence d'images présentées sur la figure 63 qui correspond au niveau de contrainte maximum atteint dans cette configuration. Sur cette série d'image il est très difficile de détecter un précurseur de cette rupture à venir.

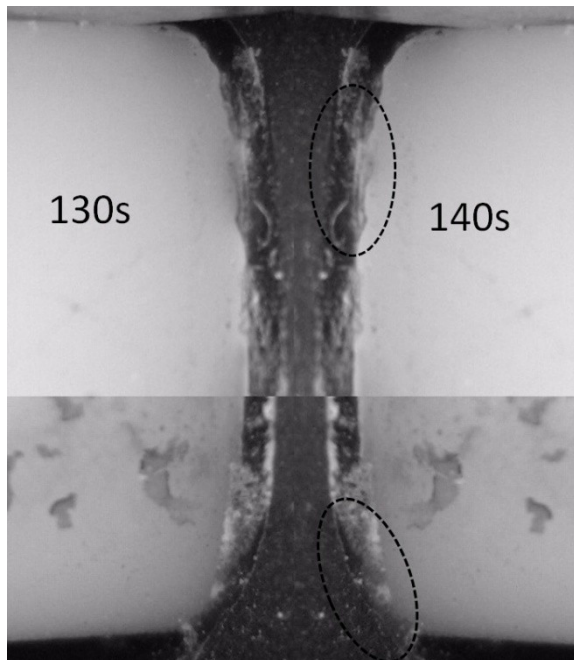


Figure 64. Début endommagement dans l'adhésif – « crazing » observé sur les bavures en bords de joint en fin d'essai.

Le visionnage du film attire notre attention sur les bords supérieur et inférieur de l'échantillon où nous pouvons apercevoir en fin d'essai, que l'adhésif blanchit sous l'effet probable d'une déformation trop importante ou du fait de l'apparition d'une fissure interne.

Ce phénomène n'apparaît que lors des 10 dernières secondes de l'essai, la durée totale étant de 140s. Le faciès de rupture obtenu est de type cohésif puisque de l'adhésif subsiste sur les deux substrats.

Nous pouvons également observer des morceaux de céramique qui se sont détachés, lors de l'essai, sous la pression de la pièce intermédiaire, ce qui ne semble cependant pas avoir produit la rupture finale.

L'aspect de la colle également blanchie semble indiquer que cette dernière a subi une déformation importante jusqu'à la rupture finale.

Nous observons également la présence de trous marquant la présence de bulles/lacunes/porosités dans la colle, cela était attendu puisque cette colle est mélangée et appliquée manuellement, ce qui a pour effet d'emprisonner des porosités.

Enfin, nous notons une résistance mécanique très importante.

Si les essais réalisés montrent une faible dispersion au regard de ceux généralement observés sur ces adhésifs dentaires, et en comparaison de ceux relevés sur les précédents

essais, le suivi vidéo de l'essai montre que les ruptures sont déclenchées par des mécanismes différents.

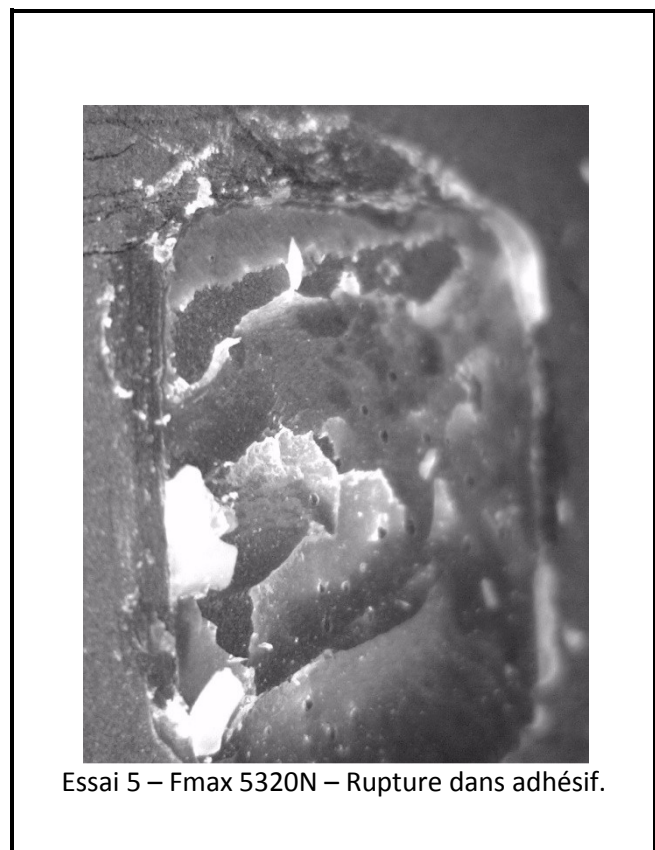
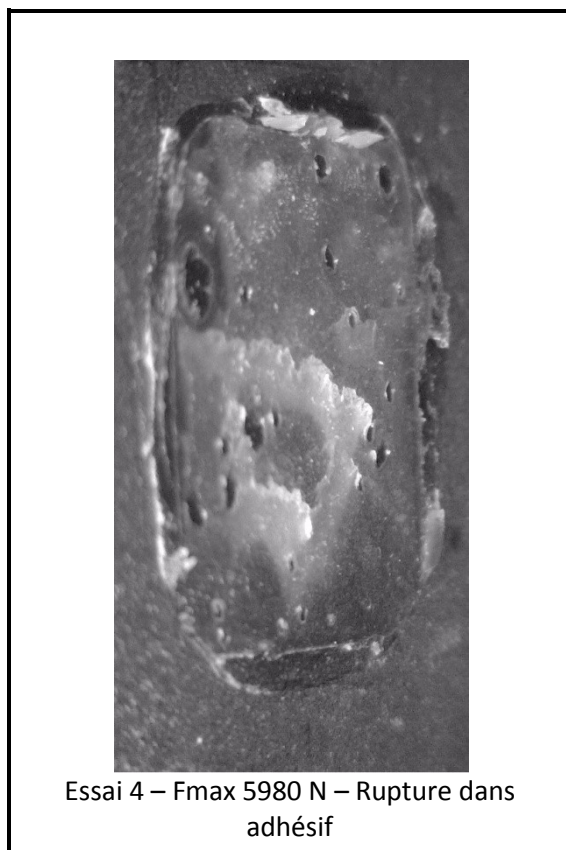
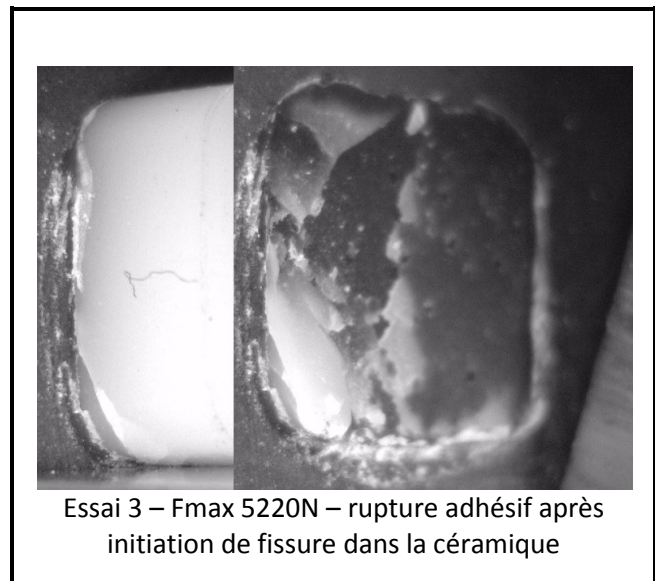
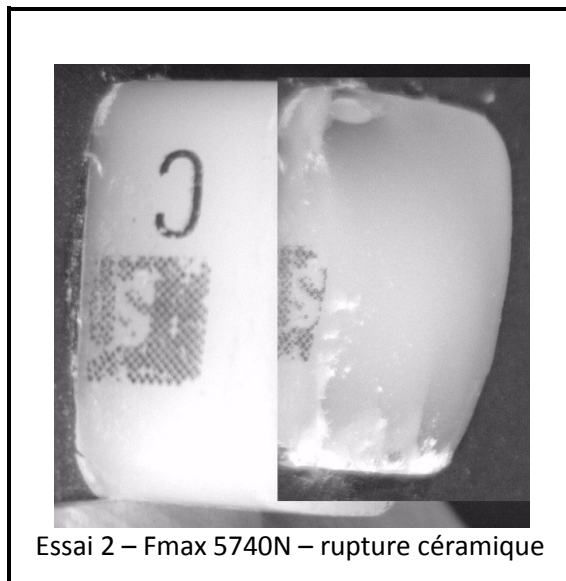


Figure 65. Type de rupture observées suite aux essais à rupture sous cisaillement.

Nous avons, pour les trois configurations présentées ci-dessous, opté pour deux modes de chargement différents selon que la pièce intermédiaire était en contact avec le bloc de céramique le long de son arête vive ou au niveau de sa face plane.

Les ruptures observées sont cohésives mais nous constatons qu'elles sont parfois initiées par une première fissuration qui apparaît dans la céramique, celle-ci présentant une faible ténacité.

Pour l'essai 2, la fissure traverse le bloc céramique sans que le joint de colle ne semble être endommagé. Ainsi, la rupture de la céramique détermine la rupture de l'ensemble.

Dans le second cas (essai 3), un endommagement localisé apparaît en cours d'essai, au niveau de la ligne de contact, mais la fissure bifurque vers l'interface collée où elle reste bloquée.

Pour les deux derniers essais présentés, la rupture semble initiée dans le joint de colle. Cependant, dans tous les cas, nous observons que des particules de céramique subsistent à la surface.

Etant donnée la rapidité de la rupture, il reste difficile d'identifier avec certitude l'origine exacte de la rupture (rupture substrat ou colle, initiation de fissure ou seuil de contrainte colle ou substrat).

3.3.3. Approche mécanique de la rupture :

Les tests conçus pour mesurer la résistance mécanique des liaisons collées, au sens « contrainte seuil », s'avèrent particulièrement difficiles à mettre en œuvre et prêtent à discussion quant à la nature du mécanisme à l'origine de la rupture de l'éprouvette (amorçage de fissure, dépassement d'un seuil de contrainte).

Ces deux difficultés combinées expliquent la dispersion entre les résultats obtenus par un même protocole, mais également sur un même système par des protocoles différents.

Dans tous les cas, les quelques tests préliminaires indiquent que le stade ultime de la rupture est contrôlé par la propagation d'une fissure. Ce phénomène n'est pas déterminé par la résistance du matériau (contrainte seuil), mais par sa ténacité qui est rarement mesurée ou indiquée dans les fiches descriptives des colles.

L'équipe Adhésion-Collage-Assemblage de l'Institut de Mécanique et d'Ingénierie de Bordeaux s'est spécialisée dans le développement de tests permettant de mesurer la ténacité, ou plus précisément dans le cas de notre étude, les énergies de rupture.

Ces essais présentent un grand intérêt, non seulement comme indicateurs de la résistance mécanique de l'assemblage, mais aussi pour étudier le comportement des colles en situation de couplage mécanique / environnement.

De nombreux essais normalisés sont proposés pour mesurer les énergies de rupture, mais ceux-ci apparaissent mal adaptés aux matériaux dentaires, particulièrement concernant les collages et interfaces entre substrats dentaires (de par les dimensions des pièces).

Un article de revue a été proposé par K.J Soderholm (**Soderholm, 2010**) où sont rappelés le cadre théorique de la mécanique de la rupture, les ténacités des matériaux dentaires courants, et la mise en œuvre des deux tests retenus par l'auteur à titre d'illustration :

- flexion trois points sur éprouvette SENB
- essai de clivage sur échantillon avec entaille en chevron (**Anunmana et al., 2010**).

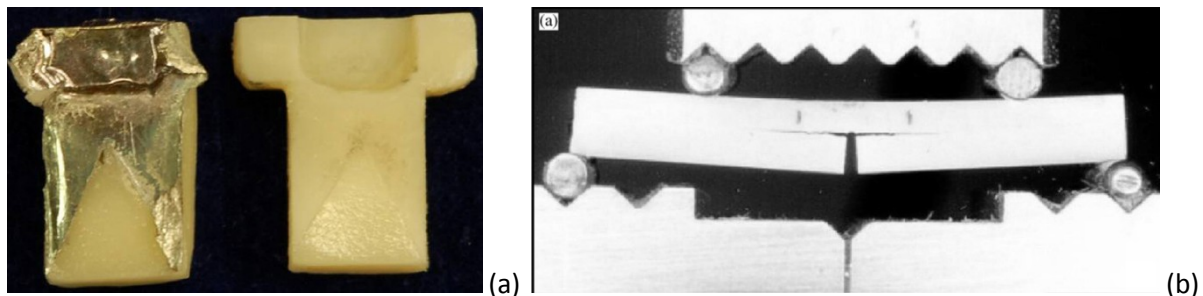


Figure 66. (a) D'après (Anunmana et al., 2010), échantillon avec entaille en chevron après essai, assemblage de deux céramiques dentaires avec un vernis. Une feuille de palladium est intercalée en guise de séparateur pour produire l'entaille, (b) D'après (Lucksanasombool et al., 2003) Fissuration à l'interface os cortical / ciment de scellement étudiée au moyen d'un essai de flexion 4 points.

Nous présentons ici un bilan des essais de caractérisation en régime de fissuration réalisés sur les polymères dentaires que nous avons étudiés. Ces tests sont réalisés sur des assemblages collés titane/titane et nous indiquent les énergies de rupture qui entraînent la propagation de la fissure le long du joint de colle.

Ces essais nous permettent d'évaluer, non seulement la valeur moyenne, mais également, et sur un seul échantillon, la dispersion de ce paramètre matériau.

Nous expliquerons tout d'abord le principe de cet essai en présentant des essais préliminaires qui mettent également en lumière le comportement complexe des interfaces collées.

3.3.3 1 Mesure de la ténacité : essai de fissuration sur éprouvettes DCB-SCB

Les essais sont effectués sur des éprouvettes de type SCB (single cantilever beam) qui sont une transposition des essais normalisés DCB, de sorte que l'analyse et l'exploitation de ces essais sont très similaires.

Les échantillons présentent un assemblage par collage d'une lame flexible sur un substrat considéré comme rigide en flexion. Le substrat flexible est partiellement collé, la partie laissée libre est mise en flexion tandis que la partie collée est bridée, via le substrat rigide, sur la machine d'essai mécanique.

3.3.3.2 Matériel et substrats

Le titane : Nous utilisons pour cette étude les mêmes substrats en TA6V décrits et employés précédemment.

Protocole de collage :

Ici aussi, le protocole de collage est semblable en tous points à celui décrit dans l'expérimentation précédente à la différence près que les surfaces sur lesquelles la colle est appliquée est plus grande.

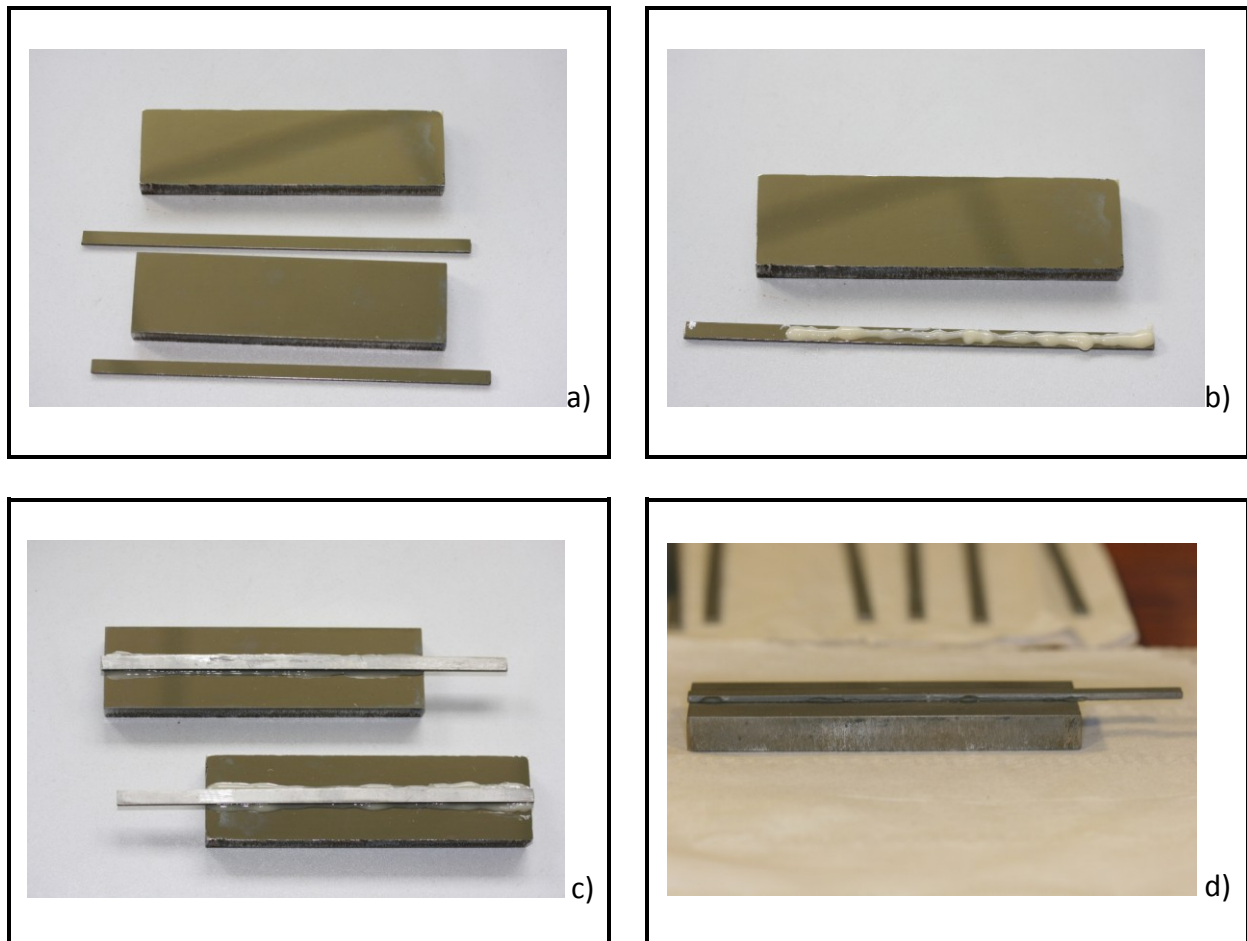


Figure 67. Procédé d'encollage substrat flexible sur substrat rigide.

L'accostage des deux substrats reste manuel, et donc sans doute dépendant « de la main » du praticien, c'est-à-dire de son aptitude à reproduire le geste. Un montage d'encollage spécifique devant permettre un accostage plus reproductible et un contrôle de la forme des

bavures sur le bord du joint a cependant été conçu mais n'a pas été réellement employé dans cette phase du travail.

La bavure sur les bords du joint est enlevée à l'aide du même instrument que celui utilisé en cabinet pour enlever les excédents de colle (spatule à insérer). Ainsi qu'indiqué sur la figure 67, la lame flexible est collée sur le bloc rigide en son milieu, ce qui permet le bridage sur le dispositif d'essai décrit plus loin.

3.3.3.3 Dispositif expérimental

Dans un premier temps, nous avons utilisé un bâti de traction lente qui permet d'imposer des vitesses de déplacement traverse très lents. Il est habituellement utilisé pour étudier les problèmes de corrosion sous contrainte, où les cinétiques des processus mécaniques doivent être du même ordre que les cinétiques des processus chimiques, ce qui implique des vitesses de mise en charge très lentes.

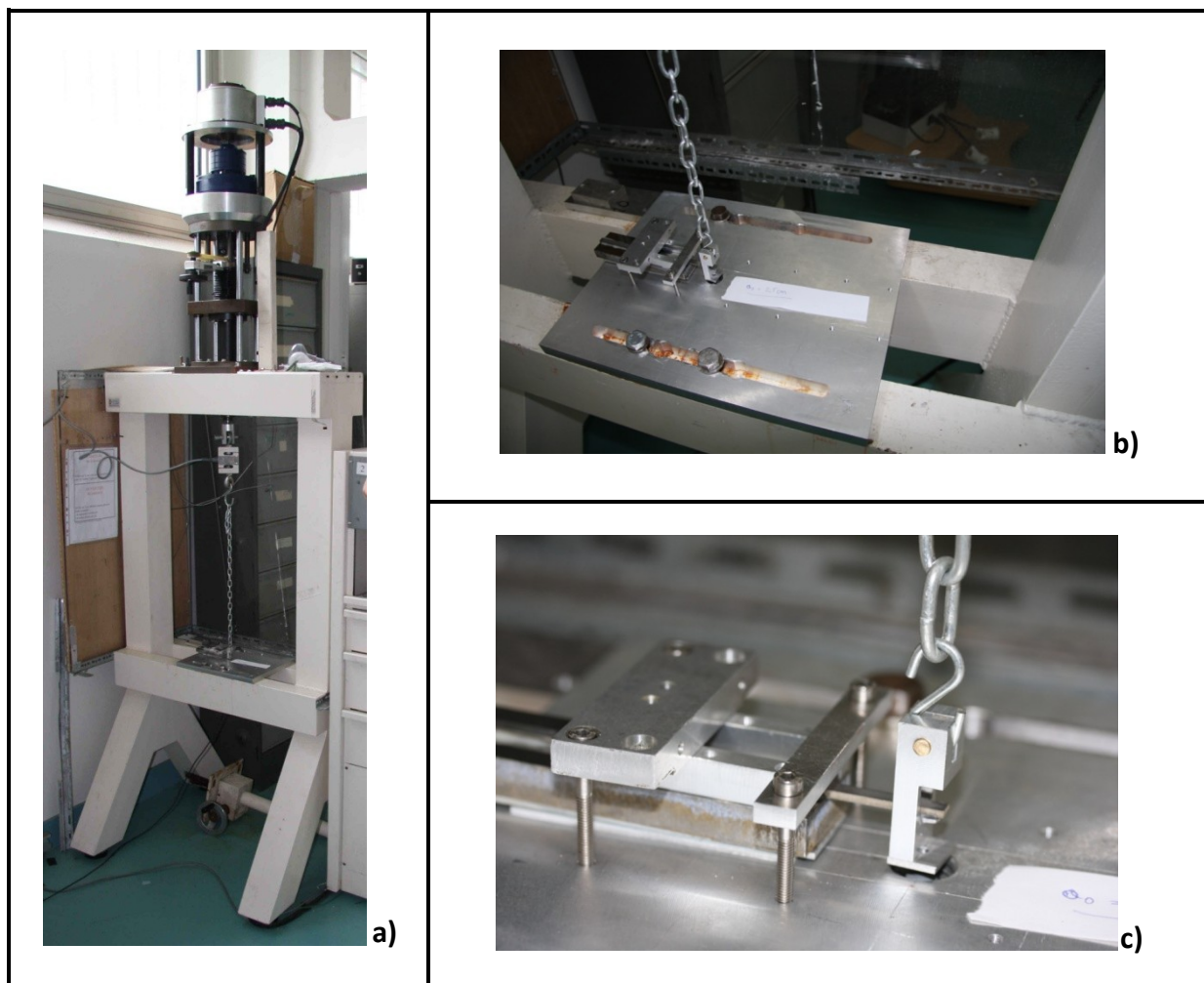


Figure 68. Description du dispositif d'essai. a) machine de traction lente b) mise ne place du montage c) Vue rapprochée montrant le dispositif de mise en charge.

Le substrat rigide est maintenu sur la traverse fixe de la machine de traction par un système de bridage qui permet d'observer de côté l'interface collée en cours de fissuration.

Le substrat flexible est sollicité au moyen d'un « couteau » suspendu à une chaîne de façon à éviter tout phénomène de flexion parasite.

La chaîne est suspendue à un capteur d'effort qui enregistre de façon continue le chargement appliqué en cours d'essai.

Un capteur de déplacement de type LVDT est fixé sur le socle rigide au droit du point d'application de l'effort pour mesurer en cours d'essai la déflexion du substrat flexible.

Une première série de test a été réalisée avec l'adhésif RelyX unicem dont nous montrons les résultats les plus significatifs afin d'illustrer les possibilités offerte par ce test pour l'étude des polymères de collage dentaires.

Pour cet essai, la surface des substrats de titane a été polie de façon à obtenir un état de surface miroir, dans le but ultérieur d'observer les effets du sablage sur la résistance mécanique.

3.3.3.4 Résultats et interprétation

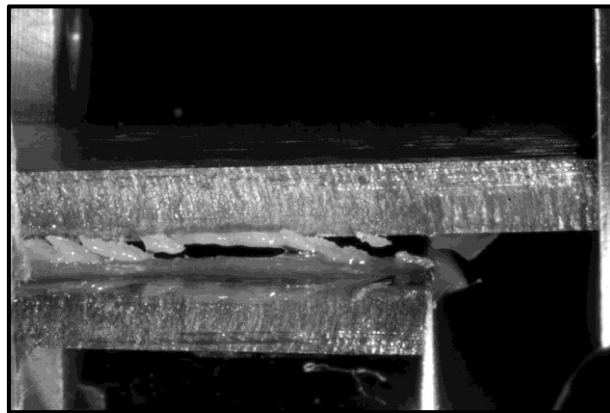


Figure 69. Essai de fissuration sur assemblage titane/titane collé avec RelyX unicem.

Durant une première période, on impose une vitesse de déplacement « rapide » d'environ 10mm/h. Cette première phase est suivie d'une phase de chargement où la vitesse de déplacement traverse est plus lente, soit environ 1mm/h avant de revenir en fin d'essai à la vitesse de déplacement traverse initiale. En retour, on observe une évolution de l'effort appliqué.

Dans un premier temps, on observe une augmentation linéaire, ce qui indique que la fissure ne progresse pas, puis l'effort chute brutalement, indiquant une avancée brutale de la fissure, puis décroît « progressivement » marquant une avancée « régulière » de la fissure.

L'avancée de la fissure est par ailleurs contrôlée par suivi vidéo ainsi qu'indiqué sur la figure 69.

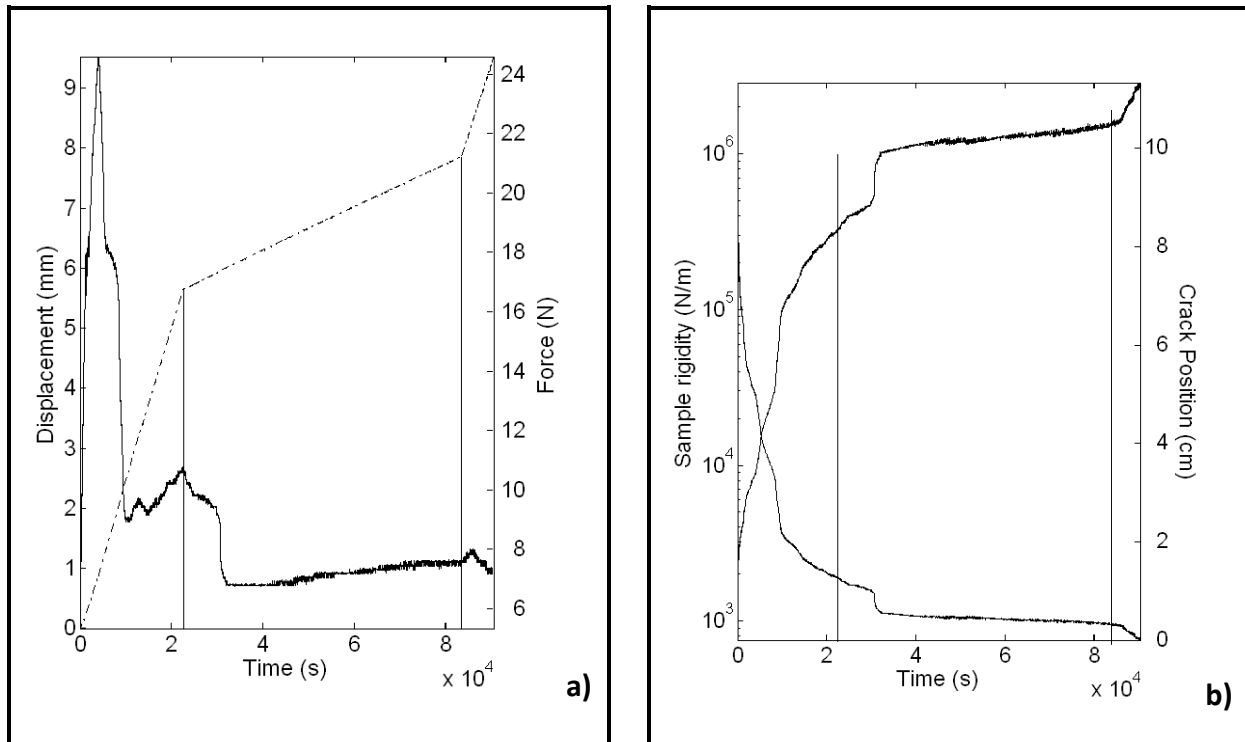


Figure 70. (a) Analyse d'un essai de fissuration sur Rely X unicem. (a) evolution de la force appliquée et du déplacement imposé en cours d'essai, (b) Evolution de la complaisance de l'échantillon et de la longueur de fissure apparente associée.

Sur la figure 70, est reporté le résultat d'un essai sur assemblage titane/titane collé avec adhésif RelyX unicem et décomposé en 3 phases.

L'analyse, qui sera reprise en détail plus tard, consiste tout d'abord à évaluer la raideur de l'éprouvette $K=F/\Delta$. Elle est calculée comme le rapport entre force mesurée et déplacement imposé, qui est lui-même mesuré par le capteur de déplacement. La couche de colle étant très fine, cette raideur dépend essentiellement des caractéristiques du substrat flexible et peut être estimée par la relation :

$$K = \frac{F}{\Delta} = \frac{3EI}{a^3} \quad (3.22)$$

Où E est le module d'Young du substrat flexible (ici le titane ≈ 100 GPa), $I=bh^3/12$ est le moment quadratique de la section du substrat flexible, b sa largeur et h son épaisseur prise dans le sens de la direction de sollicitation, a est la longueur de la fissure, définie comme la distance entre le front de fissure et la position du point d'application de la force.

Comme le montre la figure 69, il est difficile de suivre visuellement la position géométrique du front de fissure. Il est plus simple de définir la longueur de fissure comme une grandeur

phénoménologique que l'on peut calculer à partir de la relation (3.25) en utilisant les mesures de force et de déflexion. La longueur de fissure peut être qualifiée d'apparente :

$$a_{app} = \sqrt{3EI \frac{\Delta}{F}} \quad (3.23)$$

La quantité qui fait progresser l'avancée de la fissure, est le taux de restitution d'énergie. La géométrie particulière des éprouvettes d'essai permet de modéliser ces dernières et ainsi d'obtenir des relations analytiques de ce paramètre :

$$G = \frac{a^2 F^2}{2EIw} \quad G = \frac{6a^2 F^2}{Ew^2 t^3} \quad G = \frac{3Et^3 \Delta^2}{8a^4} \quad (3.24)$$

La figure 70 montre le résultat du traitement des évolutions forces-déplacement pour extraire les quantités intrinsèques de l'évolution de l'interface, c'est-à-dire l'évolution de la longueur de fissure en fonction de la sollicitation appliquée en pointe de fissure, exprimée sous forme de taux de restitution d'énergie. Les évolutions force-déflexion étant, quant à elles, dépendantes de la géométrie de l'échantillon et du mode de chargement.

Le résultat important de cette phase préliminaire, outre la définition des éprouvettes d'essai et du protocole d'analyse, est la mise en évidence d'un fort effet de la vitesse ou du temps sur le comportement de l'interface. On observe ainsi qu'en début d'essai l'avancée de la fissure est très instable, associée à un comportement de type stick-slip, et ceci lorsque la vitesse de mise en charge est rapide. Lorsqu'on réduit la vitesse de chargement, on observe une propagation de fissure au contraire très stable, tant en terme de vitesse de fissuration que de taux de restitution d'énergie appliquée, qui vaut ici 200 J.m^{-2} . Nous nous attacherons donc, par la suite, à travailler à vitesse de sollicitation stationnaire.

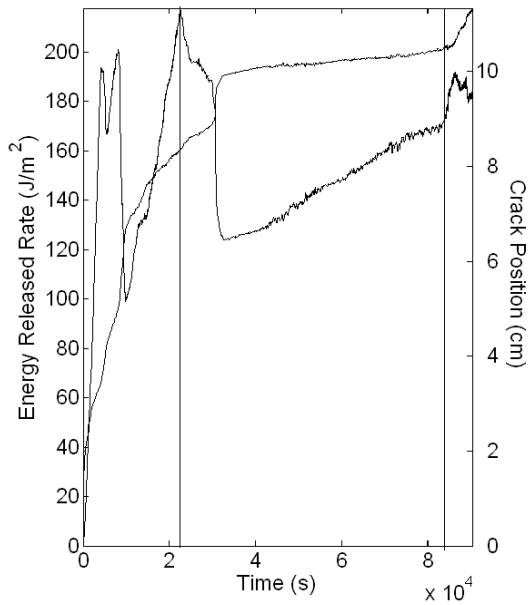


Figure 71. Evolution du taux de restitution d'énergie et de la longueur de fissure en cours d'essai.

3.3.3 5. Analyse d'un essai de fissuration SCB

L'essai de fissuration sur éprouvette DCB (double cantilever beam) semble être ignoré dans les essais de caractérisation des interfaces et matériaux dentaires, alors même qu'il fait référence dans d'autres secteurs industriels pour l'étude du collage et du délaminage dans les composites.

Dans notre étude, nous utilisons une version asymétrique de cet essai, dénommée SCB (single cantilever beam) puisque l'un des deux substrats est considéré comme rigide. Nous proposons donc une analyse détaillée de ce test, où seront mises en évidence l'influence de la complaisance de l'interface sur la réponse du spécimen et l'effet de la dissymétrie sur le développement d'un mode de rupture mixte. Pour cela, rappelons de façon plus détaillée la mise en œuvre de ce test, ainsi que l'analyse originale proposée dans ce travail.

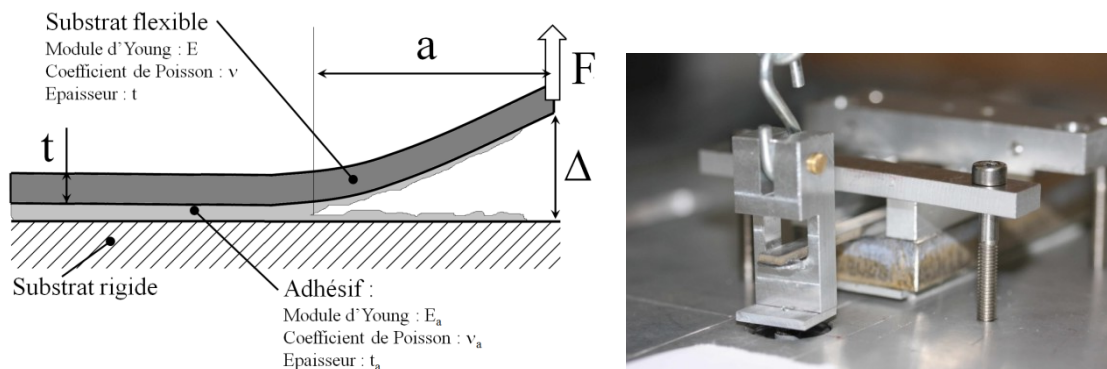


Figure 72. essai de fissuration sur éprouvette SCB (single cantilever beam)

L'essai de fissuration sur éprouvette SCB (single cantilever beam) est décrit sur la figure 72. L'échantillon est constitué de deux substrats collés, le premier de forte épaisseur est considéré pour cette expérience comme rigide, tandis que l'épaisseur du second (t) est faible et nous pouvons le considérer comme flexible.

Les deux substrats ne sont pas collés sur toute leur longueur. Le substrat rigide est solidarisé sur la traverse fixe d'une machine de traction. On impose un chargement mécanique à déplacement ou effort imposé au substrat flexible relié à la traverse mobile de la machine de traction par l'intermédiaire d'un support compensant les défauts d'alignement éventuels.

Un effort tranchant F est donc appliqué au substrat flexible à une distance a de la partie collée de l'éprouvette. De façon conventionnelle, cette distance a sera désignée comme la longueur géométrique de fissure.

Sous l'effet du chargement mécanique, le substrat flexible se déforme, un déplacement Δ est alors observé au point d'application de la force. Dans un premier temps, pour simplifier l'analyse, on suppose que le film de colle est rigide. On suppose par ailleurs que la déformation du substrat flexible peut être décrite au moyen d'un modèle poutre type Euler Bernoulli où l'effet du cisaillement transverse est négligé.

D'après ces hypothèses, cela revient à considérer que le substrat flexible est sollicité en flexion simple, ce modèle est désigné par SBT (Simple Beam Theory). La complaisance de l'échantillon reliant force imposée F et déplacement Δ est donnée par la relation :

$$C = \frac{\Delta}{F} = \frac{a^3}{3EI} \quad (3.25)$$

Où E est le module d'Young du substrat flexible et I son moment quadratique de flexion. On suppose que la section est rectangulaire d'épaisseur t et de largeur w , de sorte que $I = wt^3/12$.

Dans cette expérience, la force est mesurée par la cellule de force installée sur la machine, tandis que le déplacement est mesuré par le capteur traverse de la machine ou par un capteur directement fixé sur l'éprouvette. De ces deux mesures on peut déterminer la longueur instantanée de la fissure :

$$a = \sqrt[3]{3EI \frac{\Delta}{F}} \quad (3.26)$$

On peut déduire de la relation (3.25) le taux de restitution d'énergie G qui selon Griffith détermine l'avancée de la fissure et est relié à la complaisance par la relation :

$$G = \frac{1}{2w} \frac{\partial C}{\partial a} F^2 \quad (3.27)$$

On obtient donc :

$$G = \frac{a^2 F^2}{2EIw} \quad G = \frac{6a^2 F^2}{Ew^2 t^3} \quad G = \frac{3Et^3 \Delta^2}{8a^4} \quad (3.28)$$

Cet essai, effectué à vitesse de déplacement imposé $d\Delta/dt = Cst$, fait généralement apparaître deux séquences : dans un premier temps, une augmentation progressive de la force jusqu'à un seuil d'effort F_{max} , une fois ce seuil atteint, la force décroît progressivement, ce qui correspond à une phase de propagation stable de la fissure.

Dans le cas où le système se comporte de façon purement linéaire, la phase de chargement est elle-même linéaire, la pente étant donnée par la relation (3.25). Le critère de propagation de la fissure est donné par la relation :

$$G = G_c \quad (3.29)$$

Qui indique simplement que la fissure progresse lorsque le taux de restitution d'énergie dépasse un seuil G_c , caractéristique du comportement de l'interface, et appelé taux de restitution critique d'énergie. Dans le cadre de la mécanique linéaire de la rupture, ce paramètre est supposé constant et indépendant des conditions de sollicitation (vitesse et autre).

Pour déterminer ce paramètre, on utilise généralement les relations (3.28), la longueur de fissure avant propagation étant supposée connue par ailleurs, soit parce qu'un insert permet d'initier, et donc de localiser la fissure, soit parce qu'on localise le front de fissure par d'autres moyens (optiques, observation post mortem). G_c est donc calculé en remplaçant a par a_0 , la longueur initiale de la fissure, et F par F_{max} , la force maximale enregistrée durant l'essai.

En pratique, ces relations ne peuvent être utilisées directement et des corrections doivent être apportées de façon à prendre en compte l'influence de la complaisance de l'interface mais aussi différents artefacts expérimentaux (grands déplacements, corrections géométriques dépendant des conditions d'amarrage).

En remplaçant a par l'équation (3.26) dans (3.28), on obtient une relation indépendante de la longueur de fissure qui détermine l'évolution force-déplacement durant la phase de propagation stable de la fissure :

$$F = \left(\frac{8}{9}EI\right)^{1/4} (wG_c)^{3/4} \sqrt{\frac{1}{\Delta}} \quad (3.30)$$

Une énergie de rupture constante se traduira donc par une évolution proportionnelle à $1/\sqrt{\Delta}$ de la force.

Nous ne nous arrêterons pas sur le seul point F_{\max} , mais sur l'ensemble de la courbe de décharge. Notons que cette analyse ne nécessite aucunement de mesurer la longueur de la fissure. Comparativement aux analyses traditionnelles, et sous réserve qu'un comportement linéaire soit effectivement observé, déterminer le taux de restitution d'énergie critique G_c à partir de la relation (3.30) permet d'exploiter un plus grand nombre de données expérimentales (ensemble de la phase de propagation de fissure). Nous verrons qu'elle évite également l'utilisation de coefficients de correction prenant en compte l'effet de la complaisance de l'interface.

3.3.3 6 Modélisation avancée d'une éprouvette SCB :

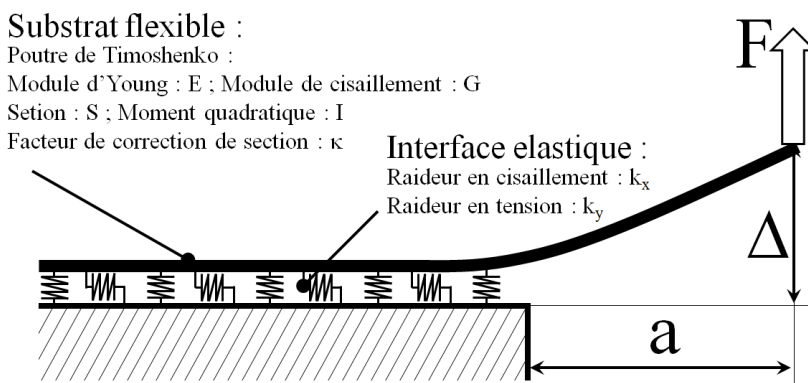


Figure 73. Modèle élastique d'une éprouvette SCB

Pour appliquer le modèle SBT, la rigidité de l'interface doit être infinie (condition d'encastrement), et le substrat flexible et très élancé (modèle poutre d'Euler Bernoulli). En pratique, ces hypothèses ne sont pas vérifiées et il est nécessaire d'améliorer la modélisation de l'essai pour mieux évaluer l'état mécanique du spécimen et l'analyse des données expérimentales.

Afin d'évaluer l'influence de l'interface, nous représentons cette dernière par une distribution uniforme de ressort, permettant de décrire, à minima, les premiers stades du chargement où le comportement est supposé élastique et linéaire. Nous supposons que l'adhésif est dans un état de déformation plane, ce qui accroît sa rigidité en tension sous l'effet du confinement hydrostatique.

La rigidité des ressorts est reliée aux modules ainsi qu'à la dimension du film par les relations :

$$k_y = \frac{E_a w}{t_a} \frac{1 - \nu_a}{(1 - 2\nu_a)(1 + \nu_a)} \quad k_x = \frac{E_a w}{t_a} \frac{1}{2(1 + \nu_a)} \quad (3.31)$$

Pour mieux décrire la déformation des substrats, nous employons un modèle poutre de Timoshenko plutôt que d'Euler Bernoulli, lequel est plus fiable dans les situations de poutres faiblement élancées, dans la mesure où ce modèle permet de prendre en compte la déformation de cisaillement transverse.

Ainsi, pour calculer efforts et déformation dans le système, nous écrivons en premier lieu les équations d'équilibre de la poutre :

$$\frac{dM}{dx} + T - \frac{t}{2} w \tau = 0 \quad (3.32)$$

$$\frac{dT}{dx} - w \sigma = 0 \quad (3.33)$$

Où M et T sont respectivement le moment de flexion et l'effort tranchant du torseur de cohésion, σ et τ sont respectivement les contraintes de pelage et de cisaillement dans l'adhésif.

Le comportement d'une poutre de Timoshenko est décrit par les équations :

$$M = EI \frac{d\varphi}{dx} \quad (3.34)$$

$$T = \kappa GS \left[\frac{dv}{dx} - \varphi \right] \quad (3.35)$$

Où φ est la rotation locale de la section droite de la poutre, v la flèche, κ est le coefficient de section réduite. En combinant les équations (3.32) à (3.35), on obtient l'équation différentielle suivante :

$$\frac{d^4 v}{dx^4} - \frac{k_y}{EI} \left[\frac{EI}{\kappa GS} + \left(\frac{t}{2} \right)^2 \frac{k_x}{k_y} \right] \frac{d^2 v}{dx^2} + \frac{k_y}{EI} \left[1 + \left(\frac{t}{2} \right)^2 \frac{k_x}{\kappa GS} \right] v = 0 \quad (3.37)$$

Qui contrôle la distribution des efforts de cohésion le long de l'interface collée.

En effet, la solution de cette équation différentielle est de la forme :

$$v = V_1 \exp(\lambda_1 x) + V_2 \exp(\lambda_2 x) + V_3 \exp(-\lambda_1(l + x)) + V_4 \exp(-\lambda_2(l + x)) \quad (3.38)$$

Où λ_1 et λ_2 sont les racines à partie réelle positive du polynôme caractéristique de l'équation (3.37), et l la longueur encollée.

Des relation (3.33) et (3.35) on trouve :

$$\varphi = \Phi_1 \exp(\lambda_1 x) + \Phi_2 \exp(\lambda_2 x) + \Phi_3 \exp(-\lambda_1(l+x)) + \Phi_4 \exp(-\lambda_2(l+x)) \quad (3.39)$$

Avec :

$$V_i = \frac{\lambda_i}{k_y} \left[\left(\frac{t}{2} \right)^2 k_x - EI \lambda_i^2 \right] \Phi_i \quad (3.40)$$

Selon la géométrie du système et la rigidité des matériaux différents, les racines sont complexes ou réelles, ce qui conduit à des évolutions de contrainte différentes dans l'adhésif.

Nous notons que les racines sont proportionnelles à :

$$\lambda = \frac{\sqrt{2}}{2} \left(\frac{k_y}{EI} \right)^{1/4} \quad (3.41)$$

Ce paramètre, homogène à un nombre d'onde, contrôle l'extension de la zone de redistribution des contraintes dans l'adhésif.

Pour achever la résolution du problème, il faut prendre en compte les conditions aux limites du problème, c'est-à-dire qu'au droit du front de fissure, un effort tranchant F et un moment de flexion aF sont appliqués, l'autre extrémité de la zone collée, étant libre d'effort. Ces conditions se traduisent mathématiquement par les équations :

$$M(x=0) = EI \frac{d\varphi}{dx}(x=0) = aF \quad (3.42)$$

$$T(x=0) = \kappa GS \left[\frac{dv}{dx}(x=0) - \varphi(x=0) \right] = F \quad (3.43)$$

$$M(x=-l) = EI \frac{d\varphi}{dx}(x=-l) = 0 \quad (3.44)$$

$$T(x=-l) = \kappa GS \left[\frac{dv}{dx}(x=-l) - \varphi(x=-l) \right] = 0 \quad (3.45)$$

Le long de la partie libre de l'éprouvette ce les évolutions de la rotation et de la déflexion s'écrivent plus simplement. Pour la première, nous trouvons:

$$\varphi = \frac{F}{EI} \left(ax - \frac{x^2}{2} \right) + \theta_0 \quad (3.46)$$

Où θ_0 est la rotation de la poutre au droit de la fissure, supposée nulle avec le modèle SBT. Pour la déflexion, on trouve :

$$v = \frac{Fx}{\kappa GS} + \frac{F}{EI} \left(a \frac{x^2}{2} - \frac{x^3}{6} \right) + \theta_0 x + \delta_0 \quad (3.47)$$

Où δ_0 est l'ouverture de la fissure.

Ces calculs permettent d'évaluer l'état mécanique dans le film de colle, mais également d'évaluer plus précisément le taux de restitution d'énergie G , qui peut être déterminé comme précédemment à partir de la complaisance de l'éprouvette. Nous pouvons également déterminer le taux de restitution d'énergie à partir des contraintes mécaniques en pointe de fissure selon les relations :

$$G_I = \frac{E_a^*}{2t_a} v(x=0)^2 \quad G_{II} = \frac{G_a(t/2)^2}{2t_a} \varphi(x=0)^2 \quad (3.48)$$

Ces relations analytiques nous permettent de simuler la réponse du spécimen dans les conditions d'essai. Nous avons adopté les conditions suivantes :

F	a	t	w	l	κ	E	ν	t_a	E_a	ν_a
1N	20mm	2mm	5mm	70mm	5/6	114GPa	0,34	0,1mm	1GPa	0,34

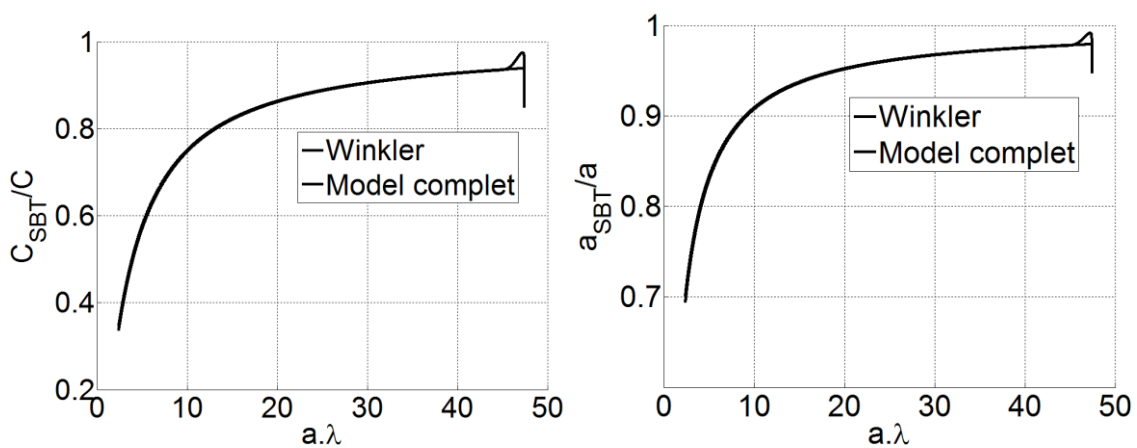


Figure 74. Evolution de la complaisance et de la longueur apparente de fissure en comparaison du modèle SBT

La figure 74 montre l'écart simulé entre la complaisance $C=\Delta/F$ de l'éprouvette en présence d'une interface élastique en comparaison de celle attendue en présence d'un encastrement parfait (modèle SBT).

Cet écart est exprimé sous la forme du rapport C_{SBT}/C qui est équivalent à un coefficient de correction élastique de complaisance et qui montre que des écarts allant jusqu'à 20% peuvent être observés. L'évolution de ce coefficient est exprimé en fonction du paramètre $a.\lambda$. qui caractérise le rapport entre longueur de fissure et la longueur de la zone dans l'interface le long de laquelle se développent des contraintes mécaniques.

Du fait de l'écart entre C et C_{SBT} , un écart est également constaté entre la longueur géométrique réelle de la fissure et la longueur apparente déduite de la complaisance mesurée. Cet écart est de l'ordre de 5% dans les configurations expérimentales usuelles.

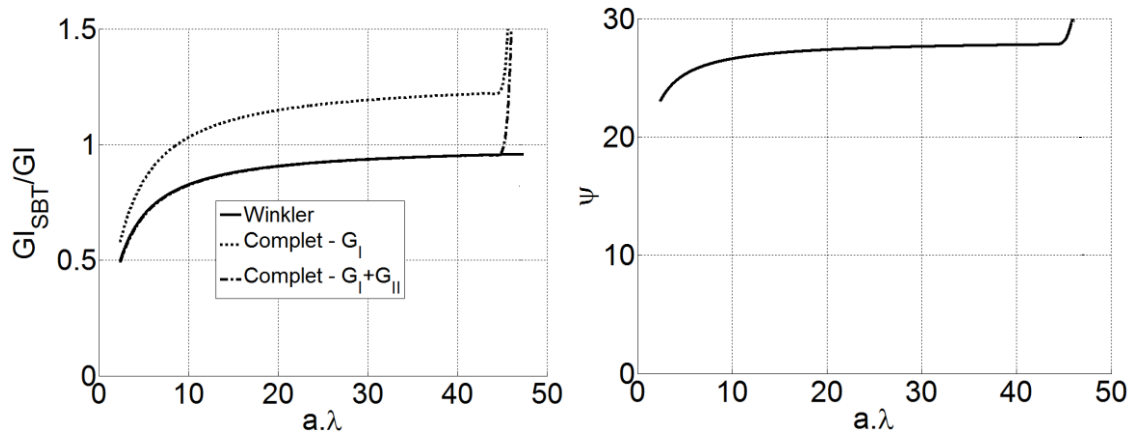


Figure 75. Taux de restitution d'énergie, angle de mixité

Sur la figure 75, sont indiquées les évolutions des taux de restitution d'énergie appliquées à l'interface dans nos configurations d'essai. Nous constatons à nouveau un écart significatif entre le taux de restitution d'énergie réellement imposé G , et celui estimé à partir des mesures de force et de déplacement et évalué à partir des relations déduites de la théorie SBT. Du fait d'une complaisance plus élevée, le taux de restitution d'énergie est plus important que prévu. On parle ici uniquement de G_I , c'est-à-dire le taux de restitution d'énergie associé à la présence des contraintes de pelage seules. Le taux de restitution d'énergie global est en réalité plus faible que prévu par le modèle SBT.

En effet, si la souplesse en tension de l'interface accroît la complaisance de l'éprouvette, la rigidité en cisaillement associée à une configuration dissymétrique l'accroît au contraire. Nous devons tenir compte, dans l'analyse, de la présence d'un mode mixte de sollicitation I/II lié à la présence combinée de contraintes de pelage et cisaillement en pointe de fissure. La mixité de la sollicitation est évaluée à travers le paramètre :

$$\psi = atan\left(\sqrt{\frac{G_{II}}{G_I}}\right) \quad (3.49)$$

Qui vaut, dans la configuration testée, $\approx 27^\circ$ et montre une contribution significative du mode II.

Nous retiendrons de cette analyse que cet essai de fissuration sur éprouvette SCB est en réalité un essai en mode mixte. La mixité dépend, essentiellement ici, de l'épaisseur de la couche de colle et reste stable dès lors que la longueur de la fissure est grande devant la dimension de la zone de l'interface affectée par les forces de cohésion.

On remarque les évolutions a_{SBT}/a et G_{SBT}/G sont similaires. Ceci indique que les erreurs introduites successivement lors de l'évaluation de la longueur de la fissure, puis du taux de restitution d'énergie, se compensent pour conduire à une estimation exacte de G .

3.3.3 7. Analyse de l'essai en termes de mécanique de la rupture :

Cette analyse théorique confirme la pertinence de l'exploitation de l'évolution $F(\Delta)$ durant la phase de décharge des essais de fissuration associés à la propagation de la fissure.

Nous appliquons désormais cette méthode pour caractériser le comportement de plusieurs adhésifs pour l'assemblage de deux substrats en titane. Tous les essais présentés sont donc réalisés dans les mêmes conditions, en imposant une vitesse de déplacement traverse constante de 5mm/min, que l'on peut considérer comme « lente ».

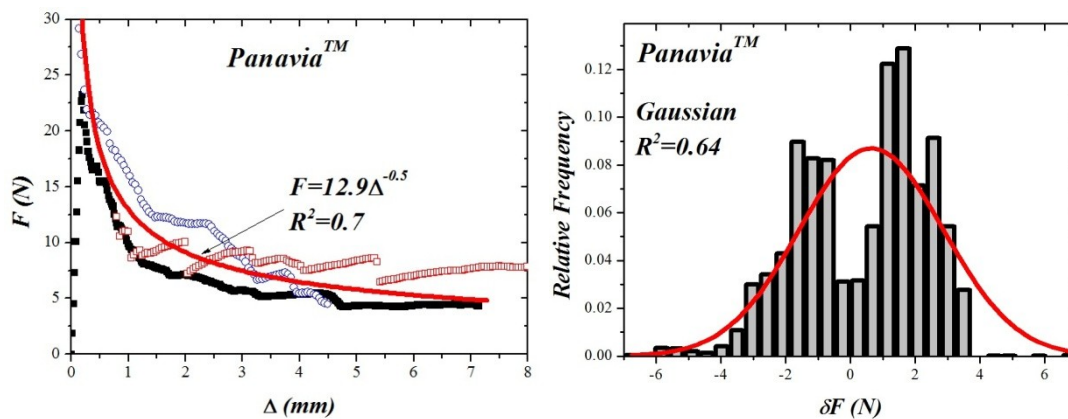


Figure 76. Bilan essais de fissuration sur échantillon Panavia.

La figure 76 montre les résultats obtenus sur trois éprouvettes collées avec l'adhésif Panavia. La courbe force/déplacement suit l'évolution attendue, débutant par une phase de mise en charge élastique, puis après avoir atteint un seuil d'effort, une décharge progression associée à une propagation stable de la fissure.

Une courbe de tendance en $1/\sqrt{\Delta}$ est superposée à ces trois évolutions, elle permet d'évaluer le taux de restitution d'énergie critique. Cette analyse, nous permet d'exploiter l'écart à cette courbe de tendance qui est un indicateur de la variabilité du comportement de l'interface.

Ces variations de comportement sont dues à plusieurs paramètres tels que la variabilité des propriétés de l'adhésif et des interfaces, mais également à la présence de bavures sur les

bords de l'éprouvette. Nous devons être prudents quant à l'analyse de cette distribution statistique : sur la figure 76, nous distinguons nettement une distribution bimodale. Cela n'est pas révélateur du comportement statistique de l'interface mais plutôt du fait que les trois échantillons pris séparément présentent une résistance différente du fait, probablement, d'épaisseurs de colle différentes.

Nous présentons ci-dessous, l'ensemble des résultats obtenus sur les autres adhésifs testés (Rely X, Superbond, Calibra, FujiCem). Ils permettent d'apprécier, pour une même configuration, les niveaux d'effort appliqués et les comportements et types de rupture observés ainsi que la fiabilité de l'essai et de l'analyse. Les courbes obtenues sur un même système restent groupées, ce qui indique que les énergies de rupture de l'interface restent proches d'une éprouvette à l'autre.

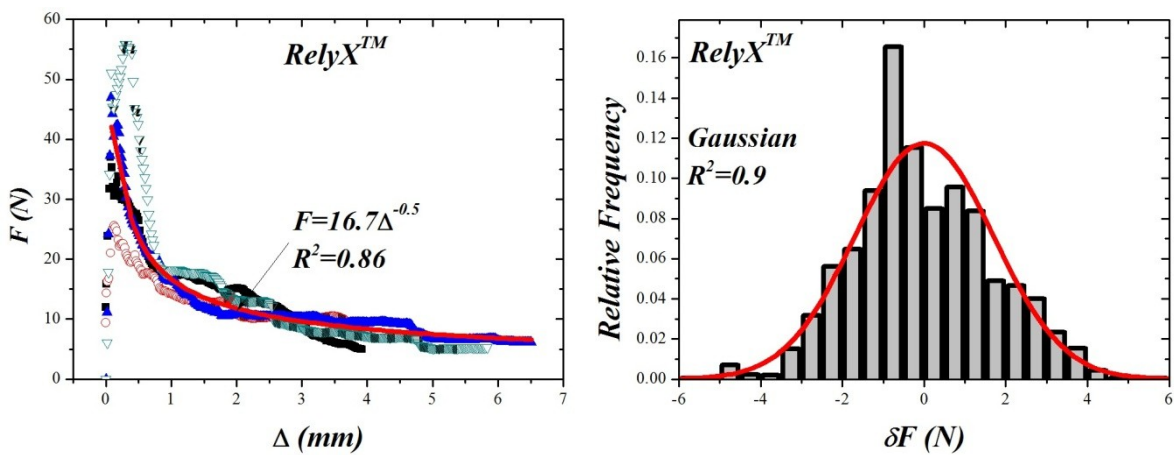


Figure 77. Essai de fissuration sur Rely X.

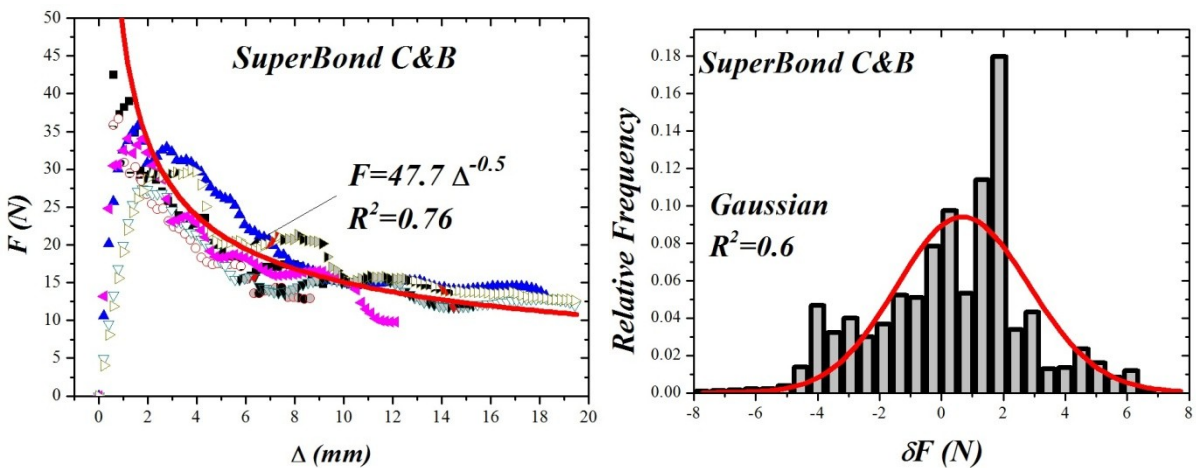


Figure 78. Essai de fissuration sur Superbond

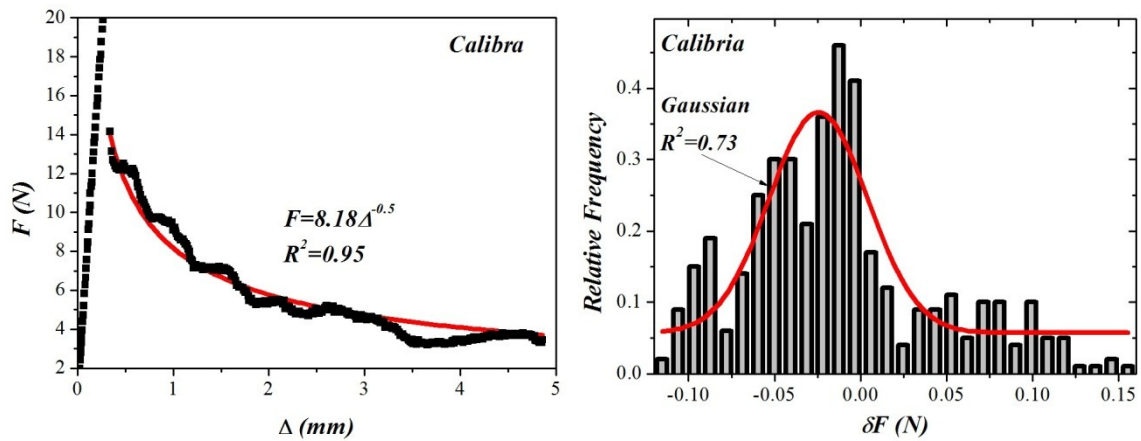


Figure 79. Essai de fissuration sur Calibra

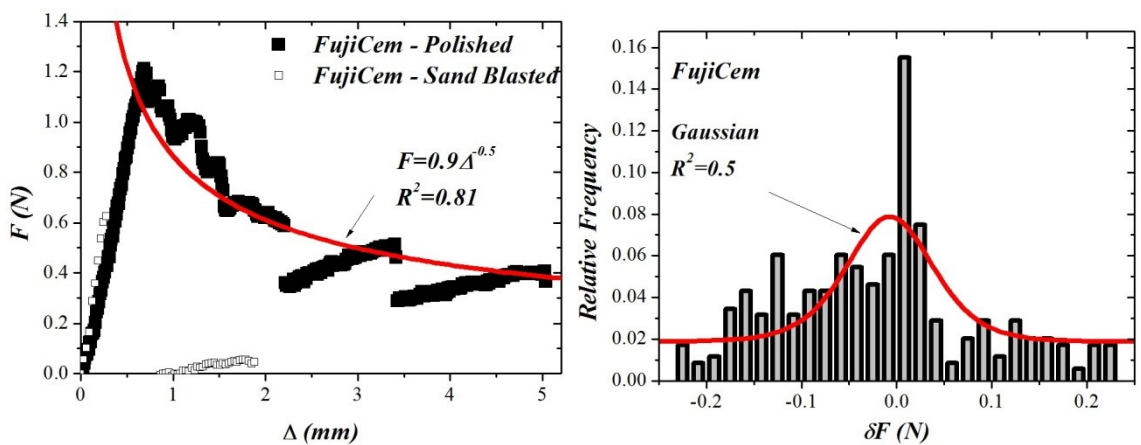


Figure 80. Essai de fissuration sur Fujicem

Sur les figures 77 à 80, sont récapitulés les résultats obtenus avec ces essais de fissuration sur les cinq adhésifs testés pour l'assemblage de substrats en titane dont la surface est sablée. Les résultats nous offrent un bilan quant aux qualités respectives des différents systèmes vis-à-vis de la résistance à la fissuration de l'interface.

Les différences observées entre les différents adhésifs sont significatives au regard des dispersions de la mesure du taux de restitution d'énergie critique.

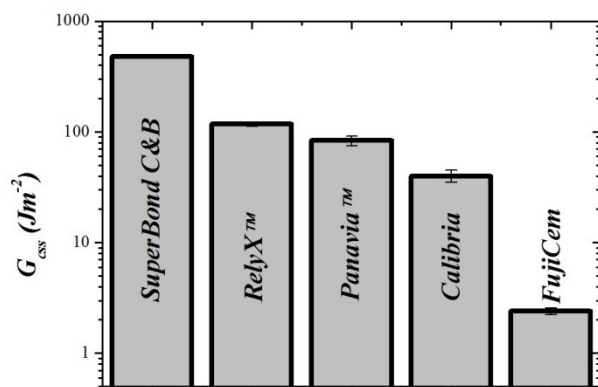


Figure 81. Tableau récapitulatif des ténacités mesurées.

3.3.3 8. Effet d'un « vieillissement humide »

Les échantillons sont immergés à 37°C pendant 1 mois dans une solution de Ringer.

Cette méthode paraissant pertinente pour caractériser la résistance, du point de vue critère de rupture, de liaisons collées, nous avons souhaité la mettre en œuvre pour évaluer l'effet d'un vieillissement humide sur le comportement de l'adhésif.

Des échantillons ont été réalisés selon le même protocole, puis immergés dans une solution de Ringer puis ont été placés dans une étuve pendant un mois à 39°C. Le temps et les conditions d'exposition étant peu sévères, nous parlerons plutôt ici d'absorption hydrique. Nous savons, en effet, que l'eau diffuse dans les polymères, ce qui modifie, de façon réversible ou non, leur comportement mécanique.

Des pertes de propriétés mécaniques (diminution de module de rigidité, diminution de la résistance mécanique) sont observées qui, lorsqu'elles sont irréversibles, sont liées à des phénomènes de plastification ou d'hydrolyse. Dans le joint de colle, la présence d'eau peut également altérer le comportement de l'interface et générer des contraintes résiduelles néfastes par effet de gonflement.

Ces phénomènes physico-chimiques ne sont pas étudiés ici dans le détail, nous nous contenterons d'évaluer les effets d'une exposition prolongée à un liquide, l'adhésif devenant alors saturé en humidité. Les données ainsi obtenues sont donc plus proches des performances attendues de l'adhésif en situation.

Nous représentons sur les figures 82 à 84, les courbes de fissuration obtenues sur les différents systèmes dans les mêmes conditions que précédemment ainsi que les éprouvettes après essai. Le comportement observé pour les trois systèmes testés est identique à celui obtenu avant immersion. L'examen de la surface des substrats après essai indique que la rupture est principalement adhésive et a lieu le long de l'interface colle/substrat flexible.

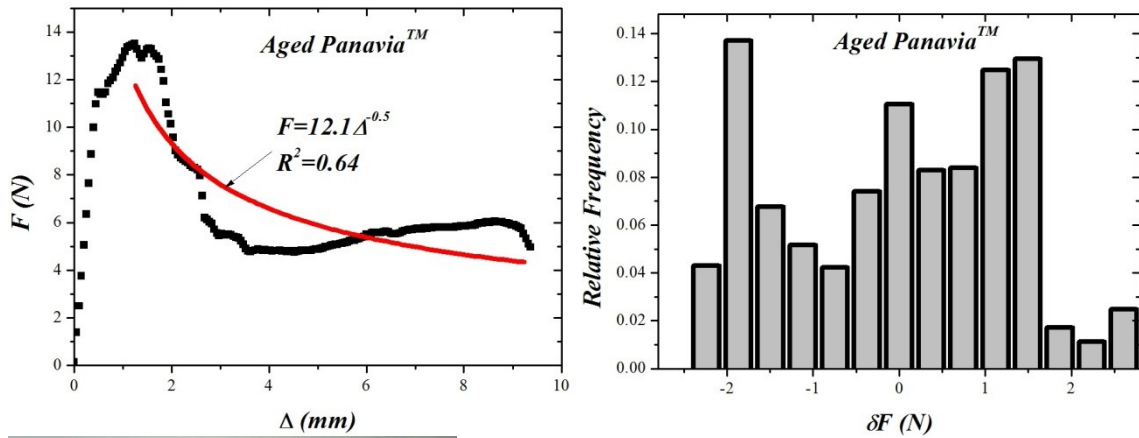


Figure 82. Résultats d'essai sur Panavia après vieillissement humide

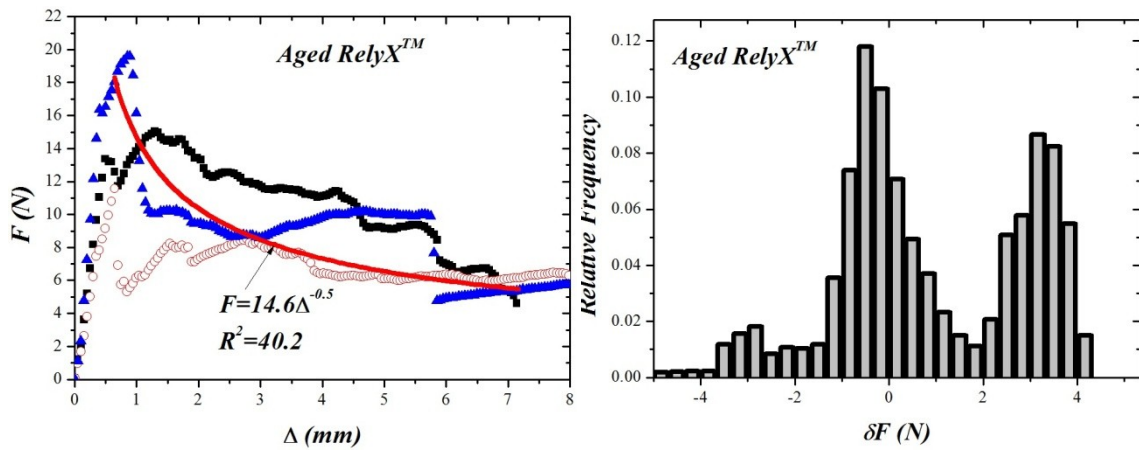


Figure 83. Résultats d'essai sur Rely X après vieillissement humide

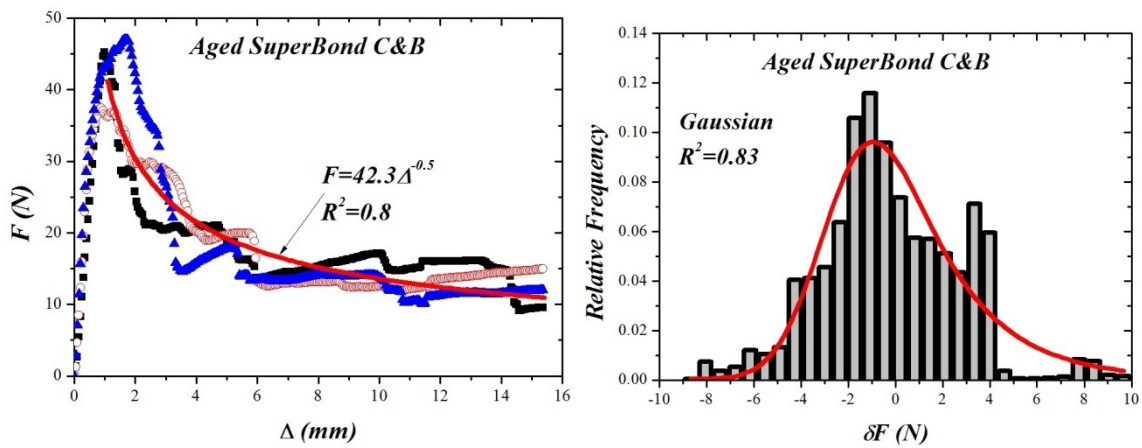


Figure 84. Superbond vieillissement humide

De ces courbes de fissuration, on peut extraire en utilisant le protocole exposé précédemment qui consiste à identifier le taux de restitution d'énergie critique à partir des paramètres de la courbe de tendance F proportionnel à $1/\sqrt{\Delta}$ qui décrit le mieux l'évolution force / déplacement durant la phase de propagation de la fissure. Les résultats sont indiqués sur le graphique 85, et comparés avec ceux obtenus avant exposition à une ambiance humide. On observe un abattement très net des propriétés à rupture des assemblages après exposition à un environnement humide.

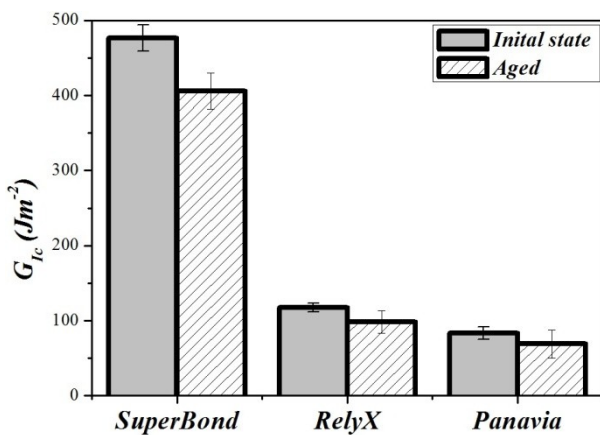


Figure 85. Effet du vieillissement

Des essais complémentaires sont cependant nécessaires pour pouvoir conclure sur ce phénomène, qui peut être attribué à de nombreux effets (post-polymérisation de l'adhésif durant une exposition prolongé à 39°C, effet de l'humidité, relargage d'espèces chimiques non réagies ...). Ici, ces résultats attestent avant tout de la possibilité de discriminer, par cet essai simple de mise en œuvre, des effets qui seraient potentiellement masqués par la forte dispersion observée sur les essais de résistance mécanique.

3.3.3 9. Essai supplémentaire – Effet de vitesse :

L'essai préliminaire avec lequel nous avons introduit les essais de fissuration sur adhésif dentaire, a mis en évidence une dépendance importante de la réponse du système sous charge à la vitesse de déplacement traverse.

Souhaitant investiguer cette essai, nous avons réalisé une série de mesures sur des assemblages Titane/Titane collé avec l'adhésif Superbond C&B. Six essais supplémentaires ont été réalisés dans une gamme de vitesse de déplacement traverse variant de 0.001 mm/min à 100 mm/min.

Les résultats sont représentés en terme d'évolution force/déplacement mais également dans un mode de représentation totalement original, dans un graphique F fonction de $1/\sqrt{\Delta}$. Dans ce mode de représentation, les courbes de fissuration suivent une évolution linéaire dont la pente est indicateur du taux de restitution d'énergie de l'interface.

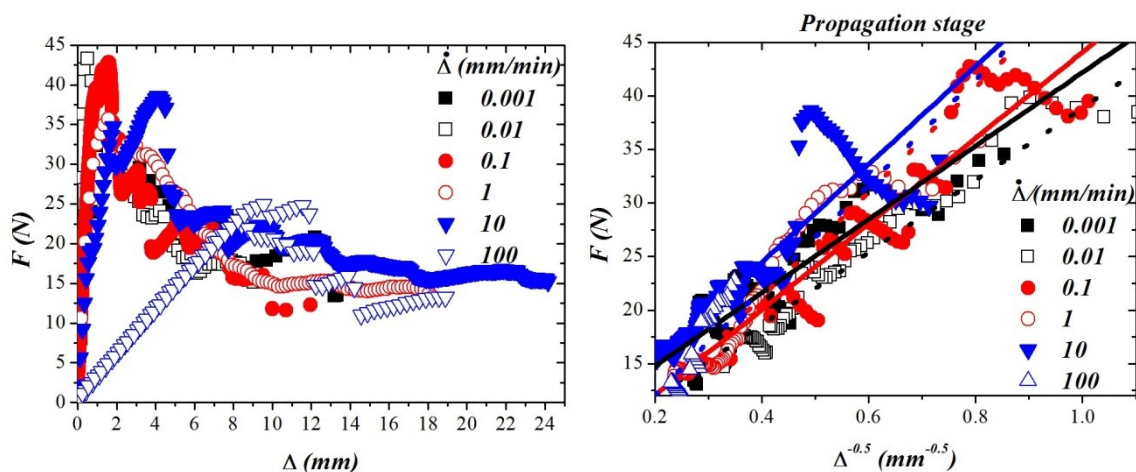


Figure 86. Effet de vitesse Superbond

Sur la figure 87 sont récapitulés les taux de restitution d'énergie critique mesurés en fonction de la vitesse de déplacement traverse appliquée. Nous observons effectivement une relation (toutefois peu marquée) montrant un accroissement de la résistance lorsque la vitesse de sollicitation augmente.

Cette tendance est révélatrice d'un possible comportement visqueux de l'interface, une vitesse de chargement importante ne laissant pas le temps aux phénomènes de viscoélasticité / viscoplasticité de se développer dans l'adhésif.

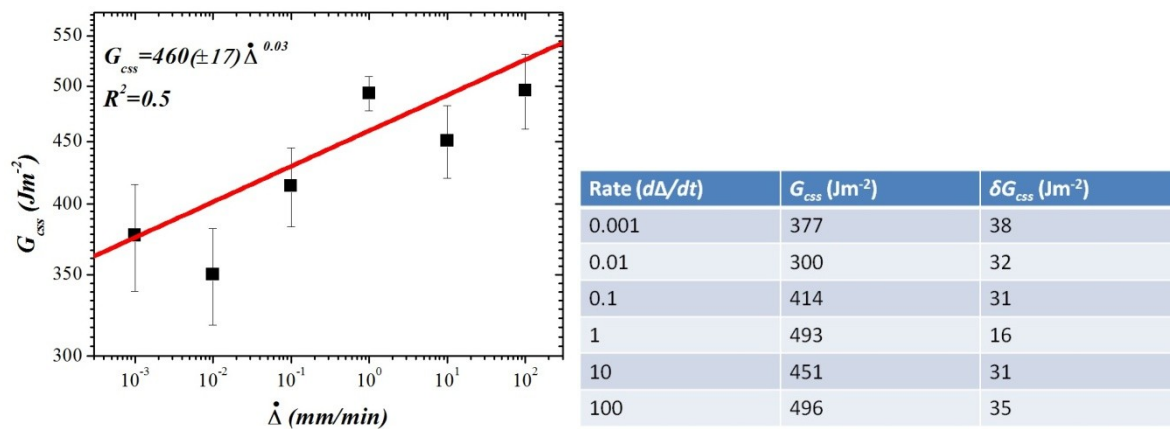


Figure 87. Effet de vitesse superbond.

3.3.3 10. Déformation de l'adhésif en pointe de fissure

Afin de pénétrer plus finement les mécanismes d'endommagement susceptibles de se développer au voisinage du front de fissure, nous avons appliqué une technique développée au sein de l'I2M. Cette méthode, appelée « Backface Strain Monitoring », consiste à mesurer l'évolution de la déformation du substrat flexible durant la fissuration, ce qui permet de sonder la distribution des forces de cohésion liées à la présence de l'adhésif au voisinage du front de fissure.

Les figures 88 à 90, présentent les résultats du modèle développé dans le paragraphe 3.3.3.6, précisent les phénomènes et les grandeurs que l'on cherche à mesurer par cette technique.

La figure 88 a) montre l'évolution de la déflexion du substrat flexible, pour une même force appliquée, dans le cas où la raideur de l'interface est supposée infinie (SBT) ; elle est comparée avec une interface dont la raideur est nulle en cisaillement et finie en tension (Winkler) ainsi qu'avec le résultat du modèle complet (rigidité en tension et cisaillement).

Sur la figure 88 b), sont représentés ces mêmes résultats mais au droit de l'adhésif, le front de fissure étant positionné ici en $x=0$. Nous observons effectivement une zone d'accommodation dont la taille s'approche de π/λ dans laquelle l'adhésif se déforme en tension ainsi qu'en cisaillement. La flèche dans la zone collée est directement proportionnelle, via l'épaisseur, à la déformation en tension de l'adhésif.

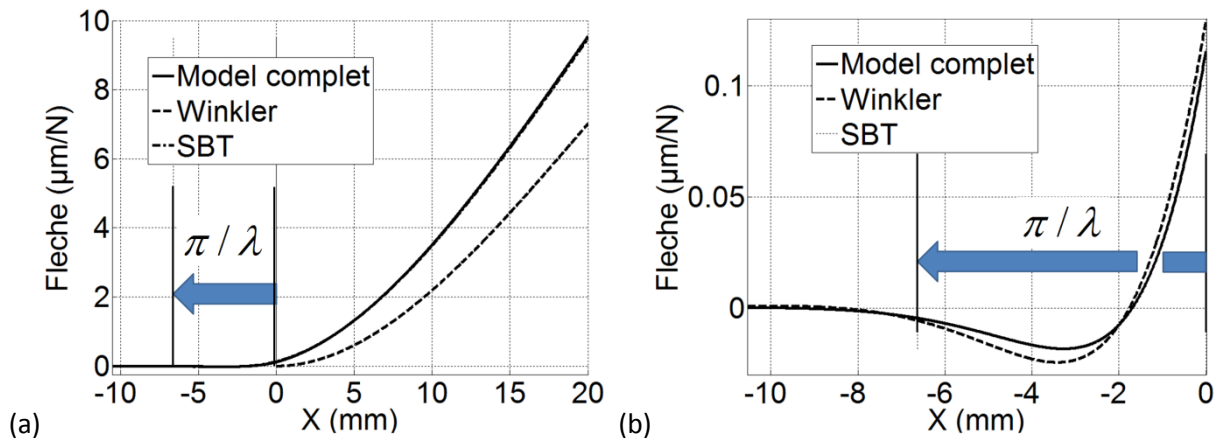


Figure 88. Deflection du substrat flexible. (a) globale, (b) dans la zone collée

Sur la figure 89 a) et b) sont représentées les grandeurs qui traduisent la déformation de la poutre que nous pouvons espérer mesurer.

Pour la première, il s'agit de l'évolution de la rotation locale des sections droites, pour la seconde, il s'agit de la déformation de peau du substrat flexible que l'on mesure avec la technique dite de « backface strain monitoring ».

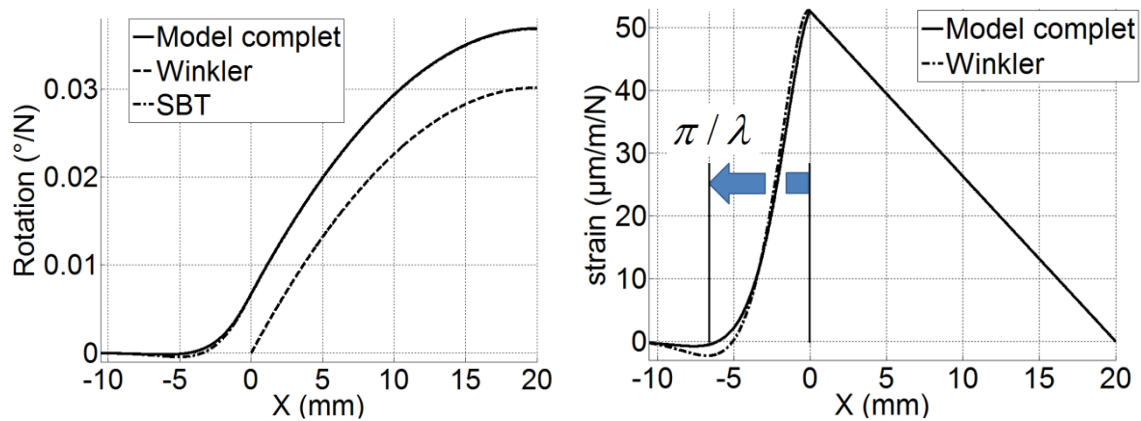


Figure 89. (a) evolution de la rotation, (b) évolution de la déformation de peau

Sur la figure 90, la mesure de l'évolution de la déformation présente plusieurs avantages concernant la mesure. En effet, nous observons que la déformation atteint une valeur maximale au voisinage immédiat du front de fissure, ce qui permet de le localiser. En outre, la déflexion du substrat flexible est très faible au droit de la zone collée, et augmente ensuite rapidement, ce qui masque la zone d'accommodation qui nous intéresse. Au contraire, l'évolution de la déformation permet de distinguer très clairement la zone fissurée ; la déformation évolue linéairement tandis qu'une évolution pseudo-périodique est observée au droit de la zone collée.

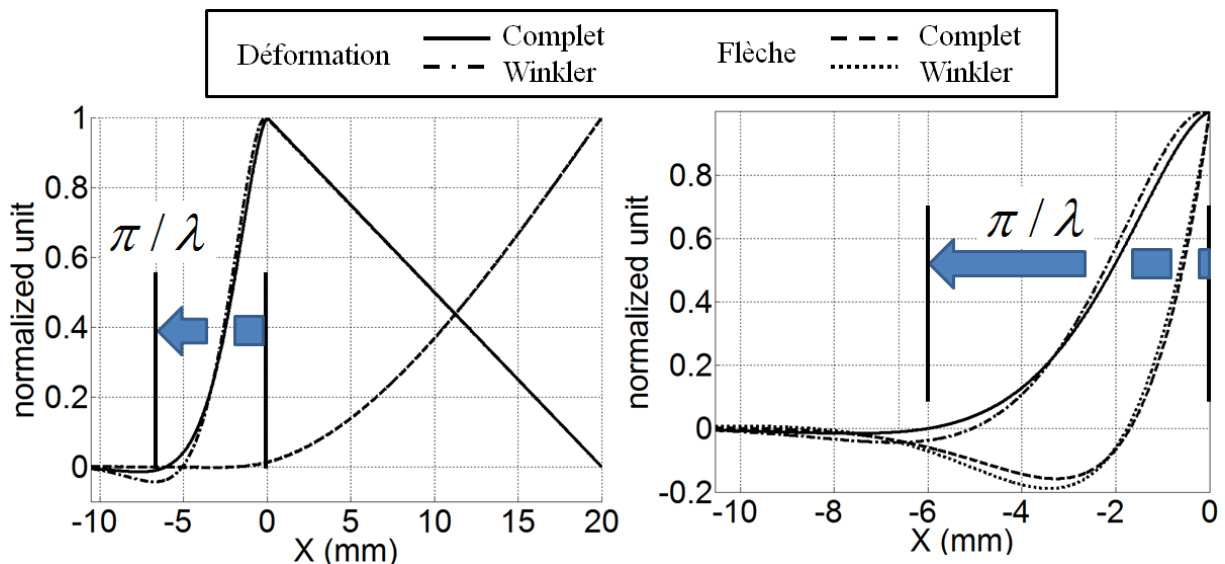


Figure 90. Comparaison des évolutions de déformation et de déplacement.

La difficulté réside dans l'impossibilité de mesurer l'évolution de la déformation le long du substrat de façon à pouvoir observer l'évolution décrite de façon théorique sur la figure 90. En effet, comme décrit sur la figure 91, les capteurs de déformation sont des jauges résistives qui sont fixées par collage à demeure, en un point du substrat flexible. Elles ne

peuvent donc pas être déplacées durant la mesure, et nous ne pouvons que suivre l'évolution du signal de déformation renvoyé par le capteur au cours du temps.

Le protocole de mise en place des capteurs de déformation est décrit sur la figure 91. La jauge résistive de déformation est tout d'abord placée sous un ruban adhésif qui permet de la positionner sur la pièce où elle doit être apposée.

Le ruban adhésif est ensuite soulevé de façon à déposer une goutte de colle cyanoacrylate sous la jauge. Le ruban est ensuite rabattu, puis l'ensemble est pressé le temps nécessaire pour permettre la prise de la colle. Le ruban adhésif est ensuite pelé, laissant la jauge fixée sur l'éprouvette. Des cosses relais sont ensuite fixées en suivant le même processus. Enfin, des fils sont soudés entre les contacteurs de façon à relier la jauge à l'électronique (pont de wheatstone + ampli), ce qui permet de transformer la variation de résistance de l'élément sous l'effet de la déformation de son support en un signal électrique.

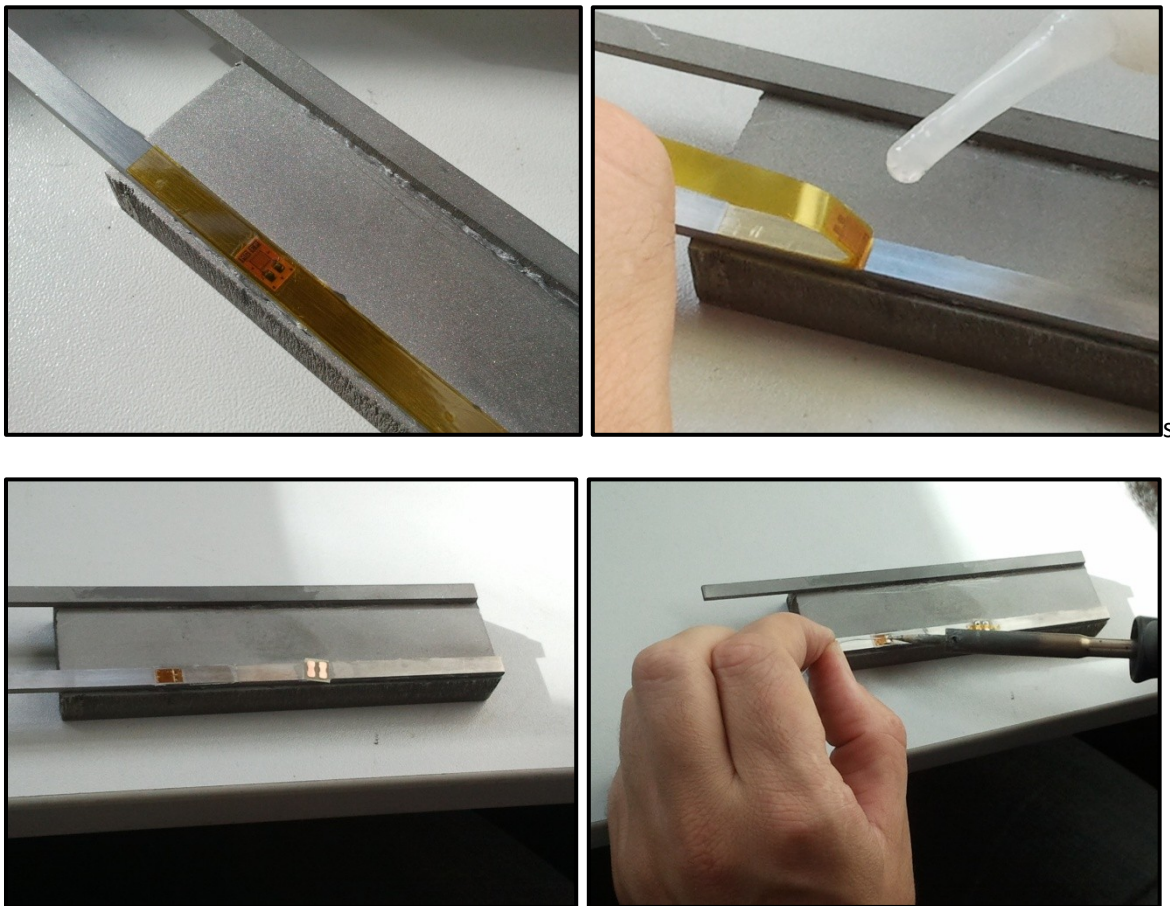


Figure 91. Installation d'une jauge de déformation

Deux essais ont été effectués en utilisant ce protocole de fissuration instrumenté sur un assemblage titane/titane collé avec l'adhésif superbond C&B. Nous présentons ici les éléments principaux de l'analyse qui permettent l'évaluation du comportement de l'interface du point de vue de l'énergie de rupture et de complaisance. La figure 92 montre

les évolutions force/déplacement enregistrées lors de ces deux essais, desquels sont déduites les fluctuations du taux de restitution d'énergie durant la propagation de la fissure.

Le premier essai est effectué à 1mm/min le second à 0.1mm/min. Ces fluctuations de G sont tracées en fonction de a_{app} , les deux quantités étant calculées à partir des mesures instantanées de la force et du déplacement Δ et en employant les relations (3.26) et (3.28).

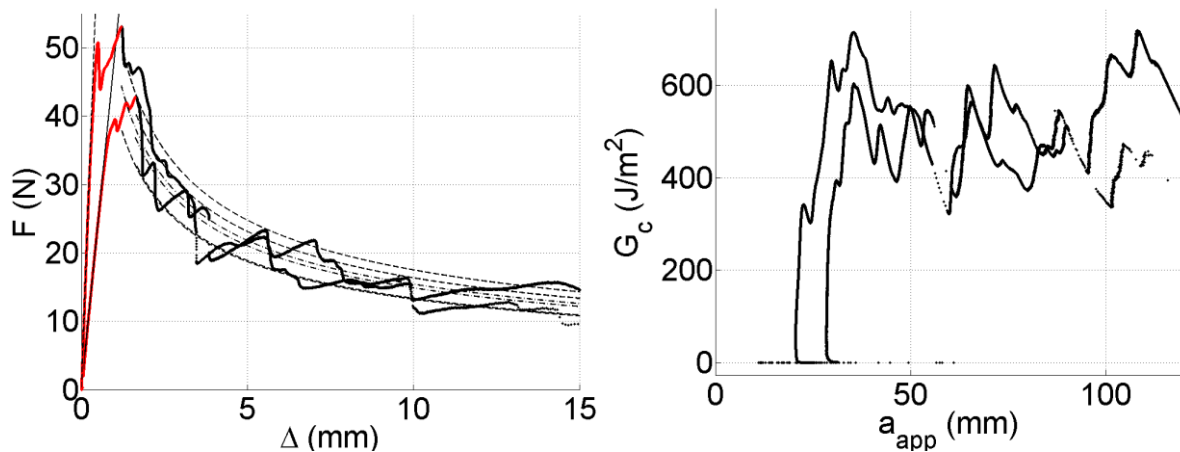


Figure 92. Evolution force / déplacement et taux de restitution d'énergie fonction de a_{app} . Assemblage titane/titane avec superbond C&B.

La figure 93 montre l'évolution de a_{app} au cours du temps lors des deux essais. Nous pouvons observer une évolution « en marches d'escalier » caractéristique d'un comportement type stick slip, où la fissure avance de façon saccadée.

L'observation des faciès de rupture confirme ce comportement marqué par la présence de craquelures dont l'espacement est proche de la distance entre les positions d'arrêt de la fissure.

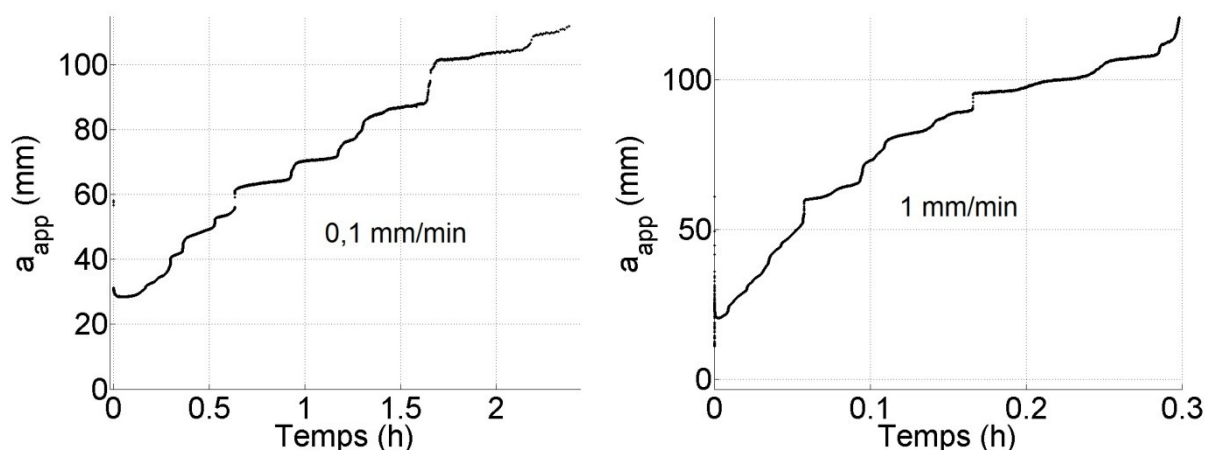


Figure 93. Evolution de la longueur apparente de fissure en cours d'essai pour les des deux essais effectués sur assemblage titane/titane avec adhésif superbond C&B.

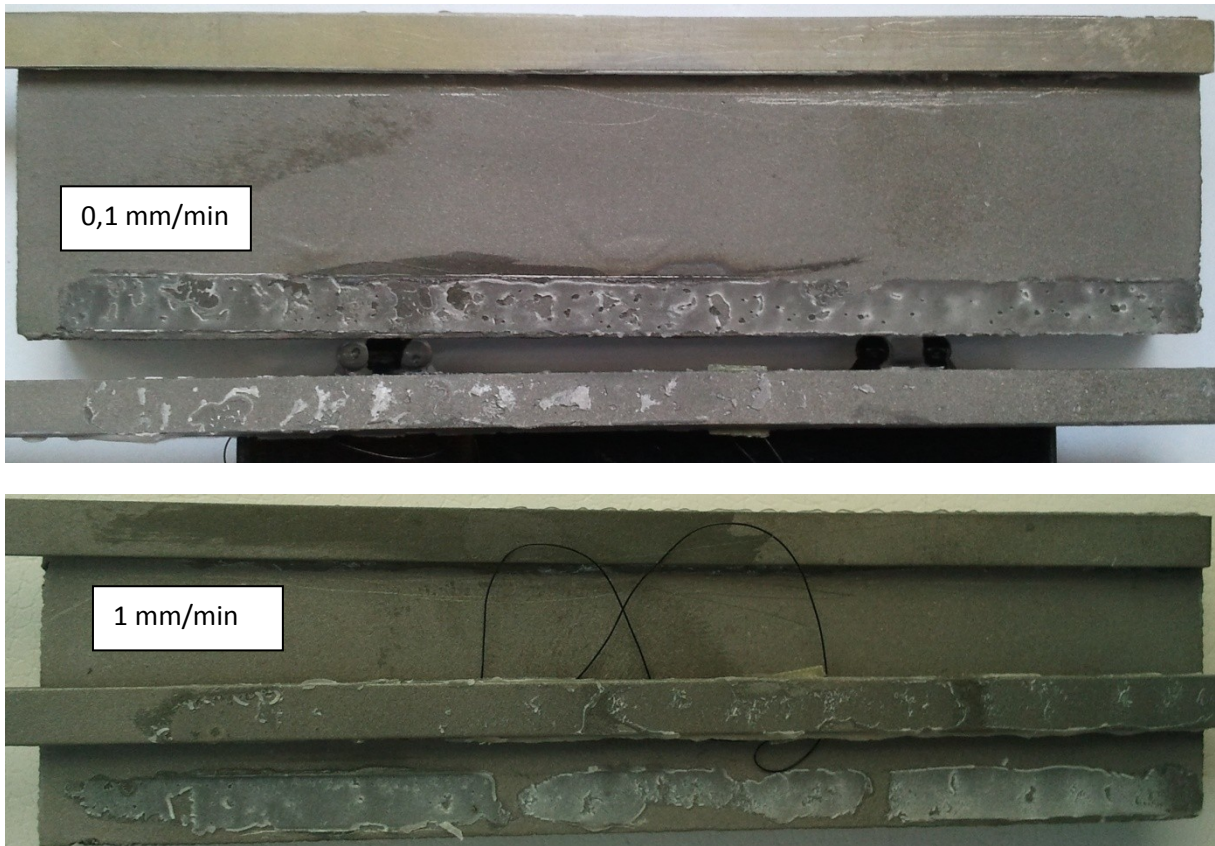


Figure 94. Faciès de rupture assemblage Titane/Titane collé avec Superbond C&B

Sur la figure 95 sont reportées les évolutions de la déformation ε mesurée par la jauge de déformation en cours d'essai et de la déformation normalisée (ε/F). Ces évolutions ne sont pas représentées en fonction du temps mais en fonction de a_{app} . En effet, à défaut de pouvoir déplacer le capteur, nous nous servons de l'avancée du front de fissure au droit du capteur pour détecter l'effet des forces de cohésion sur la déformation du substrat lorsque le front de fissure s'approche du capteur.

La normalisation du signal par la force instantanée permet de s'affranchir des fluctuations du signal liées à la variation de la force appliquée due à la variabilité du comportement de l'interface.

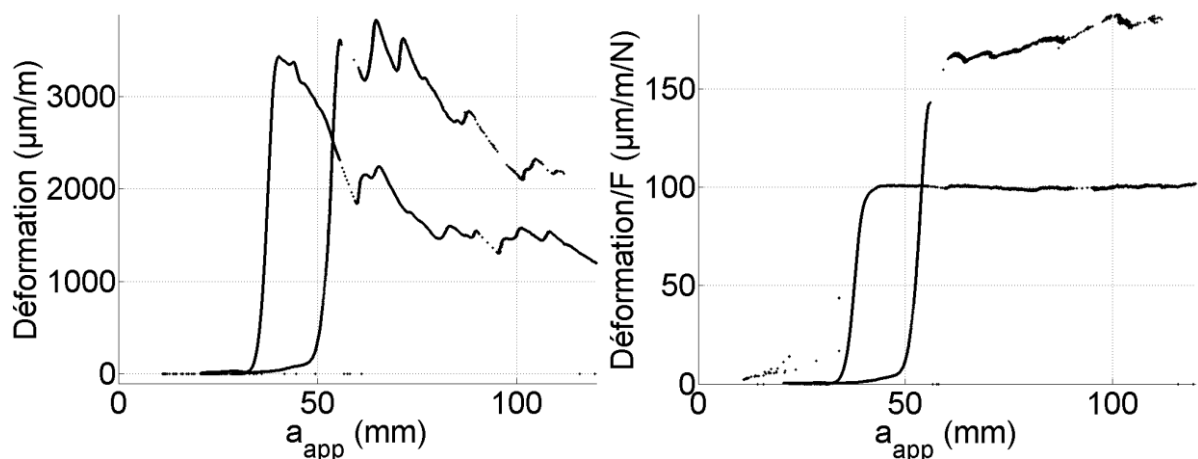


Figure 95. Evolution de la déformation et de la déformation normalisée en fonction de a_{app} .

Sur cette dernière figure 96, les évolutions de la déformation normalisée sont superposées sur le même graphique et décalées sur l'axe des abscisses de façon à confondre les deux courbes.

Nous observons très nettement une transition lente entre les premiers instants de la mesure où le signal de déformation est nul (jauge placée dans la zone collée loin du front de fissure) et les moments où la jauge est placée au droit de la zone fissurée pour lesquels la déformation normalisée atteint une valeur stationnaire.

En élargissant les échelles pour mieux visualiser l'évolution de la déformation dans cette zone de transition, nous observons une variation exponentielle conforme à celle prévue par le modèle présentée au paragraphe 96, qui révèle une zone d'accommodation des contraintes de l'ordre de 10mm. Cette dimension est importante au regard de la taille des éléments utilisés en reconstruction dentaire, et démontre que cet essai peut aussi être considéré comme un essai structure susceptible de permettre l'étude du comportement des interfaces collées.

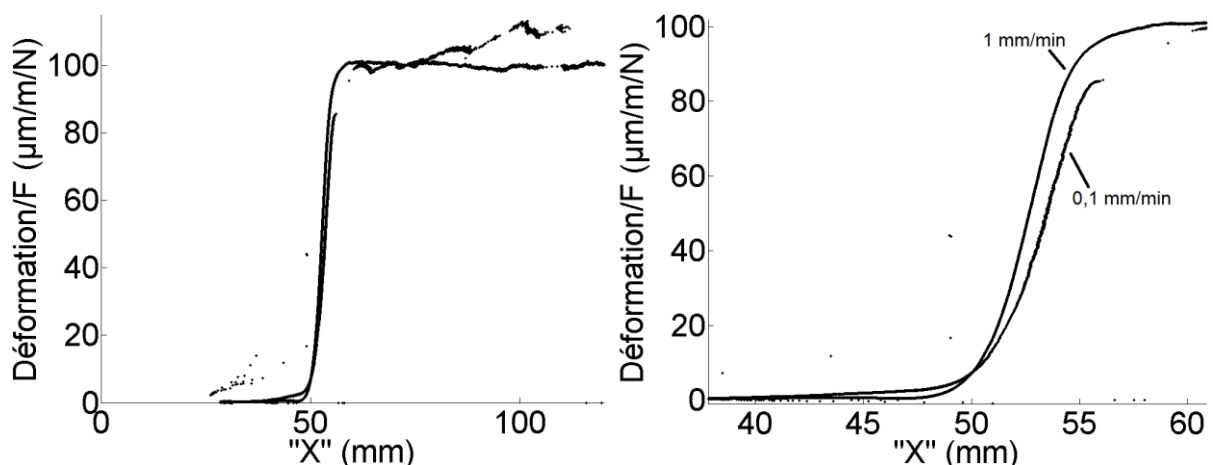


Figure 96. Mise en évidence de la zone d'accommodation en pointe de fissure.

Conclusion & perspectives

Ce travail nous a permis d'analyser et de comparer plusieurs matériaux et matériels couramment employés dans les cabinets dentaires. Les praticiens qui les utilisent quotidiennement n'ont comme principale source de renseignements que les brochures fournies par les laboratoires et distribuées par des commerciaux chargés d'en faire l'explication de texte.

Il nous est apparu au cours de nos rencontres avec les industriels, parmi ceux qui ont accepté de nous recevoir, qu'ils considèrent n'avoir aucun problème particulier à résoudre étant donnée la qualité éprouvée de leurs produits que nombre de tests (fournis par eux-mêmes) cautionnent. Pourtant il nous a semblé, dans l'analyse de nos résultats, qu'il existait une grande disparité de comportements entre tous ces produits et que nous ne pourrions pas conclure objectivement qu'ils remplissent également les cahiers des charges.

Par conséquent, il est apparu davantage de nouvelles questions restées pour le moment en suspens, que de véritables résultats quantitativement significatifs. Cela présage de quelques études supplémentaires que nous ne manquerons pas de mettre en œuvre...

Il se dessine néanmoins quelques tendances : la première, concernant les matériaux de comblement osseux où nous remarquons des disparités de comportement intéressantes sur le plan clinique car ce qui est utile pour une indication clinique compromet beaucoup les résultats d'une autre. Ainsi, un matériau très stable mais non résorbable pourra convenir parfaitement pour une augmentation de volume à dessin prothétique (volume sous pontique de bridge) mais si l'objectif clinique consiste dans le positionnement d'un implant, la régénération osseuse devient un facteur essentiel auxquels peu de matériaux peuvent prétendre.

La seconde tendance concernant l'instabilité implantaire où malgré des contraintes extrêmement importantes imposées sur les différents complexes implanto-prothétiques étudiés, nous avons en effet pu relever des différences de stabilité dans les connectiques mais à une échelle très inférieure à celle que nous avons perçue en lisant les travaux de Paul Weigl dans lesquels les mouvements filmés à très fort grossissement semblaient condamner les implants en cause à être remisés dans le fond de leurs usines. Il serait donc intéressant de compléter notre étude par une approche de calculs de capillarité de la pénétration de liquide dans le hiatus formé afin de déterminer dans quelle mesure la salive peut pénétrer le hiatus et rester stockée dans la jonction implant-pilier.

Enfin, la troisième tendance concernant les polymères dentaires où l'on peut être surpris de constater que la technologie rend ces produits plus facilement manipulables et polymérisables mais que, concernant l'approche assez théorique qui fût la notre (en ne travaillant uniquement que sur des supports non biologiques), les meilleurs résultats aux tests furent donnés par le super-bond, matériau qui fait date mais qui se maintient en tête du classement des meilleures colles dentaires. Nous n'avons pu hélas, déterminer si l'apport de la colle au sein du joint implantaire aurait du sens en terme d'étanchéité, ni si la vis de transfixation du pilier prothétique gagnerait en stabilité par l'usage de la colle, questions restées pour l'heure sans réponses bien qu'elles aient été les premières à se poser au début de cette étude.

Ainsi, les interrogations fondamentales ouvrent un champ infini de questions en sciences également .

Bibliographie

Accorsi-Mendonça T, Baltazar Conz M, Cristina Barros T and al. Physicochemical Characterization of 2 deproteinized bovine xenografts. *Braz Oral Res* 2008; 22, 1: 5-10

Anbar M, Farley EP (1974) potential use of polyphosphonates as adhesives in the restoration of teeth. *J Dent Res* 53: 879-888

Ashby Michaël F, Jones David R.H. Matériaux vol 1. Propriétés, applications et conception, 3^{ème} éd. 2008, 100.

Attal JP (1995), Etude des mécanismes d'adhésion et d'adhérence aux tissus dentaires calcifiés. Thèse d'Université René Descartes :15-16

Ayad, M.F., Johnston, W.M., Rosenstiel, S.F., Influence of tooth preparation taper and cement type on recementation strength of complete metal crowns, the journal of prosthetic dentistry, 2009, 102(6), 354-361

Baier RE, Meyer AE, Natiella RR, Carter JM. Surface properties determine bioadhesive outcomes : Methods and results. *J Biomed Mater Res.* 1984;18:337-355.

Bowen RL (1965). Adhesive bonding of various materials to hard tissue. Part II Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. *J Dent Res* 44: 895-902

Branemark PI, Zarb GA, Albrektsson T. Tissue-integrated prosthese. Osseointegration in clinical dentistry. Chicago: Quintessence books, 1985.

Buonocore MG, Wilemen W, Brudevold F (1956). A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res* 35: 846-851

Buonocore MG, Wilemen W, Brudevold F (1956). A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. *J Dent Res* 35: 846-851

Burke FJT, Mc Caughey AD (1995). The four generations of dentin bonding. *Am J Dent* 8: 88-92

Chappell RP, Eick JD, Mixson JM, et al (1990). Shear bond strength and scanning electron microscopic observation of four dentinal adhesives. *Quintessence Int* 21: 303-310

Cognard J (1995). Polycopiés DEA Module interface

Davarpanah M, Martinez M, Kebir M, Tecucianu JF. Manuel d'implantologie Clinique 2000, 2-8.

Davidson CL, De Gee AJ, Feilzer A (1984). The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerisation contraction stress. *J Dent Res* 63 (12): 1396-1399

- Davies JE. The importance and measurement of surface charge species in cell behavior at the biomaterial interface. In: Ratner B.D.(ed). Surface Characterisation of Biomaterials. Elsevier Science Publishers B.V., Amsterdam 1988;219-234.
- De Sarran A (1880). De quelques travaux récents en odontologie. Archives générales de la médecine. Rev critique du 1 oct 1878 et 1 janv 1879.
- Degrange M (1990) Les biomatériaux d'obturation coronaire: critères de selection. Réal Clin 1 : 9-25
- Degrange M, Attal JP, Theimer K (1994). Les systems adhesives dentinaires de 4ème generation: vers une dentisterie adhesive étanche ? In : Odontologie et Stomatologie, Entretiens de Bichat, Paris, Expansion Scientifique Française 13-18
- Delong R, Douglas (1983). Development of an artificial oral environment for testing dental restoratives : bi-axial force and movement control. J Dent Res 62: 32-36
- Ektessabi AM, Otsuka T, Tsuboi Y, Yokoyama K, Albrekton T, Sennerby L, Johansson C. Application of micro beam pxe to detection of titanium ion release from dental and orthopaedic implants. Int J of PIXE, 1994;4:81-91
- Ernst, C.P., Cohnen, U., Stender, E., Willershausen, B., In vitro retentive strength of zirconium oxide crowns using different luting agents, 2005, the journal of prosthetic dentistry, 93(6), pp 551-558
- Fauchard Pierre. Le chirurgien-dentiste ou traité des dents. 2^{ème} Ed. 1746.
- Ferrari JL, Sadoun M. Classification des céramiques dentaires. Cah Prothèse 1995 ;89 :17-26.
- Figueiredo M, Henriques J, Martins G and al. Physicochemical Characterization of Biomaterials Commonly Used in Dentistry as Bone Substitutes – Comparison with Human Bone. J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater 2010; 92B: 409-419
- Fonseca, R.G., dos Santos Paes de Almeida J.G., Haneda, I.G., Adabo, G.L., Effect of metal primers on bond strength of resin cements to base metals, the journal of prosthetic dentistry, 101(4), 262-268
- Fusa T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M (1979). Non- pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. J Dent Res 58, 1364-1370
- Glauser R, Schupbach P, Gottlow J, Hammerle CH. Periimplant soft tissue barrier at experimental one-piece mini-implants with different surface topography in humans: a light-microscopic overview and histometric analysis. Clin. Implant Dent Relat Res 2005, 7(suppl 1): 544-551.
- Goldberg M (1987). Structures de l'émail, de la dentine et du ciment: composition et propriétés– implications cliniques. Composites postérieurs/ P Aldin et al. Paris : 7-28
- Gwinnett AJ (1992). Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. Am J Dent 5: 127-129
- Hanson S. Surface Roughness parameters as predictors of anchorage strength in bone : a critical analysis. J. Biomechanics 2000; 1297-1303.

Holger Zipprich, Paul Weigl, Bodo Lange, Hans-Christoph Lauer.(2007. Micromovements at the implant-abutment interface: measurement, causes and consequences. *Implantologie* 2007;15(1):31-46

J.Colat-Parros, F. Jordana. Titane et implant. 5^{ème} éd. Polycopié du cours 2011-2012

J.-M. Poujade, C. Zerbib, D. Serre . Céramiques dentaires. EMC (Elsevier Masson SAS, Paris), *Odontologie*, 23-065-G-10, 2004, *Médecine buccale*, 28-215-M-10, 2008.

Joschek S, Nies B, Krotz R and al. Chemical and physiochemical characterization of porous hydroxyapatite ceramics made of natural bone. *Biomaterials* 2000; 21: 1645-1658

Jung RE, Pjetursson BE, Glauser R, Zeurbic A, Zwahlen M, Lang NP. A systematic review of the 5-year survival and complication rates of implant-supported single crowns. *Clin Oral Implants Res.* 2008 Féb; 19 (2): 119-130.

Kanca J (1992). Resin bonding to wet substrate. I. Bonding to dentin. *Quint Int* 23: 39-41

Kieswetter K,Schwartz Z, Boyan BD. The role of implant surface characterist in healing of bone, *Crit Rev Oral Biol Med* 1996;7,(4):329-345.

Komine, F., Tomic, M., Gerds, T., Strub, J.R., Influence of different adhesive resin cements on the fracture strength of aluminum oxide ceramic posterior crowns, 2004, the journal of prosthetic dentistry, 92(4), pp 359-364.

Lekholm U, Zarb GA. Patient selection and preparation. In: Branemark PI, Zarb GA, Albrektsson T. *Tissue-integrated prostheses: osseointegration in clinical dentistry.* Chicago: Quintessence Publ. 1985.

Lugowski SJ, Smith C, Mchugh AD, Van Loon JC. Release of metal ions from dental implant materials in vivo: determination of Al, Co, Cr, Mo, Ni, V, and Ti in organ tissue. *J Bioed Mater Res* 1991;25:1443-1458.

Marc Fery. L'or . Fery Labor. Esneux. Oct 2011 ([source internet](#))

Masuhara E, Kojima K, Kimura T (1962). Studies on dental self-curing resins. Effect of alkylboran on the polymerization of methacrylate with benzoyl-peroxide. *Rep. Inst. Dent Mater* 2: 368-374

Michailescu PM, Marciano J, Grieve AR, Abadie MJM (1995). An in vivo recording of variations in oral temperature during meals: a pilot study. *J Prosthet Dent* 73: 214-218

Miller, B.H., Nakajima, H., Powers, J.M., Nunn, M.E., Bond strength cements and metals used for endodontic posts, *Dent. Mater.*, 1998, 14, pp 312-320.

Miller, B.H., Nakajima, H., Powers, J.M., Nunn, M.E., Bond strength between cements and metals used for endodontic posts, 1998, *Dental Materials*, 14, pp 312-320

Morneburg, TR, Proschel PA. In vivo forces on implants influenced by occlusal scheme and food consistency. *Int J Prosthodont.* 2003;16(5):481-486

Munksgaard EC, Itoh K, Jorgensen KD (1985). Dentin-polymer bond in resin fillings tested in vitro by thermo and load cycling. *J Dent Res* 92: 544-548

Mustafa K., Silva Lopez B., Hultenby K., Wennerberg A., Arvidson K.: Attachment and proliferation of human oral fibroblasts to titanium surfaces blasted with TiO₂ particles. A scanning electron microscopic and histomorphometric analysis/ *Clin Oral Impl Res* 1998, 9: 195-207.

Ozturk, A.N., Belli, S., Eskitascioglu, G., The in vitro effect of pulpal pressure and luting agent on tensile bond strength of complete cast crowns, 2004, *The journal of prosthetic dentistry*, 91(3), pp 253-256

Passuti et al. Macroporous calcium phosphate ceramic performance in human spine fusion. *Clin Orthop relat Res* **1989**;248:169-76).

Phillips RX (1970). Composite restorative resins. *J Am Dent Assoc* 80 :357-358

Prati C, Nucci C, Montanari G (1991). Shear bond strength and microleakage of dentin bonding systems. *J Prosthet Dent* 65: 401-407

Rasmussen, S.T., Analysis of dental shear bond strength tests, shear or tensile ?, 1996, *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 16, pp 147-154.

Saime Sahin, Murat C.Cehreli, Emine Yalçın. The influence of functionnal forces on the biomchanics of implant-supported prostheses – a review. *J of Dentistry* 2002,30:271-282.

Schliephake H, Reiss G, Urban R, Neukam FW, Guckel S. Metal release from titanium fixtures during placement in the mandibule: an experimental study.*Int J Oral Maxillofac Implants* 1993;8:502-5155

Schroeder A., Van Der Zypen E., Stich H., Sutter F. The reaction of bone, connective tissue and epithelium to endosteal implants with sprayed titanium surfaces. *J Maxillofac Surg* 1991;9:15-25.

Shin YK, Han CH, Heo SJ, Kim s, Chun H. Radiographic evaluation of marginal bone level around implants with different neck designs after 1 year. *Int J. Oral Maxillofac. Implants* 2006, 21:789-794.

Söderholm KJM (1991). Correlation in vitro and in vivo performance of adhesive restorative materials: Talk group report. *Dent Mater* 7: 74-83

Stanley HR, Pereira JC, Spiegel E et al. (1983). The detection and prevalence of reactive and physiologic sclerotic dentine, reparative dentin and dead tracts beneath various types of dental lesions according to tooth surface and age. *J Oral Pathol* 12: 257-289.

Stavropoulos A, Karring T, Kostopoulos L. Fully vs. partially rough implants in maxillary sinus floor augmentation: a randomized-controlled clinical trial. *Clin Oral Implants Res* 2007, 18:95-102.

Tadic D, Epple M, A thorough physicochemical characterization of 14 calcium phosphate-based bone substitution materials in comparison to natural bone. *Biomaterials* 2004; 25: 987-994

Takeyama M, Kashibuchi N , Nakabayashi N, Masuhara E (1978). Studies of dental self curing resins. Adhesion of PMMA with bovine enamel or dental alloy. *J Jap Soc* 19: 179-185

Torney DL (1978). The retentive ability of acid-etched dentin. *J Prosthet Dent* 39: 169-172

Triolo PT, Swift EJ (1993). Shear bond strengths of ten dentin adhesive systems. *Dent Mater* 8: 370-374

Tulunoglu, I.F., Beydemir B., Resin shear bond strength to porcelain and base metal alloy using two polymerization schemes, 2000, *The journal of prosthetic dentistry*, 83(2), pp 181-186.

Van Meerbeek B, Vanherle G, Lambrechts P, Braem M (1992). Factors affecting adhesion to mineralized tissues. *Oper dent* 5 (suppl): 111-124

Watanabe, I., Watanabe, E., Yoshida, K., Okabe, T., Effect of surface contamination on adhesive bonding of cast pure titanium and Ti-6Al-4V alloy, 1999, *the journal of prosthetic dentistry*, 81(3), pp 270-276.

Wennerberg A., Hallgren C., Johansson C., Danelli S. : A histo morphometric evaluation of screw-shaped implants each prepared with two surface roughness / *Clin Oral Impl Res* 1998, 9: 11-19.

Woodman J, Jacobs JJ, Galante JO, Urban R. Metal ion release from titanium-based prosthetic segmental replacements of long bones in baboons : a long term study. *J of Biomed Mater Res* 1984;18:463-466

Yamagami A, Nishio Y, Yoshihara Y. Influence of surface topology of titanium implant on fixation in the bone. Abstract Fourth World Biomaterials Congress April 24-28 1992, Berlin, Germany

Yoshida, K., Atsuta, M., Effects of adhesive primers for noble metals on shear bond strengths of resin cements, 1997, *Journal of dentistry*, 25(1), pp 53-58

Résumé :

La solution la plus favorable cliniquement au remplacement des dents absentes est aujourd'hui la mise en place d'implants dentaires.

Cette technique nécessite la maîtrise de plusieurs problématiques qui s'articulent autour des interfaces du système. Celles-ci sont au nombre de trois soit : l'interface os-implant, l'interface implant-pilier prothétique et l'interface pilier prothétique-prothèse.

Dans cette étude, nous analysons les matériaux mis en présence au sein des interfaces et ce, par le biais de l'analyse mécanique afin d'apporter une contribution objective au choix clinique des matériaux par les praticiens.

Les substituts osseux sont ainsi étudiés sous le prisme de leur stabilité mécanique, servant de trame à la reconstruction osseuse au contact de l'implant.

Plusieurs systèmes implantaires (ensemble implant-pilier prothétique) sont ensuite étudiés pour en évaluer également la stabilité, gage de solidité du système et d'absence de dévissage.

Enfin, plusieurs polymères dentaires sont évalués et comparés afin d'établir leur apport dans la solidité du complexe implanto-prothétique

Summary:

Today, the most favorable clinical solution for replacing absent teeth are dental implants.

Several problems has to be addressed to master this technique, in particular those concerning the design of the many interfaces of this system. The three main interfaces are : the bone-implant junction, the implant-prosthetic pillar contact and prosthetic pillar-prosthesis assembly.

In this study, the mechanical behavior of the constitutive materials of the system is evaluated to supply unbiased criteria to the practitioners for selecting the right materials in clinical conditions.

Thus, bones substitutes are studied to evaluate their mechanical stability which is necessary condition to ensure bone reconstruction in contact with the implant surface.

Then, several implant systems (implant + prosthetic pillar) are tested to estimate their stability, which guaranty solid system and prevent from any unscrewing failure.

Finally, several dental polymers are evaluated and compared to establish their contribution in the implanto-prosthetic system robustness.