



HAL
open science

Effet du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques de 2 ciments verres ionomères à haute viscosité: tests de microdureté et de compression

Sacha Koskas

► To cite this version:

Sacha Koskas. Effet du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques de 2 ciments verres ionomères à haute viscosité: tests de microdureté et de compression. Médecine humaine et pathologie. 2020. dumas-03046703

HAL Id: dumas-03046703

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03046703v1>

Submitted on 8 Dec 2020

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

UNIVERSITÉ NICE-SOPHIA ANTIPOLIS
FACULTÉ DE CHIRURGIE DENTAIRE
24 Avenue des Diabes Bleus, 06357 Nice Cedex 04

**EFFET DU VIEILLISSEMENT THERMIQUE SUR
LES PROPRIETES MECANQUES DE
2 CIMENTS VERRES IONOMERES A HAUTE VISCOSITE :
TESTS DE MICRODURETE ET DE COMPRESSION**

Année 2020

Thèse n° 42-57-20-18

THÈSE

Présentée et publiquement soutenue devant
la Faculté de Chirurgie Dentaire de Nice
Le 11/09/2020 par

Monsieur Sacha KOSKAS

Né(e) le 20/06/1994 à Antibes
Pour obtenir le grade de :

DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE (Diplôme d'État)

Examineurs :

| | | |
|-----------------------------|---------------------------------|---------------------------|
| Madame le Professeur | Laurence LUPI-PEGURIER | Président du jury |
| <u>Madame le Professeur</u> | <u>Nathalie BRULAT-BOUCHARD</u> | <u>Directeur de thèse</u> |
| Madame le Professeur | Claire LASSAUZAY | Assesseur |
| Monsieur le Docteur | Éric LEFORESTIER | Assesseur |
| Madame le Docteur | Clara JOSEPH | Membre invité |

CORPS ENSEIGNANT

56^{ème} section : DEVELOPPEMENT, CROISSANCE ET PREVENTION

Sous-section 01 : ODONTOLOGIE PEDIATRIQUE ET ORTHOPEDIE DENTO-FACIALE

Professeur des Universités : Mme MANIERE-EZVAN Armelle
Professeur des Universités : Mme MULLER-BOLLA Michèle
Maître de Conférences des Universités : Mme JOSEPH Clara
Maître de Conférences des Universités Associé : Mme OUEISS Arlette
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme AIEM TORT-ALVAREZ Elody
Assistant Hospitalier Universitaire : Mr CAMIA Julien
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme MASUCCI Caterina

Sous-section 02 : PREVENTION, EPIDEMIOLOGIE, ECONOMIE DE LA SANTE, ODONTOLOGIE LEGALE

Professeur des Universités : Mme LUPI Laurence
Maître de Conférences des Universités Associé : Mme BORSA Leslie
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme FRENDO Marie
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme MERIGO Elisabetta

57^{ème} section : CHIRURGIE ORALE ; PARODONTOLOGIE ; BIOLOGIE ORALE

Sous-section 01 : CHIRURGIE ORALE ; PARODONTOLOGIE ; BIOLOGIE ORALE

Professeur des Universités : Mme PRECHEUR-SABLAYROLLES Isabelle
Maître de Conférences des Universités : Mr BENHAMOU Yordan
Maître de Conférences des Universités : Mr COCHAIS Patrice
Maître de Conférences des Universités : Mme DRIDI Sophie Myriam
Maître de Conférences des Universités : Mme RAYBAUD Hélène
Maître de Conférences des Universités : Mme VINCENT-BUGNAS Séverine
Maître de Conférences des Universités : Mme VOHA Christine
Assistant Hospitalier Universitaire : Mr BORIE Gwenaël
Assistant Hospitalier Universitaire : Mr CHARBIT Mathieu
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme FISTES Elene-Maria

58^{ème} section : REHABILITATION ORALE

Sous-section 01 : DENTISTERIE RESTAURATRICE, ENDODONTIE, PROTHESES, FONCTION-DYSFONCTION, IMAGERIE, BIOMATERIAUX

Professeur des Universités : Mme BERTRAND Marie-France
Professeur des Universités : Mr BOLLA Marc
Professeur des Universités : Mme BRULAT-BOUCHARD Nathalie
Professeur des Universités : Mme LASSAUZAY Claire
Professeur des Universités : Mr MAHLER Patrick
Professeur des Universités : Mr MEDIONI Etienne
Professeur des Universités Emérite : Mr ROCCA Jean-Paul
Maître de Conférences des Universités : Mr ALLARD Yves
Maître de Conférences des Universités : Mr CEINOS Romain
Maître de Conférences des Universités : Mme EHRMANN Elodie
Maître de Conférences des Universités : Mr LAPLANCHE Olivier
Maître de Conférences des Universités : Mr LEFORESTIER Eric
Maître de Conférences des Universités : Mme POUYSSEGUR-ROUGIER Valérie
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme ABID Sarah
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme AZAN Cindy
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme BECQUART Mathilde
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme DEMARTY Laure
Assistant Hospitalier Universitaire : Mme GROSSI Vanina
Assistant Hospitalier Universitaire : Mr LAMBERT Gary
Assistant Hospitalier Universitaire : Mr LONJON Jean-Baptiste
Assistant Hospitalier Universitaire : Mr PARNOT Maximilien

Remerciements

A Madame le Professeur Laurence LUPI-PEGURIER

*Docteur en Chirurgie Dentaire
Professeur des Universités - Praticien Hospitalier
Responsable de sous-section Prévention, Epidémiologie, Economie de la santé,
Odontologie Légale
Doyen de la faculté d'Odontologie de Nice*

Je vous remercie de l'honneur que vous me faites de présider le jury de ma thèse. Vous avez toujours été présente et engagée à ce que ces années d'études soient pour moi et beaucoup d'entre nous une expérience positive et agréable par votre écoute, votre engagement et votre sourire. Je vous remercie pour l'aide précieuse que vous m'avez apporté pour la partie « statistiques » de ce travail. Veuillez trouver dans ces pages l'expression de ma profonde reconnaissance ainsi que mon respect pour tout ce que vous faites au quotidien pour cette faculté.

A Madame le Professeur Nathalie BRULAT-BOUCHARD

*Docteur en Chirurgie Dentaire
Professeur des Universités – Praticien Hospitalier
Département de Dentisterie Restauratrice, Endodontie, Prothèses, Fonction-Dysfonction,
Imagerie, Biomatériaux*

Je vous remercie d'avoir dirigé ce travail à mes côtés, qui fût un réel plaisir. Je me souviendrai toujours de ces journées à retourner les problématiques rencontrées dans tous les sens afin de trouver des solutions. Merci pour votre aide lors des essais sans laquelle ce travail n'aurait pas vu le jour. Vous m'avez toujours, à l'hôpital comme à la faculté, poussé pour que je donne le meilleur de moi-même et que je devienne le praticien que je souhaite devenir (avec quelques anecdotes qui me resteront à vie). En espérant que ce travail soit à la hauteur de votre respect, veuillez y voir l'expression de ma gratitude et de mon affection à votre égare.

A Madame le Professeur Claire LASSAUZAY

Docteur en Chirurgie Dentaire
Professeur des Universités – Praticien Hospitalier
Département de Dentisterie Restauratrice, Endodontie, Prothèses, Fonction-Dysfonction,
Imagerie, Biomatériaux
Chef du Pôle Odontologie du CHU de Nice

Je vous remercie de l'honneur que vous me faites de siéger au sein de ce jury de thèse. Votre rigueur bienveillante à mon égard durant toutes ces années fût l'un des moteurs de ma persévérance. De votre part, j'ai toujours senti du respect, accompagné d'une envie de me pousser vers l'amélioration de ma pratique. Enfin, ce fût un plaisir d'accompagner vos travaux pratiques en dernière année. Veuillez trouver dans ce travail, l'expression de mon respect et de ma gratitude.

A Monsieur le Docteur Éric LEFORESTIER

Docteur en Chirurgie Dentaire
Maître de Conférence des Universités
Département de Dentisterie Restauratrice, Endodontie, Prothèses, Fonction-Dysfonction,
Imagerie, Biomatériaux

Je vous remercie d'avoir accepté de siéger dans le jury de ma thèse. Votre enseignement et votre aide en clinique ont été pour moi des moteurs de discipline et de rigueur qui m'ont poussé à vouloir me dépasser. C'est avec fierté que je vous présente ce travail sur les biomatériaux en espérant qu'il sera à la hauteur de vos exigences. Veuillez y trouver l'expression de ma gratitude et de mon plus grand respect.

A Madame le Docteur Clara JOSEPH

Docteur en Chirurgie Dentaire
Maître de Conférence des Universités – Praticien Hospitalier
Département d'Odontologie Pédiatrique et Orthopédie Dento-Faciale

Je vous remercie d'avoir accepté de juger de mon travail. Ce fût un immense plaisir de vous avoir comme enseignante durant toutes ces années. Je garde un souvenir extrêmement positif des vacances de pédodontie passées à vos côtés en grande partie grâce à votre gentillesse, votre humour et votre passion. Vos enseignements théoriques et pratiques de qualité m'ont donné les outils pour approcher cette discipline avec méthodologie, rigueur intellectuelle et compassion. Je vous prie de trouver dans ce travail, l'expression la plus sincère de ma gratitude.

TABLE DES MATIERES

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCTION | 9 |
| I. LES CVI HAUTE VISCOSITE | 11 |
| 1. DEFINITION | 11 |
| 2. COMPOSITION | 11 |
| 2.1. La poudre | 12 |
| 2.2. Le liquide | 12 |
| 3. REACTION DE PRISE | 13 |
| 3.1. Dissolution | 13 |
| 3.2. Gélification | 14 |
| 3.3. Durcissement | 14 |
| 4. PROPRIETES | 16 |
| 4.1. Adhésion aux tissus dentaires | 16 |
| 4.2. Etanchéité | 17 |
| 4.2.1. Etanchéité immédiate | 17 |
| 4.2.2. Etanchéité retardée | 17 |
| 4.3. Propriétés biologiques | 18 |
| 4.3.1. Biocompatibilité | 18 |
| 4.3.2. Bioactivité | 18 |
| 4.4. Propriétés mécaniques | 18 |
| 5. OBJECTIFS DE L'ETUDE | 19 |
| II. L'ETUDE EXPERIMENTALE | 20 |
| 1. MATERIELS | 20 |
| 1.1. FUJI TRIAGE™ de GC™ | 20 |
| 1.2. EQUIA Forte HT Fil™ de GC™ | 21 |
| 1.3. IONOSTAR PLUS™ de VOCO™ | 21 |
| 1.4. Vibreur BA Optima U-Mix™ de BA International™ | 22 |
| 1.5. Polisseuse Mecatech 334™ | 22 |
| 1.6. Vieillissement thermique par Thermocyclage | 23 |
| 1.6.1. Principe | 23 |
| 1.6.2. Machine | 24 |
| 1.7. Microdureté de Vickers | 25 |
| 1.7.1. Principe | 25 |
| 1.7.2. Microduromètre Micromet 5100® Série de Buehler™ | 26 |
| 1.7.3. Logiciel OmniMet HMS | 26 |
| 1.8. Résistance à la compression | 27 |
| 1.8.1. Principe | 27 |
| 1.8.2. Machine INSTRON modèle 5967™ de INSTRON™ | 28 |
| 1.8.3. Logiciel BlueHill 3™ de INSTRON™ | 29 |

| | |
|--|-----------|
| 2. METHODE DE MESURE | 30 |
| 2.1. MICRODURETE | 30 |
| 2.1.1. Réalisation des plots de CVI | 30 |
| 2.1.2. Mise en étuve | 32 |
| 2.1.3. Thermocyclage des Groupes t5000 | 32 |
| 2.1.4. Mesure de la microdureté de Vickers | 32 |
| 2.1.5. Analyse statistique | 33 |
| 2.2. COMPRESSION | 36 |
| 2.2.1. Réalisation des cylindres de CVI | 36 |
| 2.2.2. Mise en étuve | 38 |
| 2.2.3. Thermocyclage des Groupes t5000 | 38 |
| 2.2.4. Mesure de la résistance à la compression | 38 |
| 2.2.5. Analyse statistique | 39 |
| 3. RESULTATS | 41 |
| 3.1. MICRODURETE | 41 |
| 3.1.1. Microduretés Vickers obtenues | 41 |
| 3.1.2 Analyse des résultats | 43 |
| 3.1.2.1. Comparaisons entre t0 et t5000 | 43 |
| 3.1.2.2. Comparaisons entre le CVI fluide et les CVI-HV | 44 |
| 3.1.2.3. Comparaisons des CVI-HV entre eux | 45 |
| 3.2. COMPRESSION | 48 |
| 3.2.1. Résistances à la compression obtenues | 48 |
| 3.2.2 Analyse des résultats | 52 |
| 3.2.2.1. Comparaisons entre t0 et t5000 | 52 |
| 3.2.2.2. Comparaisons entre le CVI fluide et les CVI-HV | 53 |
| 3.2.2.3. Comparaisons des CVI-HV entre eux | 55 |
| 3.2.2.4. Comparaison entre le système monocouche et bicouche | 56 |
| 4. DISCUSSION | 59 |
| 4.1. Protocole | 59 |
| 4.1.1. Thermocyclage | 59 |
| 4.2. Résultats | 60 |
| 4.2.1. Microdureté | 60 |
| 4.2.2. Compression | 62 |
| CONCLUSION | 66 |
| BIBLIOGRPAHIE | 67 |
| ANNEXES | 74 |

TABLE DES FIGURES

| | |
|--|----|
| Figure 1 : Composition de la poudre | 12 |
| Figure 2 : Chaîne polyacrylique du liquide | 13 |
| Figure 3 : Réaction de prise générale | 13 |
| Figure 4 : Réaction de prise au niveau moléculaire | 14 |
| Figure 5 : Adhésion par diffusion entre CVI et hydroxyapatite | 16 |
| Figure 6 : Adhésion par liaisons ioniques directes entre CVI et hydroxyapatite..... | 16 |
| Figure 7 : Adhésion au collagène de la phase organique de la dentine | 16 |
| Figure 8 : Adhésion micro-mécanique | 16 |
| Figure 9 : Fuji Triage™ de GC™ | 20 |
| Figure 10 : Equia Forte HT Fil™ de GC™ | 21 |
| Figure 11 : IonoStar Plus™ de Voco™ | 21 |
| Figure 12 : Vibreur BA Optima U-Mix™ de BA International™ | 22 |
| Figure 13 : Polisseuse Mecatech 334 | 23 |
| Figure 14 : Paramètres de polissage | 23 |
| Figure 15 : Machine à thermocyclage confectionné au C.E.M.E.F. | 24 |
| Figure 16 : Schéma d'un test de microdureté Vickers | 25 |
| Figure 17 : Microduromètre Micromet 5100® Série de Beuhler | 26 |
| Figure 18 : Interface du logiciel OmniMet HMS connecté au microduromètre | 26 |
| Figure 19 : Schéma d'un test de compression | 27 |
| Figure 20 : Courbe contrainte-déformation | 27 |
| Figure 21 : Machine d'essais de compression INSTRON MACHINE modèle 5967™ | 29 |
| Figure 22 : Moule de confection des plots pour la microdureté | 30 |
| Figures 23,24 et 25 : Confection des plots de CVI pour les essais de microdureté de Vickers | 31 |
| Figure 26 : Plots après polissage | 31 |
| Figure 27 : Schéma des localisations des indentations sur les plots | 32 |
| Figure 28 : Pénétration de l'indenteur pendant le test de microdureté | 33 |
| Figure 29 : Prise des mesures des diagonales de l'empreinte sur le logiciel OmniMet | 33 |
| Figure 30 : Schéma du moule de confection des cylindres de CVI | 36 |
| Figure 31 : Moule de confection des cylindres ouvert | 36 |
| Figure 32 : Moule de confection des cylindres fermé | 36 |
| Figure 33, 34 et 35 : Confection des cylindres de CVI pour les essais de compression | 37 |
| Figure 36 : Exemples de cylindres de CVI fluide (a), CVI-HV (b), et Bicouche (c) | 37 |
| Figure 37 : Essai de compression | 39 |
| Figure 38 : Dessin de la courbe contrainte-déformation | 39 |
| Figure 39 : Empreintes des essais de microdureté de Vickers au grossissement x50 | 41 |
| Figure 40 : Ions Al ³⁺ tétraédrique (Al IV) | 61 |
| Figure 41 : Ions Al ³⁺ octaédrique (Al VI) | 61 |
| Figure 42 : Photographie de près d'un échantillon du groupe Mixte | 64 |
| Figure 43 : Comparaison approximative des modules d'Young de la dentine et de nos CVI | 65 |

TABLE DES TABLEAUX

| | |
|--|----|
| <i>Tableau 1 : Coefficients de dilatation thermique (unité /°C)</i> | 18 |
| <i>Tableau 2 : Composition des matériaux de l'étude (Données fabricants)</i> | 22 |
| <i>Tableau 3 : Valeurs moyennes de microduretés obtenues avec les écarts-types</i> | 42 |
| <i>Tableau 4 : Valeurs moyennes de résistances à la compression obtenues avec les écarts-types..</i> | 48 |
| <i>Tableau 5 : Modules d'Young obtenues dans l'étude</i> | 64 |

TABLE DES GRAPHIQUES

| | |
|---|----|
| <i>Graphique 1 : Résultats des microduretés obtenues sous forme de box-plot</i> | 42 |
| <i>Graphique 2 : Comparaison des microduretés moyennes des matériaux</i> | 47 |
| <i>Graphique 3 : Résultats des résistances à la compression obtenues sous forme de box-plot</i> | 48 |
| <i>Graphique 4 : Exemple de courbes contrainte-déformation pour à t0</i> | 49 |
| <i>Graphique 5 : Exemple de courbes contrainte-déformation à t5000</i> | 49 |
| <i>Graphique 6 : Exemple de courbes contrainte-déformation de Triage à t0 et t5000</i> | 50 |
| <i>Graphique 7 : Exemple de courbes contrainte-déformation de Equia Forte à t0 et t5000</i> | 50 |
| <i>Graphique 8 : Exemple de courbes contrainte-déformation de IonoStar Plus à t0 et t5000</i> | 51 |
| <i>Graphique 9 : Exemple de courbes contrainte-déformation du groupe Mixte à t0 et t5000</i> | 51 |
| <i>Graphique 10 : Comparaison des résistances en compression moyennes des matériaux</i> | 58 |
| <i>Graphique 11 : Comparaison moyennes entre mono et bi-couche</i> | 58 |

INTRODUCTION

En 2013, la *Convention de Minamata sur le Mercure* est adoptée par 139 pays et a pour objectif de protéger l'environnement et la santé humaine des effets toxiques reconnus du mercure. Alliage composé à 50% de mercure, l'utilisation de l'amalgame dentaire a fait l'objet de nombreuses négociations au cours de cette convention. Si les patients possédant des restaurations à l'amalgame ont un taux plus important de mercure dans le sang, il n'est pas démontré que ces doses soient néfastes pour leur santé. Le principe de précaution amène les acteurs de la convention à s'entendre sur le fait qu'une décroissance volontaire et progressive de l'utilisation de ce matériau de restauration est requise [1]. Face à cette situation, il est nécessaire de proposer des alternatives thérapeutiques. Les résines composites atteignent aujourd'hui des résultats très satisfaisants en termes de propriétés optiques, mécaniques et biologiques. Cependant, elles nécessitent une mise en œuvre très stricte concernant l'isolation de l'humidité principalement due à leur hydrophobie, et des protocoles dont les étapes demandent un temps supplémentaire (conditionnement dentinaire, mise en place par incréments, polissage, etc.). Or certaines situations comme des soins aux jeunes enfants, aux personnes âgées dépendantes ou handicapées sévères ne nous permettent pas la pose d'un champ opératoire étanche et demande des thérapeutiques rapides incompatibles avec les résines composites. Une autre alternative pour ces cas de figures est le ciment verre ionomère (CVI), moins contraignant car plus simple et plus rapide d'utilisation.

En 1968 apparut le premier matériau de restauration à avoir une liaison physico-chimique intrinsèque avec les tissus dentaires, le ciment au polycarboxylate de zinc. Wilson et Kent le feront évoluer en Ciment Verre Ionomère (CVI) en 1972 par l'utilisation de poudre de silicates et du liquide de ciment polycarboxylates de zinc, avant la commercialisation du premier CVI en 1975 par la compagnie DETREY™. Vers la fin des années 80, les ciments verres ionomères modifiés par adjonction de résine (CVIMAR) furent introduits sur le marché. Ils permettent de pallier les principaux inconvénients des CVI conventionnels, c'est-à-dire une grande sensibilité à l'humidité et la déshydratation lors de la prise ainsi qu'une faible résistance aux contraintes mécaniques, les contre-indiquant pour les restaurations postérieures [2]. Malgré des propriétés mécaniques globalement majorées par rapport au CVI conventionnels, les CVIMAR ont une faible résistance à l'usure à cause de leur matrice résineuse qui est un site privilégié d'usure [2].

Dans les années 1990, une nouvelle gamme de CVI fit son apparition : les CVI à haute viscosité (CVI-HV) ou CVI condensables. Ils possèdent des propriétés mécaniques supérieures aux CVI traditionnels fluides et une moindre sensibilité à l'humidité et la déshydratation [2]. Simple à la

manipulation, il peut être utilisé dans le cadre du *Traitement Restaurateur Atraumatique* (ART, *Atraumatic Restorative Treatment* en anglais). Cette technique de traitement des lésions carieuses utilise l'éviction carieuse manuelle et la restauration tissulaire par CVI avec une consistance lui permettant d'être placé en un seul incrément. Ce concept fut d'abord très utilisé dans les pays émergents puis élargi au domaine de la pédodontie et des soins de patients non coopérants ou handicapés, dont la prise en charge s'avère plus difficile et pour lesquels les techniques de mise en œuvre des restaurations en résines composites directes s'avèrent trop complexes ou trop longues. Grâce à leur facilité de manipulation, les CVI-HV sont des matériaux de choix pour le concept ART et sont aujourd'hui la référence dans ce domaine [3]. En plus des performances mécaniques améliorées par rapport aux CVI fluides conventionnels, des études cliniques ont montré des taux de survie similaires à ceux des amalgames sur des restaurations 1 face et multifaces jusqu'à 6 ans d'observation [4][5].

Les objectifs de ce travail sont d'évaluer et comparer les effets d'un vieillissement artificiel par thermocyclage sur les propriétés mécaniques in vitro de microdureté de surface et de résistance à la compression uni-axiale de 2 CVI-HV, ainsi que connaître les propriétés en compression de l'association d'un CVI fluide avec un CVI-HV.

I. LES CVI HAUTE VISCOSITE

1. DEFINITION

Les CVI-HV, comme les CVI conventionnels fluides, sont des ciments polyalkénoates [6]. Ils résultent de la réaction acido-basique entre une poudre basique et un liquide acide, réticulant par pontages ioniques. Les CVI-HV voient leur viscosité augmentée, les rendant plus facile à la manipulation.

Ciment : « Matière pulvérulente formant avec l'eau, ou une solution saline, une pâte plastique liante, susceptible d'agglomérer, en durcissant, des substances variées. » (Définition Larousse)

Verre : La poudre est composée de fines particules de verre broyées [3].

Ionomère : Le liquide est composé de chaînes de polymères acides ayant une proportion de groupes ionisés ou ionisables [3].

2. COMPOSITION

Les CVI conventionnels fluides et les CVI-HV ont une composition semblable, avec des modifications apportées à la poudre et au liquide. Les CVI-HV sont obtenues par [3][7] :

- **La diminution de la taille des particules de verre et l'ajout de très fines particules dans la poudre.**
- **L'augmentation du poids moléculaire et de la concentration de l'acide polyacrylique contenu dans le liquide.**
- **L'augmentation du ratio poudre/liquide du ciment.**
- **L'ajout de composants particuliers dans la poudre et le liquide.**

C'est donc l'association entre une action sur la poudre de verre, le liquide et le ratio des deux qui produit un CVI de consistance visqueuse [3], améliorant les propriétés mécaniques des CVI-HV.

2.1. La poudre

Le principal constituant de la poudre est le fluoro-alumino-silicate (FAS). Sa formulation chimique est la suivante : $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2\text{-CaF}_2$. Elle est obtenue par cuisson à très haute température (1050 - 1350°C) d'alumine (Al_2O_3) et de silice (SiO_2) soumises à un flux de fluorure de calcium (CaF_2), de sodium (NaF), d'aluminium (AlF_3) et de molécules de phosphate (AlPO_4) [2]. Elle est ensuite refroidie brutalement et broyée finement en poudre de granulométrie plus ou moins variable, avec des particules de 30 à 40 μm pour les plus grandes à quelques microns pour les plus fines (4 μm pour Equia Forte™ [3]). Cela donnera en partie sa haute viscosité aux CVI-HV [2][3].

En plus de cette composition typique, d'autres composants peuvent être présents dans la poudre de FAS comme l'oxyde de calcium (CaO), le cryolite (Na_3AlF_6) ainsi que des agents radio-opacifiants tels que le strontium (Sr), le baryum (Ba) et le lanthane (La) [2][3].

Pour les CVI-HV, l'acide polyacrylique (le composant principal du liquide) sous forme lyophilisée (déshydratée) est ajouté à la poudre afin d'améliorer les propriétés mécaniques de flexion et de compression [3].

| | Molécules | Composition |
|-----------------------------|---------------------------------------|-------------|
| Composition typique | SiO_2 | 42 % |
| | Al_2O_3 | 29 % |
| | CaF_2 | 15 % |
| | NaF | 9 % |
| | AlF_3 | 2 % |
| | AlPO_4 | 3 % |
| Autres composants possibles | $\text{CaO}, \text{Na}_3\text{AlF}_6$ | |
| Additifs de radio-opacité | Sr, Ba, La | |

Figure 1 : Composition de la poudre [3]

2.2. Le liquide

Le liquide des CVI-HV est une solution aqueuse d'acide polyacrylique de haut poids moléculaire. Il est composé de chaînes de copolymères portant des fonctions carboxyliques (COOH ou COO^-) très réactives. Ce sont principalement des copolymères d'acide acrylique (acide carboxylique) et d'acide itaconique (acide di-carboxylique), avec une plus petite proportion d'acide maléique (acide di-carboxylique) et d'acide tricarballoylique (acide tri-carboxylique) [3].

Pour rendre le CVI plus visqueux, la concentration et le poids moléculaire des chaînes polyacryliques sont augmentés. Ceci améliore les propriétés, notamment de résistance à la compression [2][3]. En plus de ces acides, le liquide est composé d'acide tartrique qui, en abaissant la viscosité, augmente le temps de manipulation et réduit le temps de prise [2][3]. Il augmente aussi la résistance à la compression et à la dissolution acide [8].

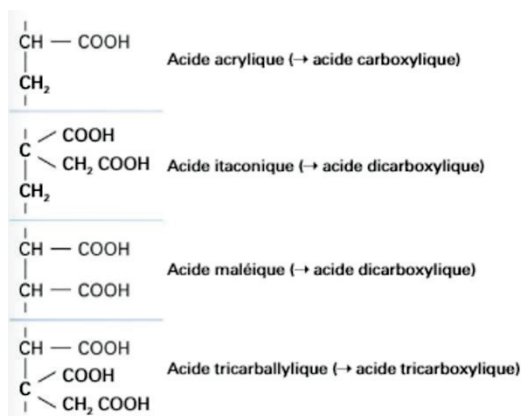


Figure 2 : Chaîne polyacrylique du liquide [3]

3. REACTION DE PRISE

La prise des CVI-HV est identique à celle des CVI conventionnels, mise à part un temps accéléré pour les CVI-HV (2 à 3 minutes) [3]. Elle résulte d'une réaction acido-basique après le mélange de la poudre et du liquide. Cette réaction est dissociée en 3 phases [9] :

- 1) Dissolution ou relargage ionique
- 2) Gélification ou précipitation des sels
- 3) Durcissement ou hydratation des sels

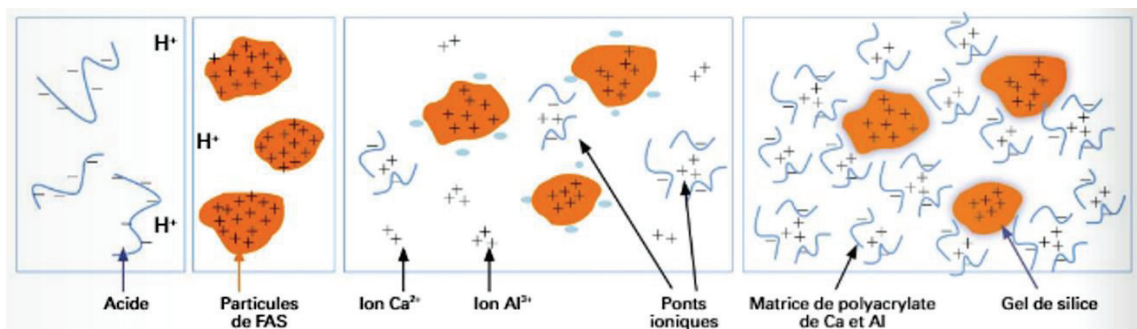


Figure 3 : Réaction de prise générale [3]

3.1. Dissolution

La première étape, suivant directement le mélange de la poudre au liquide, est la dissolution acide de la surface des particules de FAS les par acides du liquide. Les ions H⁺ relargués par les groupements carboxyliques hydrolysent les liaisons Si-O-Al, formant une couche d'acide silicique Si(OH)₄ autour des particules de FAS. Cette hydrolyse libère des ions calcium (Ca²⁺), aluminium (Al³⁺) et fluorures (F⁻) [2][9][10].

3.2. Gélification (prise initiale)

Les ions fluorures se déplacent librement pendant que les ions Ca^{2+} et Al^{3+} se lient aux complexes anioniques carboxylates des chaînes de copolymères. La concentration des ions Ca^{2+} et Al^{3+} augmente jusqu'à saturation et précipitent [9]. Les ions Ca^{2+} , plus disponibles que les ions Al^{3+} , interagissent en premier avec les charges négatives des groupements carboxylates, réalisant ainsi des liaisons « *cross-link* » entre les chaînes et formant des polyacrylates de calcium. La mobilité des polymères décroît aboutissant à la gélification, ou prise initiale du CVI [2][10]. L'acide silicique se condense formant un gel de silice qui enrobe les particules de FAS, qui se lieront à la matrice par diffusion des ions entre gel et matrice [3][10].

Pour les CVI fluides conventionnels, cette prise initiale commence 2 à 3 minutes après le mélange et peut durer 5 minutes (7-8 minutes au total) [2] alors qu'elle est accélérée pour les CVI-HV, dont la prise initiale est complétée 2 à 3 minutes après le mélange [3].

3.3. Durcissement (prise finale)

Cette phase de durcissement peut durer de plusieurs jours à quelques mois et est attribuée à la formation de polyacrylates d'aluminium grâce à des liaisons *cross-link* entre ions Al^{3+} et chaînes polyacryliques. Elles sont plus lentes mais plus solides que celles des ions calcium ce qui, avec l'hydratation progressive des sels, augmente les propriétés physiques et mécaniques du CVI. Le gel de silice enrobant les particules de FAS se lie à la matrice par un processus de diffusion (échanges d'ions).

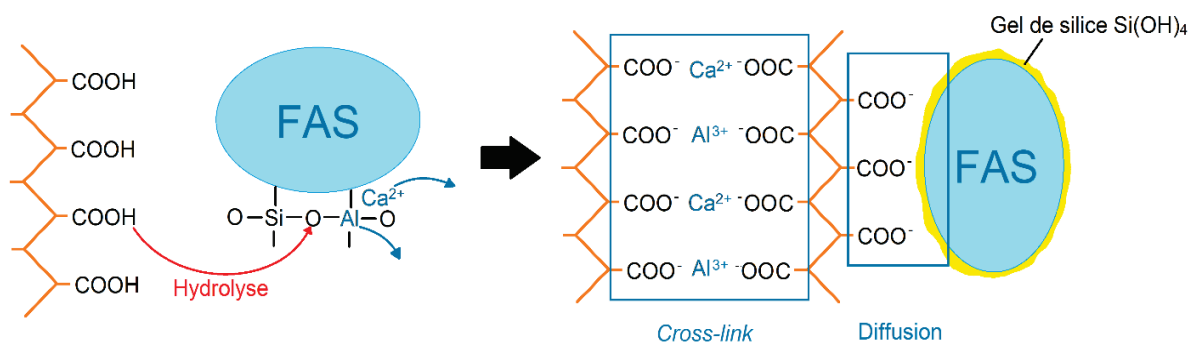


Figure 4 : Réaction de prise au niveau moléculaire (Auteur 2020)

L'un des principaux inconvénients des CVI est leur grande sensibilité à la balance hydrique lors de cette phase [2][9][10]. En effet, les sels de polyacrylates de calcium sont sensibles à l'eau responsable de l'hydrolyse des liaisons *cross-link* pendant le durcissement. Par ailleurs, la déshydratation du CVI pendant la prise provoque une contraction entraînant des micro-fissures au sein du matériau. Ces deux phénomènes combinés sont responsables d'une diminution des propriétés mécanique [2][7][11][12].

Pour protéger le CVI de ces variations hydriques, il est souvent recommandé d'utiliser un vernis ou une résine chargée photo-polymérisable après les finitions afin d'isoler la restauration des fluides de la cavité buccale pendant la prise [2][7][13].

Les CVIMAR et CVI-HV ont l'avantage d'être moins sensibles aux variations hydriques, mais nécessitent quand même selon les fabricants l'application d'une couche de résine protectrice [2][11][14].

L'acide tartrique présent dans le liquide a la caractéristique d'inhiber la formation de polyacrylate de calcium et accélérer la formation de polyacrylate d'aluminium, ayant pour effet d'augmenter le temps de travail tout en réduisant le temps de prise [8].

Uniquement la surface des particules de verre (20 à 30 %) est dissoute par l'acide, procurant une architecture « composite » au CVI avec des charges de verre entourées par une matrice polyacrylique. Notons qu'en réduisant la taille des particules de la poudre, en ajoutant de toutes petites particules (< 4 µm pour Equia ForteTM) et en augmentant le ratio poudre/liquide, la quantité de verre dissolu augmente (la surface totale augmente des particules) ainsi que la quantité d'ions relargués [3]. Ceci augmente la quantité de ponts ioniques *cross-link* et donc les propriétés mécaniques des CVI-HV. L'utilisation d'acide polyacrylique de haut poids moléculaire améliore aussi les propriétés en stabilisant la matrice [2][9][10].

Une fois le matériau durci, il reste encore 20 à 25 % d'eau résiduelle, caractérisant leur hydrophilie aux CVI [2].

4. PROPRIETES

4.1. Adhésion aux tissus dentaires

L'une des propriétés caractéristiques des CVI est son adhésion intrinsèque aux tissus dentaires, sans nécessité d'utilisation d'un agent de collage. Elle est principalement de nature chimique. Les CVI se lient de 3 façons aux tissus dentaires :

- Adhésion à l'hydroxyapatite de l'émail et de la dentine par **diffusion** d'ions phosphates et calcium entre les substrats, créant une couche intermédiaire de forte liaison [15][16][17] et par **liaisons ioniques directes** entre charges positives et charges négatives [18].
- Adhésion au collagène présent dans la dentine par **liaisons hydrogènes** et **liaisons ioniques** avec les groupements COO^- de l'acide polyacrylique [15].
- Adhésion micro-mécanique pouvant être majorée par un traitement de surface dentinaire à l'acide polyacrylique 10 à 20%. Le traitement acide favorise l'élimination de la boue dentinaire et augmentant la mouillabilité du CVI [2].

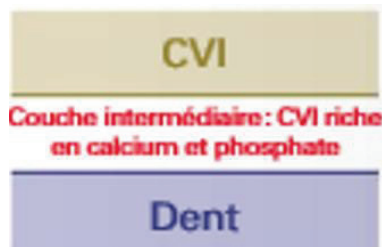


Figure 5 : Adhésion par diffusion entre CVI et hydroxyapatite créant une couche intermédiaire [3]

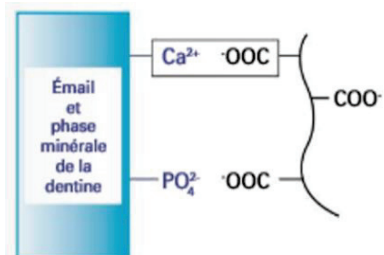


Figure 6 : Adhésion par liaisons ioniques directes entre CVI et hydroxyapatite [3]

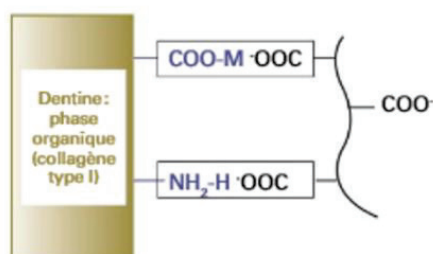


Figure 7 : Adhésion au collagène de la phase organique de la dentine [3]

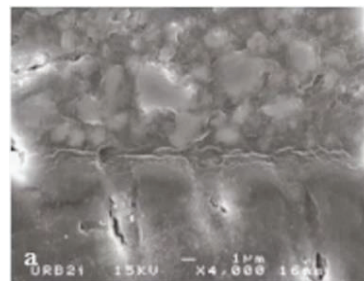


Figure 8 : Adhésion micro-mécanique [3]

4.2. Etanchéité

L'étanchéité à l'interface peut être divisée en étanchéité immédiate, liée à la mise en œuvre et à la prise du matériau, et en étanchéité retardée, liée aux contraintes physiques, chimiques et mécaniques une fois le matériau totalement pris [2].

4.2.1. Etanchéité immédiate

Elle dépend de l'adhésion, des variations dimensionnels et des variations hydriques pendant la prise [2].

Comme vu précédemment, les CVI ont une adhésion chimique aux tissus dentaires leur procurant une bonne étanchéité immédiate [2].

Ensuite, comme tout matériau réticulant, les CVI subissent une rétraction de prise pouvant créer une perte d'étanchéité à l'interface. Cette rétraction est plus importante pour les CVI que pour les composites, mais le stress engendré à l'interface est moindre car dû à une prise étalée dans le temps et à une bonne élasticité du matériau absorbant les contraintes [2].

La faible contrainte à l'interface lors de la prise permet aux CVI d'être placés en un seul incrément, à la différence des composites et des CVIMAR [2].

Enfin, comme vu précédemment, les CVI sont sensibles à la balance hydrique lors de la prise. Cet inconvénient est une des faiblesses pouvant engendrer une perte d'étanchéité pendant la prise finale. Afin de pallier à cet inconvénient, il est recommandé de recouvrir les surfaces du matériau d'un vernis protecteur micro-chargé [2].

4.2.2. Etanchéité retardée

L'étanchéité retardée dépend surtout des variations thermiques présentes dans la cavité buccale. En effet, il est convenu que la cavité buccale est un environnement subissant des variations de température importantes pendant l'alimentation et la respiration, de l'ordre de 5°C à 55°C [2]. Ces variations de températures contractent ou dilatent les matériaux et tissus dentaires selon leur coefficient de dilatation thermique propre. Ainsi, plus les coefficients de dilatation thermiques entre un matériau de restauration et les tissus dentaires auxquels il adhère sont éloignés, plus leur interface d'adhésion subit une contrainte et une possible perte d'étanchéité. Les CVI ont l'avantage d'avoir un coefficient de dilatation thermique similaire à celui de l'émail et proche de celui de la dentine [19].

| | |
|---------|-------------------------|
| Email | 11,4 x 10 ⁻⁶ |
| Dentine | 8,6 x 10 ⁻⁶ |
| CVI | 11 x 10 ⁻⁶ |

Tableau 1 : Coefficients de dilatation thermique (unité /°C)

4.3. Propriétés biologiques

4.3.1. Biocompatibilité

En raison de leur composition neutre, les CVI conventionnels et CVI-HV sont considérés comme biocompatibles. En effet, ils ne possèdent pas de composants potentiellement toxiques pour la pulpe, le milieu buccal ou le corps comme les monomères de HEMA (présents dans les CVIMAR), de Bis-GMA (présents dans les résines composites) ou le mercure (présent dans les amalgames) [3][20][21][22]. Les CVI-HV sont donc une alternative prometteuse respectant le principe de précaution [3].

4.3.2. Bioactivité

Les CVI sont connus comme étant bioactifs grâce à leur capacité à relarguer des ions fluorures vers les tissus dentaires et la cavité buccale, pouvant ainsi reminéraliser les tissus dentaires déminéralisés [2]. Il existe un pic de relargage durant les premières 24 heures suivant la mise en place du CVI qui diminue ensuite pendant les jours suivants pour atteindre un plateau après 1 mois, pouvant durer jusqu'à 8 ans [23]. De plus, ce matériau est capable de se recharger en fluor grâce aux apports quotidiens (alimentation, dentifrice, vernis fluorés, etc) et de poursuivre la mise en solution du fluor par l'abrasion du CVI [2][3][23][24].

4.4. Propriétés mécaniques

Les principaux problèmes liés aux CVI traditionnels sont leur faibles propriétés mécaniques, les contre-indiquant pour les restaurations postérieures subissant des forces occlusales importantes [2]. Les CVIMAR ont des propriétés mécaniques améliorées, exceptée la résistance à l'usure qui reste très faible [2][7].

Les modifications apportées aux CVI-HV leur permettent d'avoir des propriétés mécaniques supérieures aux CVIMAR notamment leur résistance à l'usure et leur dureté de surface les rendant plus résistants aux forces occlusales [2][3][7][25][26].

La résistance à la flexion est majorée par l'utilisation de polyacrylates (polymères du liquide) de haut poids moléculaire et par leur forte concentration [3][27], ainsi que l'ajout dans la poudre d'acide polyacrylique lyophilisé, améliorant aussi la résistance à la compression des CVI-HV.

Des études montrent que les CVI-HV et les CVIMAR ont des propriétés mécaniques similaires aux composites après 1 semaine [28][29]. Les performances sont variables d'un CVI-HV à l'autre mais sont meilleures lorsqu'ils sont conditionnés en capsule [3].

L'application d'un vernis photopolymérisable est recommandée pour l'isolation du milieu buccal pendant les premières heures de prise du matériau, moment où il est le plus sensible aux variations hydriques, ainsi que pour renforcer la résistance mécanique. Selon Diem et al, son application améliore cliniquement la résistance à l'usure du matériau [30].

5. OBJECTIFS DE L'ETUDE

Cette étude expérimentale *in vitro* a pour objectifs :

- d'évaluer l'effet du vieillissement par thermocyclage sur les propriétés mécaniques de microdureté de surface et de résistance à la compression axiale de deux CVI-HV.
- de comparer les propriétés de microdureté et de résistance à la compression de ces deux CVI-HV.
- d'évaluer et comparer les résistances à la compression d'un système « bicouche » (association d'un CVI fluide et d'un CVI-HV) et d'un système « monocouche » (CVI fluide seul ou CVI-HV seul).

II. L'ETUDE EXPERIMENTALE

1. MATERIELS

Dans cette étude, plusieurs matériaux ont été testés : un CVI fluide et deux CVI-HV

- CVI fluide :

FUJI TRIAGE™ (GC™, Tokyo, Japan)

- CVI-HV :

EQUIA Forte™ HT Fil (GC™, Tokyo, Japan)

IONOSTAR Plus™ (VOCO™, Anton-Flettner, Germany)

1.1. FUJI TRIAGE™ de GC™

Le Fuji Triage™ est un CVI fluide conventionnel de la marque GC™ indiqué pour le scellement des puits et des fissures, les restaurations coronaires provisoires et cervicales. Il est chémo-polymérisable et est conditionné sous forme de poudre et liquide ou en capsule. Dans cette étude, le conditionnement en capsule est utilisé. Son ratio poudre/liquide (g/g) est de 0,30/0,15, donnant une quantité de 0,12 ml de matériau par capsule. Son temps de mélange est de 10 secondes, son temps de travail de 1 minute 40 secondes et son temps de prise de 2 minutes 30 secondes [31]. Il sera utilisé comme témoin.



Figure 9 : Fuji Triage™ de GC™

1.2. EQUIA Forte™ HT Fil de GC™

Equia Forte™ HT est un CVI-HV commercialisé par la marque GC™ et est la nouvelle génération du système Equia Forte™. Il se caractérise par son utilisation en masses et sa non-adhérence aux instruments de mise en place, lui conférant une maniabilité aisée et la possibilité d’être foulé. Equia Forte™ HT est indiqué pour les restaurations postérieures de Classe I, Classe II, Classe V, les restaurations des surfaces radiculaires, les restaurations intermédiaires en fond de cavité, les reconstitutions de moignons, la gérodonologie et la pédodontie. Ce CVI est chémo-polymérisable et est conditionné sous forme de capsule de 0,14 ml avec un ratio poudre/liquide (g/g) de 0,40 / 0,13. Son temps de mélange est de 10 secondes, son temps d’extrusion de la capsule est de 10 secondes, son temps de travail est de 1 minutes 30 secondes, et son temps de prise de 2 minutes 30 secondes [32][33][34].

1.3. IONOSTAR Plus™ de Voco™

IonoStar Plus™ est un CVI-HV de la marque Voco™. Il a la particularité d’être fluide à l’extraction de la capsule pour s’adapter très facilement aux limites marginales, pour ensuite modifier immédiatement sa viscosité afin de devenir visqueux et être foulé aisément. Selon le fabricant, il possède une grande résistance en compression. Il est indiqué pour les restaurations de Classe I sans appui occlusal, les restaurations semi-permanentes de Classe I et II, les restaurations de Classe V, les caries radiculaires, les fonds de cavités, les reconstitutions de moignons et la pédodontie. Il est chémo-polymérisable et est conditionné sous forme de capsules pré-dosées de 0,15 ml. Son ratio poudre/liquide (g/g) est de 0,445 / 0,118. Son temps de mélange est de 10 s, son temps de mise en œuvre de 1 min et son temps de durcissement de 2 minutes [35][36].



Figure 10 : Equia Forte™ HT Fil de GC™



Figure 11 : IonoStar Plus™ de Voco™

| | Composition | | |
|-----------------------|--|---|-----------------------|
| | <i>Poudre</i> | <i>Liquide</i> | <i>Ratio P/L (mg)</i> |
| Fuji Triage | - FAS (100%) | - Eau - Acide polyacrylique (% inconnu) - Acide tartrique | 300 / 150 |
| Equia Forte HT | - FAS (95%) - Acide polyacrylique lyophilisé (5%) | - Eau (60%) - Acide polyacrylique (40%) | 400 / 130 |
| IonoStar Plus | - FAS (50-100%) - Acide polyacrylique lyophilisé (10-25%) - Acide tartrique (< 2,5%) | - Eau (50-75%) - Acide polyacrylique (25-50%) | 445 / 118 |

Tableau 2 : Composition des matériaux de l'étude (Données fabricants)

1.4. Vibreur BA Optima U-Mix™ de BA International™

Le vibreur utilisé pour cette étude est le BA Optima U-Mix™ de BA International™. Il est utilisé pour mélanger les composants poudre et liquide contenus dans les capsules de CVI [37].



Figure 12 : Vibreur BA Optima U-Mix™ de BA International™

1.5. Polisseuse Mecatech 334™

Afin que les échantillons aient des états de surface les plus similaires possibles et que l'étape de polissage soit reproductible, nous avons utilisé la polisseuse Mecatech 334™ de la marque PRESI®. Les échantillons sont placés dans la polisseuse Mecatech 334™ et leur surface est polie pendant 60 secondes avec une granulométrie de 2400, puis pendant 60 secondes avec une granulométrie de 4000, à chaque fois à 100 rotations par minute pour le module supérieur et 200 rpm pour le module inférieur, une force d'appui de 15 N (=1,5 DaN) et avec un afflux continu d'eau.



Figure 13 : Polisseuse Mecatech 334™



Figure 14 : Paramètres de polissage

1.6. Vieillessement thermique par thermocyclage

1.6.1. Principe

Les principales contraintes que doivent subir les matériaux de restauration sont les contraintes mécaniques, l'environnement humide salivaire et les variations thermiques. Le thermocyclage est une technique de vieillissement artificiel par simulation des variations de température de la cavité buccale provoquées par l'alimentation et la ventilation quotidienne. Elle consiste à immerger des échantillons de matériaux dentaires de façon cyclique d'un bain d'eau distillée chaud à un bain froid pendant un nombre de cycles donné. Cette action a pour effets de dilater le matériau étudié lorsqu'il est plongé dans l'eau chaude et le contracter lorsqu'il est dans le bain froid [38][39][40][41].

Le thermocyclage est utilisé pour contraindre l'adhésion des matériaux aux tissus dentaires. Il provoque un stress à l'interface par des contractions et dilatations volumiques liées aux coefficients de dilatation thermiques différents des deux substrats. Une grande différence de coefficients thermiques entraînera une contrainte plus importante et la propagation de fissures dans l'interface [39][42][43].

Il existe aussi un intérêt à tester des échantillons de matériaux seuls. Les variations de températures de cet ordre peuvent provoquer la propagation de fissures au sein même d'un matériau composite, à l'interface entre la matrice et les charges, dû au différentiel de coefficients de dilatation thermique de la matrice et des charges [44]. La structure des CVI-HV, s'approchant d'une architecture « composite » avec des charges de FAS enrobées d'une matrice de sels polyacrylates, interroge sur l'effet du thermocyclage sur leurs propriétés mécaniques. Cette technique permet de plus d'accélérer le vieillissement naturel d'échantillons in vitro afin de condenser des protocoles de plusieurs mois en quelques jours [39].

La norme ISO 11405 (Norme ISO 11405) sur l'adhésion aux structures dentaires recommande des températures de 5°C pour le bain froid et 55°C pour le bain chaud, avec un temps d'immersion de 20 secondes pour chacun et un temps de transfert de 5 à 10 secondes entre les bains (Norme ISO 11405). Cette norme propose également 500 cycles thermiques.

Gale souligne dans sa revue de la littérature sur le thermocyclage l'équivalence assez répandue entre 10 000 cycles et 1 an de vieillissement. Cela correspond à 9 cycles par repas, soit 27 par jour. Pour cette étude, nous avons choisi d'utiliser la base de 5000 cycles pour les spécimens vieillis, correspondant à un vieillissement thermique de 6 mois selon les travaux de Gale [39].

1.6.2. Machine

La machine à thermocyclage a été conçue au Centre de Mise en Forme des Matériaux (C.E.M.E.F.) de l'école des Mines de Paris situé à Sophia Antipolis (06). Cette machine est constituée de deux cuves en acier inoxydable de 4,4 l et d'un bras rotatif central portant un panier ouvert qui contiendra les échantillons à tester. La cuve à 5°C est refroidie par un doigt froid externe régulé par le thermostat chauffant la cuve à 55°C, permettant un contrôle de la température à 0,05°C près. Le moteur du bras rotatif est programmé à l'aide d'un logiciel informatique permettant de régler tous les paramètres (temps d'immersion, temps de voyage, températures, nombre de cycles). Les composants ont été fournis par l'entreprise HuberTM [44].

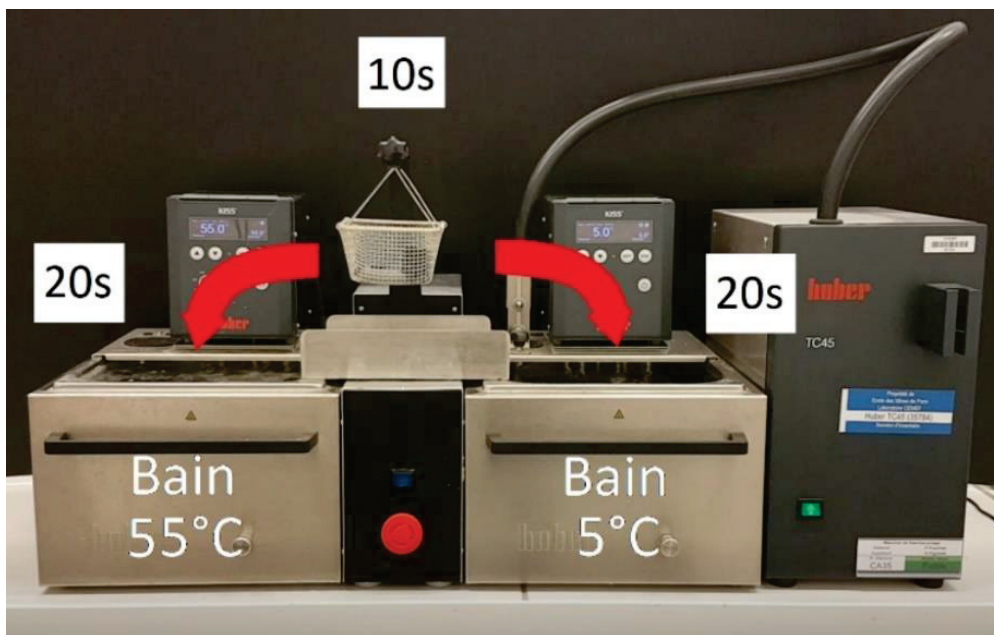


Figure 15 : Machine à thermocyclage confectionné au C.E.M.E.F. (Auteur 2020)

1.7. Microdureté de Vickers

1.7.1. Principe

La « dureté » d'un matériau est définie comme la qualité physique de celui-ci à résister à une déformation plastique localisée [19][45]. Elle consiste à faire pénétrer un *indenteur* à sa surface avec une force constante et un temps défini, à mesurer l'empreinte laissée et en calculer la dureté [19][45].

Il existe différentes méthodes de mesure de la dureté, avec chacune leur propre échelle [19] :

- Dureté MOHS
- Dureté BRINELL
- Dureté KNOOP
- Dureté VICKERS

Celle utilisée pour cette étude est la dureté Vickers (HV).

La microdureté Vickers est le calcul de la dureté Vickers avec une faible force de pénétration ; inférieure à 2 N (1 N = 1kg F). L'empreinte laissée est visualisée à l'aide d'un microscope optique et mesurée en microns [45].

L'indenteur est un diamant de forme pyramidale à base carrée ayant un angle au sommet de 136°.

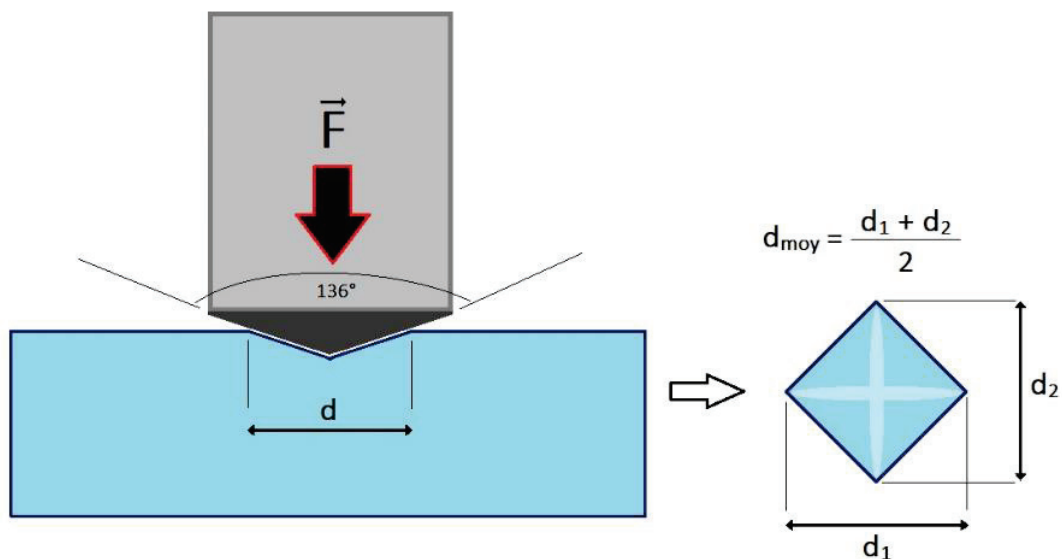


Figure 16 : Schéma d'un test de microdureté Vickers (Auteur 2020)

Les diagonales de l’empreinte de forme carrée sont mesurées à l’aide du microscope, leur moyenne est déterminée et la dureté de Vickers est calculée à l’aide de cette équation [46] :

$$HV = \frac{2F \cdot \sin\left(\frac{136^\circ}{2}\right)}{9.80665 \cdot d^2} \cong 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2}$$

F = Force (prédéfinie)
d = moyenne des diagonales

La microdureté d’un matériau est un bon indicateur de sa résistance à l’abrasion, sa capacité à être poli et la transmission des forces occlusales à la dent porteuse de la restauration et l’antagoniste [19].

1.7.2. Microduromètre Micromet 5100® Série de Buehler™

Le microduromètre utilisé pour cette étude est le Micromet 5100® Série de Buehler™ (Lake Bluff, Illinois, USA). Il permet de mesurer deux types de dureté : la dureté Knoop et la dureté de Vickers. Il est équipé d’une plateforme porte-objets mobile dans les trois sens de l’espace, permettant de positionner les échantillons avec précision. Il possède un oculaire de mesure de grande précision (réticule jusqu’à 0,01 µm) combiné à un bloc halogène de 50 W. Trois grossissements peuvent être utilisés pour observer les indentations : x10, x50 et x100. Les mesures de diagonales et le calcul des duretés de Vickers sont faits à l’aide du logiciel OmniMet HMS [47].

1.7.3. Logiciel OmniMet HMS

Le logiciel OmniMet HMS est utilisé pour traiter les images fournies par le microscope, déplacer le plateau soutenant les échantillons, changer de grossissement et différents paramètres liés au microduromètre. Il permet aussi de mesurer avec une précision de 0,1 µm les diagonales de l’empreinte laissée par l’indenteur et en calculer la dureté de Vickers [47].



Figure 17 : Microduromètre Micromet 5100® Série de Beuhler

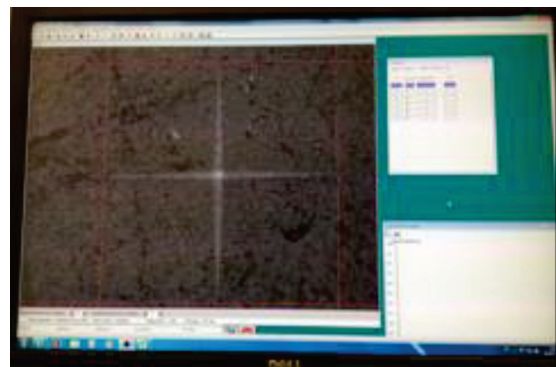


Figure 18 : Interface du logiciel OmniMet HMS connecté au microduromètre

1.8. Résistance à la compression

1.8.1. Principe

La résistance à la compression est la caractéristique d'un matériau solide à s'opposer aux forces axiales qui tendent à réduire sa taille. Sa valeur est la contrainte maximale que peut subir un matériau au moment de rupture et est décrite en MPa ($1 \text{ MPa} = 1 \text{ N/mm}^2$) [19][45].

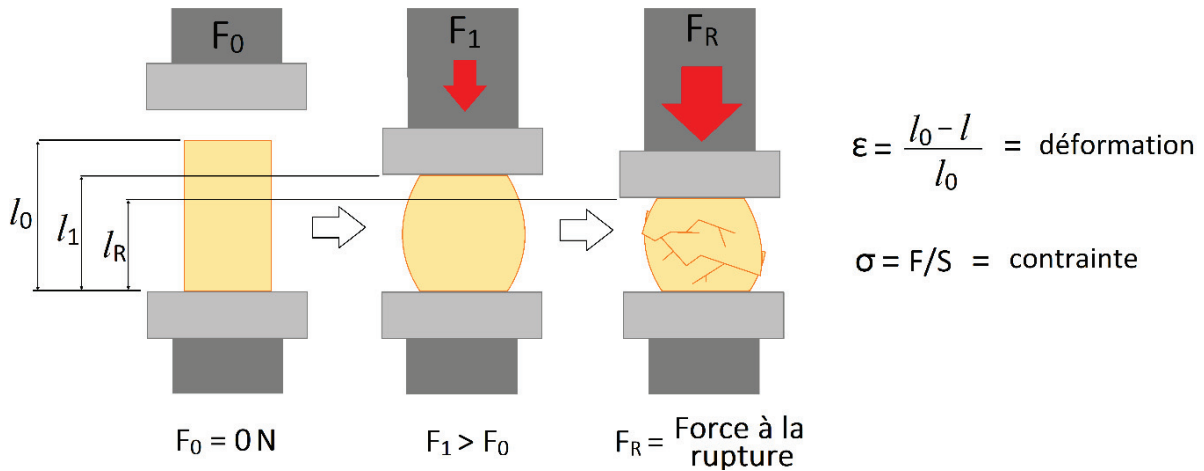


Figure 19 : Schéma d'un test de compression (Auteur 2020)

L'essai de compression consiste à placer une éprouvette cylindrique normalisée entre deux plateaux d'une presse. Les plateaux se rapprochent avec une vitesse constante, comprimant l'éprouvette. Celle-ci subit une contrainte (σ en MPa), qui est la force (F en N) par unité de surface (S en mm^2). Cette contrainte provoque la déformation de l'échantillon (ε), défini comme la différence entre la hauteur initiale de l'échantillon (l_0) et sa hauteur à un temps t (l), rapportée sur la hauteur initiale.

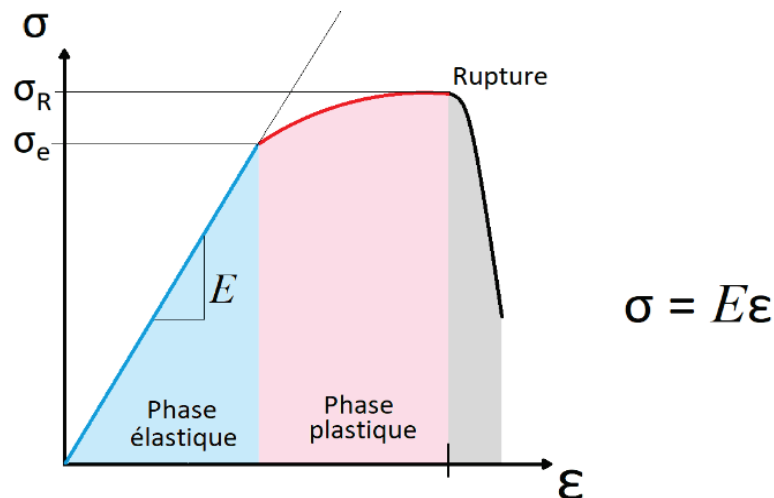


Figure 20 : Courbe contrainte-déformation (Auteur 2020)

Ces deux valeurs permettent de construire la courbe contrainte-déformation (ϵ en abscisse ; σ en ordonnée) [45].

Pendant un essai de compression, le matériau testé passe d'abord par une **phase élastique** durant laquelle la contrainte exercée est proportionnelle à la déformation, jusqu'à atteindre la *limite élastique* (σ_e). Le taux de proportionnalité est défini comme le *module d'Young* (E) et est une caractéristique propre à chaque matériau. La loi de Hooke décrit la relation de proportionnalité entre la contrainte et la déformation en phase élastique. Durant cette phase, l'échantillon retrouve sa forme d'origine une fois la contrainte supprimée [45].

$$\text{Loi de Hooke : } \sigma = E\epsilon$$

Suit la **phase plastique**, pendant laquelle la déformation n'est plus proportionnelle à la contrainte et l'échantillon subit une déformation irréversible (déformation plastique) après l'arrêt de la contrainte [45].

Enfin, l'échantillon atteint le **point de rupture** ; limite critique de fracture de l'échantillon, dont la contrainte σ_R est la *résistance à la compression* [45].

Selon la norme ISO 9917-1, la résistance à la compression minimale requise pour un CVI de restauration est de 100 MPa, en dessous de laquelle le matériau est considéré ayant échoué l'essai [6].

1.8.2. Machine INSTRON modèle 5967TM de INSTRONTM

La machine utilisée pour les essais de compression est le modèle 5967TM de INSTRONTM (Norwood, Massachusetts, USA). C'est une machine bi-colonne utilisées pour les essais de traction, compression, flexion et cisaillement sur matériaux bruts ou biens de toutes sortes. Elle est formée par une base à deux colonnes soutenant une traverse supérieure mobile et une inférieure immobile. Ces traverses supportent une plateforme chacune, au contact des échantillons lors des essais. La traverse mobile est entraînée par deux vis latérales actionnées par un motoréducteur à courant continu et dont la liaison s'effectue par poulies et courroies crantée.

Ce modèle a une capacité de force maximale de 30 kN, une précision de mesure de la charge de $\pm 0,5\%$ et une vitesse de rapprochement des plateformes de 0,001 à 1000 mm/min. Il possède des boutons de commandes d'abaissement et de relèvement de la traverse mobile, un bouton de départ du test et un bouton d'arrêt d'urgence [48].

1.8.3. Logiciel BlueHill 3™ de INSTRON™

Le logiciel BlueHill 3™ est le logiciel de récolte et traitement des données lors des tests de compression procédés par la machine à essais de compression de INSTRON™. Il permet de paramétrer la vitesse, d'introduire les dimensions des échantillons, de construire la courbe contrainte-déformation et de déterminer la résistance à la compression et le module d'Young.

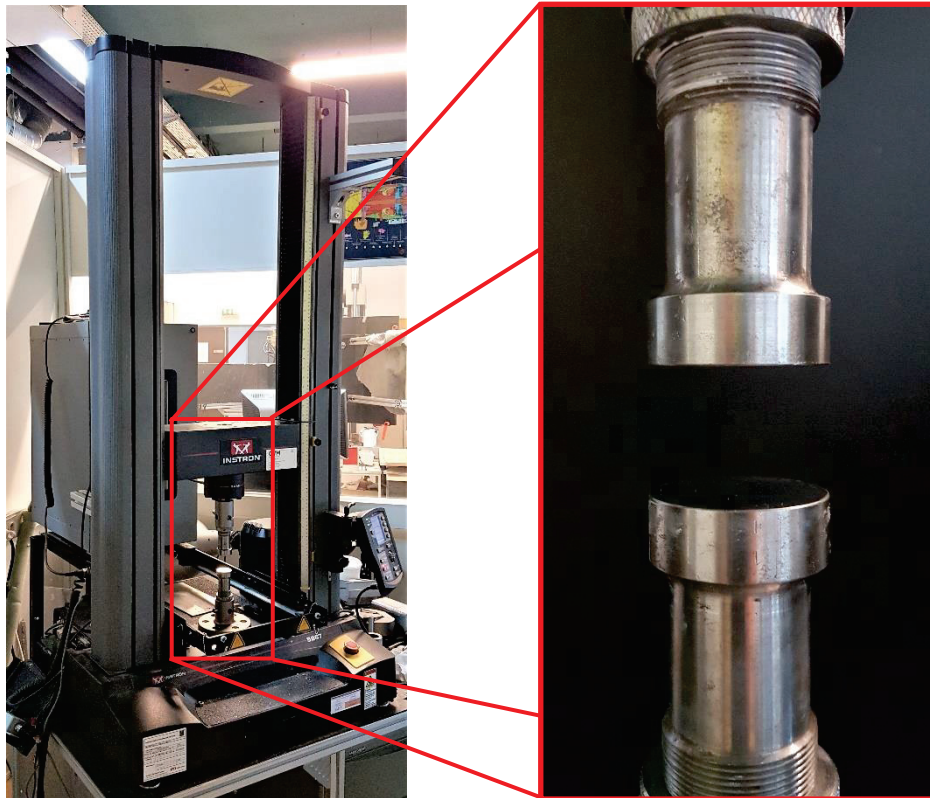


Figure 21 : Machine d'essais de compression INSTRON MACHINE modèle 5967™ de INSTRON®

2. METHODE DE MESURE

2.1. MICRODURETE

2.1.1. Réalisation des plots de CVI

Afin de confectionner les plots de CVI de façon reproductible, des moules en résine ont été utilisés. Ce sont des cylindres en résine phénolique dans lesquels nous avons percé 6 trous de 5mm de diamètre et 2mm de profondeur, à l'aide d'une perceuse à colonne. Ils serviront ensuite de porte-objet lors des essais de microdureté.



Figure 22 : Moule de confection des plots pour la microdureté

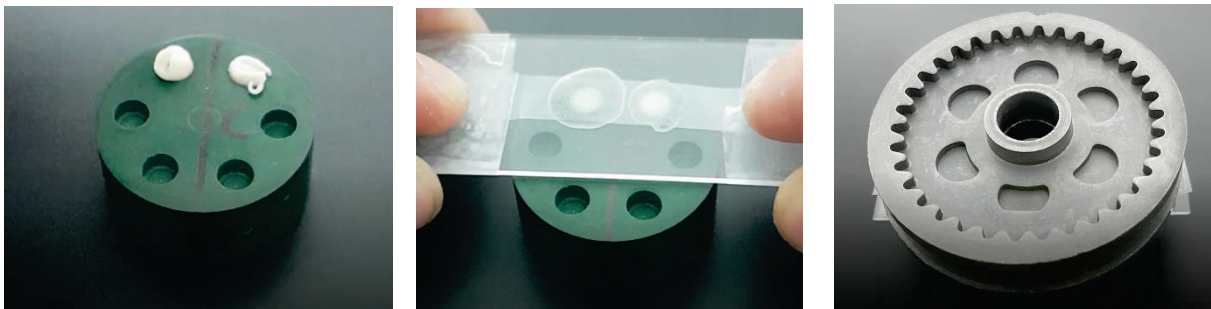
Les échantillons sont divisés en deux catégories ; 0 cycle (t_0) et 5000 cycles thermiques (t_{5000}) et en 3 groupes d'essais par catégorie :

| <u>Catégorie t_0</u> | <u>Catégorie t_{5000}</u> |
|---|--|
| <u>T_0</u> <i>TriageTM à 0 cycle</i> | <u>T_{5000}</u> <i>TriageTM à 5000 cycles</i> |
| <u>EF_0</u> <i>Equia ForteTM à 0 cycle</i> | <u>EF_{5000}</u> <i>Equia ForteTM à 5000 cycles</i> |
| <u>IS_0</u> <i>IonoStar PlusTM à 0 cycle</i> | <u>IS_{5000}</u> <i>IonoStar PlusTM à 5000 cycles</i> |

Dans des conditions de température et d'humidité identiques, un seul opérateur réalise pour chaque groupe d'essais 3 plots de 5 mm de diamètre et 2 mm de hauteur à l'aide des moules en résine et selon les instructions fournis par les fabricants.

La capsule est activée et placée dans le vibreur pendant 10 s, puis le CVI est injecté en partant du fond du moule et en remontant jusqu'à léger débordement afin de ne pas créer de bulles d'air dans les échantillons.

Le CVI débordant est alors recouvert d'une lame de verre d'1 mm d'épaisseur (ref : Fisher Scientific Pittsburgh PA USA) et une pression digitale d'1 seconde est exercée sur cette lame afin d'éliminer les excès. Puis, un poids de 250g est positionné sur la lame pour conserver une pression constante pendant le temps de prise des matériaux (2 min 30 s pour T et EF, 2 min pour IS). Après la prise du matériau, le poids et la lame de verre sont retirés délicatement.



Figures 23,24 et 25 : Confection des plots de CVI pour les essais de microdureté de Vickers

Les excès de ciment sont retirés avec une lame de bistouri 11. Les portes-objets sont ensuite polis avec la polisseuse Mecathech 334 et plongés immédiatement dans de l'eau déminéralisée en attendant la mise en étuve.



Figure 26 : Plots après polissage

2.1.2. Mise en étuve

Les porte-objets en résine contenant les échantillons sont mis à étuve dans de l'eau déminéralisée pendant 120 h (5 jours) à 37°C et à l'abri de la lumière.

2.1.3. Thermocyclage des Groupes t5000

Après 5 jours d'étuve, les porte-objets contenant les échantillons t0 sont testés immédiatement alors que ceux de la catégorie t5000 sont placés dans la machine de thermocyclage pendant 5000 cycles (1 cycle = 1 minute, 5000 cycles = 5000 minutes = 3 jours, 11 heures et 20 minutes), au bout desquels la machine s'arrête automatiquement. Les porte-objets contenant les échantillons sont ensuite placés dans de l'eau déminéralisée avant les essais de microdureté.

2.1.4. Mesure de la microdureté de Vickers (Norme ISO 6507-1) [46]

L'étude consiste à faire 5 indentations par plots de CVI : Au centre de la surface (a), à 1mm de l'extrémité du bas (b), à 1mm de l'extrémité du haut (c), 1mm de l'extrémité gauche (d) et 1mm de l'extrémité droite (e). Les échantillons faisant 5mm de diamètre, les quatre mesures des extrémités (b,c,d,e) sont éloignées de 1,5mm de la centrale.

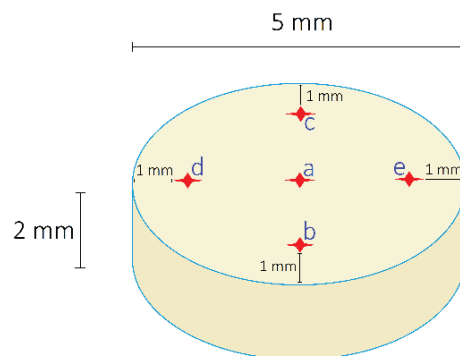


Figure 27 : Schéma des localisations des indentations sur les plots

Les plots sont observés au microscope au grossissement x10, le centre est repéré en se déplaçant de 2,5 mm vers le centre en partant des extrémités du plot et une localisation sans fissure ou microbulle est choisie.

L'indenteur est ensuite actionné avec une force de pénétration de 0,1 kgF pendant 15 s. Après ce temps, l'indenteur remonte laissant une empreinte de forme carrée à la surface. Les mesures des diagonales sont prises au grossissement x50 et la dureté de Vickers est calculée. Si les deux diagonales diffèrent de plus de 4 μm , l'essai est recommencé dans la zone étudiée.

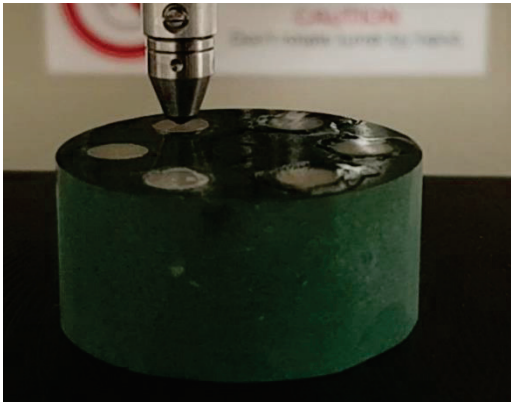


Figure 28 : Pénétration de l'indenteur pendant le test de microdureté

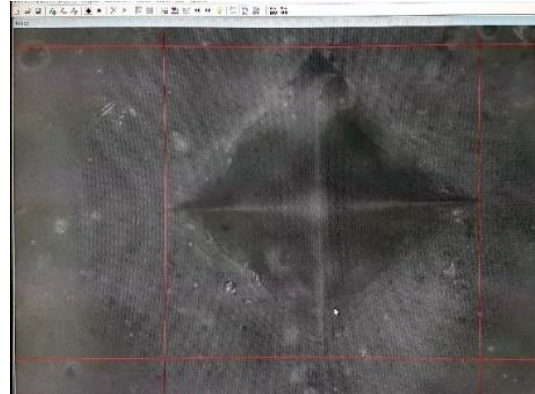


Figure 29 : Prise des mesures des diagonales de l'empreinte sur le logiciel OmniMet

L'opération est répétée pour les quatre indentations b, c, d et e en déplaçant à chaque fois l'échantillon à l'aide du logiciel OmniMet et de la plate-forme mobile de 1,5 mm en partant du centre. Une fois les cinq microduretés Vickers calculées à partir des diagonales, les mêmes manipulations sont faites sur les autres échantillons par le même opérateur [46].

A la fin de l'opération, nous avons 5 mesures de microdureté par plots, 3 plots par groupe d'échantillons, équivalant à 15 mesures de microdureté par groupe d'essai. Sur ces 15 mesures, les valeurs extrêmes minimale et maximale sont exclues. Nous conservons donc 13 valeurs de microdureté par groupe d'essai ($n = 13$).

2.1.5. Analyse statistique

L'analyse statistique est faite à partir des données de microdureté récoltées et retranscrites lors des essais dans un tableau Excel de résultats, et grâce au logiciel XLSTAT intégré. Cette analyse consiste à comparer différents groupes entre eux (groupe A / groupe B) :

- **Comparaison des valeurs de microduretés à t0 et t5000 pour chaque matériau**
 - T_0 / T_{5000}
 - EF_0 / EF_{5000}
 - IS_0 / IS_{5000}

- **Comparaison des valeurs de microduretés du CVI fluide (T) avec les CVI-HV (EF ou IS)**
 - EF_0 / T_0
 - EF_{5000} / T_{5000}
 - IS_0 / T_0
 - IS_{5000} / T_{5000}
- **Comparaison des valeurs de microduretés des CVI-HV entre eux (EF et IS)**
 - EF_0 / IS_0
 - EF_{5000} / IS_{5000}

Choix du test statistique

Après avoir fait un test de normalité, nous concluons que les valeurs de microdureté ne respectent pas une distribution normale (distribution gaussienne) dans chaque groupe. Nous choisissons donc d'utiliser un test non-paramétrique : le test unilatéral de Wilcoxon-Mann-Whitney, qui est une combinaison des tests de Wilcoxon et de Mann-Whitney. Il permet de tester l'hypothèse selon laquelle les médianes de deux groupes sont considérées comme proches (H_0), et dont la différence n'est pas statistiquement significative. Il est utilisé pour de petits échantillons ($n_A < 30$ et $n_B < 30$) indépendants et dont les différences possibles entre eux ne concerne que la position [49][50].

Hypothèses et seuil significatif

Nous posons respectivement $A(X)$ et $B(X)$ la fonction de répartition du groupe A et du groupe B :

- **Hypothèse nulle : $H_0 =$ Il n'existe pas de différence significative entre les valeurs de microdureté du groupe A et celles du groupe B.**

$$H_0 : A(X) = B(X)$$

- **Hypothèse alternative : $H_1 =$ Il existe une différence significative entre les valeurs de microdureté du groupe A et celles du groupe B.**

$$H_1 : A(X) > B(X) \\ \text{ou } A(X) < B(X)$$

Le seuil significatif α est posé à 5% ($\alpha = 0,05$) et est procédé de façon unilatérale.

Le test de Wilcoxon-Mann-Whitney repose sur la notion de rangs des valeurs. Il consiste à [50] :

- 1) Ordonner les valeurs des groupes A ($x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_n$) et B ($y_1, y_2, \dots, y_i, \dots, y_n$) de façon croissante.
- 2) Attribuer un rang à chaque valeur (r_i). Si des valeurs sont ex-aequo, elles porteront la moyenne de ces rangs.

| Groupe | Valeur | Rang |
|--------|--------|------|
| A | 35 | 1 |
| A | 37 | 2,5 |
| B | 37 | 2,5 |
| A | 39 | 4 |
| B | 40 | 5 |
| B | 41 | 6 |
| A | 43 | 7 |
| B | 45 | 8 |

- 3) Calculer la somme des rangs obtenus pour les valeurs du groupe A (W_A) et pour celles du groupe B (W_B).

$$W = \sum_{i=1}^n r_i$$

- 4) Calculer la valeur $U_{observé}$ pour le groupe A et $U_{observé}$ pour le groupe B. Le plus petit $U_{observé}$ est comparée à un $U_{critique}$ issu d'un tableau de Mann et Whitney pour valider ou rejeter l'hypothèse nulle H_0 (avec n = nombre de valeurs dans l'échantillon).

$$U_{observé} = W - \frac{n(n+1)}{2}$$

Pour n_A et $n_B = 13 \rightarrow U_{critique} = 51$ (Annexe 3)

Si le plus petit $U_{observé} > 51$: **H_0 est acceptée.**

Si le plus petit $U_{observé} \leq 51$: H_0 est rejetée, **H_1 est acceptée.**

Cette méthode est utilisée pour tous les couples comparés ci-dessus (détail en Annexe 4).

2.2. COMPRESSION

2.2.1. Réalisation des cylindres de CVI

Pour la réalisation de cylindres de CVI, nous confectionnons à l'aide d'une perceuse à colonne un moule en acier inoxydable fendu en son centre, de 6 mm de hauteur et 4 mm de diamètre. Les deux parties sont reliées par deux vis de serrage permettant l'ouverture et la fermeture du moule.

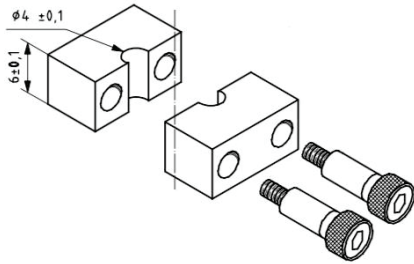


Figure 30 : Schéma du moule de confection des cylindres de CVI

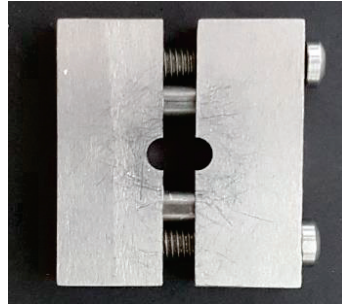


Figure 31 : Moule de confection des cylindres

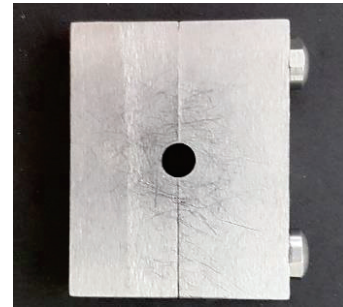


Figure 32 : Moule de confection des cylindres

Les échantillons sont divisés en deux catégories (0 cycle et 5000 cycles thermiques) et en 4 groupes d'essais par catégorie. Ces groupes sont les mêmes que pour la microdureté avec l'ajout d'un groupe supplémentaire « Mixte » composé de moitié par le CVI fluide Triage™ et l'autre moitié par CVI-HV Equia Forte™. Ce système est dit « bicouche ».

| <u>Catégorie t0</u> | <u>Catégorie t5000</u> |
|--|--|
| <u>T</u> ₀ <i>Triage™ à 0 cycle</i> | <u>T</u> ₅₀₀₀ <i>Triage™ à 5000 cycles</i> |
| <u>EF</u> ₀ <i>Equia Forte™ à 0 cycle</i> | <u>EF</u> ₅₀₀₀ <i>Equia Forte™ à 5000 cycles</i> |
| <u>IS</u> ₀ <i>IonoStar Plus™ à 0 cycle</i> | <u>IS</u> ₅₀₀₀ <i>IonoStar Plus™ à 5000 cycles</i> |
| <u>M</u> ₀ <i>Mixte : Equia Forte™ + Triage™ à 0 cycle</i> | <u>M</u> ₅₀₀₀ <i>Mixte : Equia Forte™ + Triage™ à 5000 cycle</i> |

Dans des conditions de température et d'humidité identiques, un seul opérateur réalise pour chaque groupe d'essais 7 cylindres de $4,0 \pm 0,1$ mm de diamètre et $6 \pm 0,1$ mm de hauteur à l'aide du moule fendu et selon les instructions fournis par le fabricant.

Une lame de verre de 1 mm d'épaisseur (ref : Fisher Scientific Pittsburgh PA USA) est placée sous le moule fendu fermé (vis serrées avec force). Comme pour les essais de microdureté, une fois la capsule activée, le CVI est injecté du fond du moule en remontant jusqu'à obtenir un léger débordement sans créer de bulles d'air. Le CVI débordant est recouvert d'une seconde lame de verre et une pression digitale est exercée pour éliminer les excès pendant 1 secondes. Un poids de 250g est ensuite posé sur la lame de verre pour conserver une pression constante pendant le temps de prise des matériaux, à la fin duquel les poids et la lame de verre sont retirés délicatement. Les excès de CVI sont retirés avec un scalpel lame 11. Les vis du moule sont dévissées, le moule ouvert et le cylindre est retiré et mis dans un contenant d'eau déminéralisée.

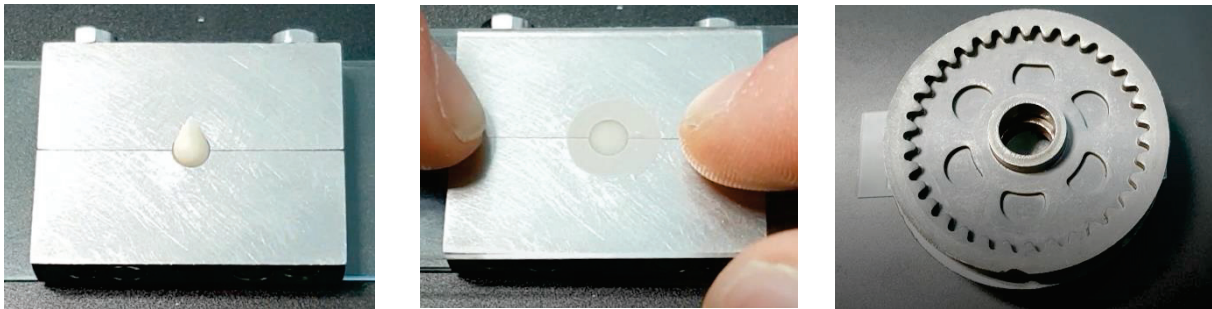


Figure 33, 34 et 35 : Confection des cylindres de CVI pour les essais de compression

Pour les cylindres bicouches composés de Triage™ et de Equia Forte™, une marque au feutre indélébile est faite à la moitié du moule, à 3 mm des extrémités. Le CVI Triage™ est d'abord injecté du fond du moule jusqu'à cette marque pendant que la capsule Equia Forte™ est activée. Equia Forte™ est ensuite injecté par-dessus le Triage™ encore fluide, de la marque indélébile jusqu'à obtenir un léger débordement du moule. Les étapes suivantes sont identiques aux autres échantillons. A la fin de l'opération, nous avons 7 cylindres par groupe d'essai.

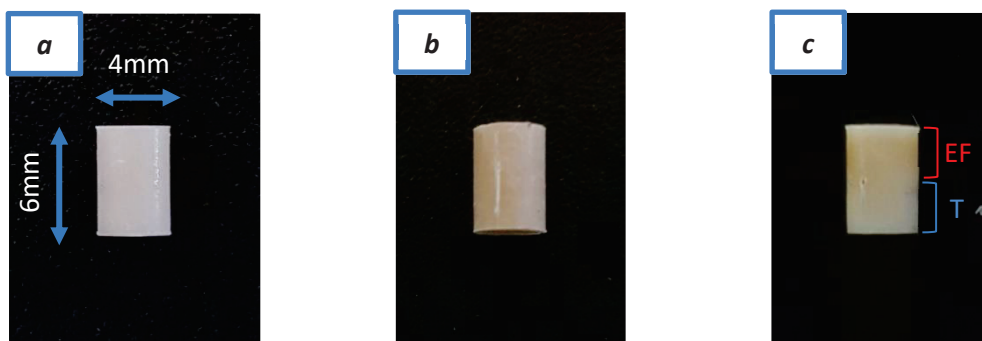


Figure 36 : Exemples de cylindres de CVI fluide (a), CVI-HV (b), et Bicouche (c)

2.2.2. Mise en étuve

Les cylindres de CVI sont mis à l'étuve dans de l'eau déminéralisée pendant 120 h (5 jours) à 37°C à l'abri de la lumière.

2.2.3. Thermocyclage des Groupes t5000

Après avoir été placés dans l'étuve pendant 5 jours, les cylindres de la catégorie t0 sont testés en compression alors que les cylindres t5000 sont placés dans la machine à cycles thermiques programmée pour 5000 cycles. Les cylindres sont ensuite placés dans de l'eau déminéralisée avant les essais de compression.

2.2.4. Mesure de la résistance à la compression (Norme ISO 9917-1) [6]

Le diamètre et la hauteur de chaque cylindre sont mesurés avec un micromètre (Digimatic Caliper, Mitutoyo) et ces mesures sont introduites dans le logiciel BlueHill 3 juste avant l'essai. Les bases du cylindre sont vaselinées à l'aide d'une micro-brush afin de réduire le frottement lors de l'expansion latérale due à la compression axiale. L'échantillon est posé sur la plateforme inférieure, la plateforme supérieure est abaissée jusqu'à être en quasi contact avec l'échantillon.

La précharge est paramétrée à 5 N, la vitesse de déplacement de la tête est de 3 mm/min jusqu'au contact de l'échantillon, puis à $(0,75 \pm 0,30)$ mm/min une fois en contact. Les manipulations sont faites par le même opérateur.

Pendant l'essai de compression, les plateformes au contact des bases du cylindre se rapprochent avec une vitesse constante, comprimant l'échantillon jusqu'à la rupture. Les forces de compression sont mesurées et la courbe contrainte-déformation est tracée par le logiciel. La résistance à la compression est calculée grâce à la formule suivante [6] :

$$C = \frac{4 p}{\pi d^2}$$

| | |
|----|---|
| Où | C est la résistance à la compression p est la charge maximale au moment de la rupture en Newtons d est le diamètre de l'échantillon |
|----|---|

Une fois le cylindre de CVI fracturé, la machine est arrêtée, la plateforme supérieure est relevée et les surfaces nettoyées. L'opération est ensuite répétée pour chaque échantillon de chaque matériau.

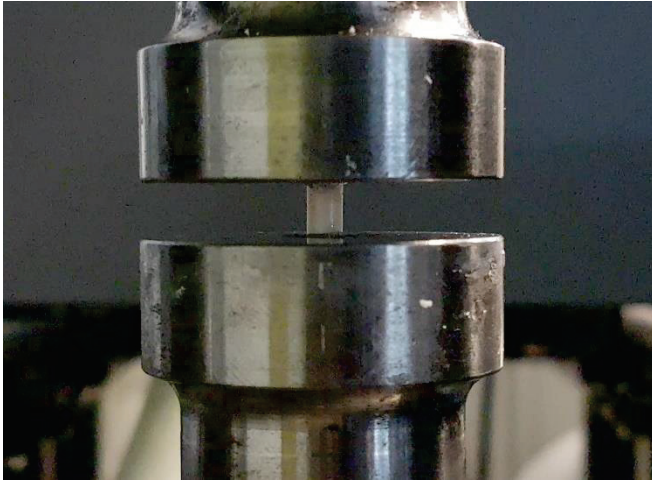


Figure 37 : Essai de compression

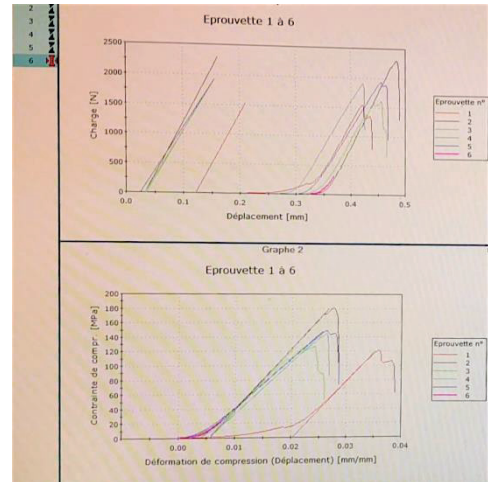


Figure 38 : Dessin de la courbe contrainte-déformation

Sur les 7 échantillons par groupe d'essai, les valeurs extrêmes minimale et maximale sont exclues. Nous conservons donc les mesures de résistance à la compression de 5 échantillons par groupe d'essai.

2.2.5. Analyse statistique

Comme pour les essais de microdureté, l'analyse statistique est faite à partir des données récoltées lors des essais de compression, grâce au logiciel XLSTAT. Les groupes comparés sont les mêmes que pour les essais de microdureté, excepté l'ajout du groupe Mixte (T + EF) pour les essais de compression.

- **Comparaison des valeurs de résistance à la compression à t0 et t5000 pour chaque matériau**
 - T_0 / T_{5000}
 - EF_0 / EF_{5000}
 - IS_0 / IS_{5000}
 - M_0 / M_{5000}
- **Comparaison des valeurs de résistance à la compression du CVI fluide (T) avec les CVI-HV (EF ou IS)**
 - EF_0 / T_0
 - EF_{5000} / T_{5000}
 - IS_0 / T_0
 - IS_{5000} / T_{5000}

- **Comparaison des valeurs de résistance à la compression des CVI-HV entre eux (EF et IS)**
 - EF_0 / IS_0
 - EF_{5000} / IS_{5000}
- **Comparaison des valeurs de résistance à la compression d'un système monocouche (EF ou T) et bicouche (Mixte)**
 - EF_0 / M_0
 - EF_{5000} / M_{5000}
 - T_0 / M_0
 - T_{5000} / M_{5000}

Nous choisissons d'utiliser le test non-paramétrique de Wilcoxon-Mann-Whitney, les échantillons étant trop petits pour suivre une distribution normale (5 par groupe) [50].

Hypothèse et seuil significatif

Nous posons respectivement $A(X)$ et $B(X)$ la fonction de répartition du groupe A et du groupe B :

- Hypothèse nulle : $H_0 =$ **Il n'existe pas de différence significative entre les valeurs de résistance à la compression du groupe A et celles du groupe B.**

$$H_0 : A(X) = B(X)$$

- Hypothèse alternative : $H_1 =$ **Il existe une différence significative entre les valeurs de résistance à la compression du groupe A et celles du groupe B.**

$$H_1 : A(X) > B(X)$$

$$\text{ou } A(X) < B(X)$$

Le seuil significatif α est posé à 5% ($\alpha = 0,05$) et le test est unilatéral.

La méthode utilisée est identique à celle présentée dans la section 2.1.5. (Annexe 3 et 4)

Pour n_A et $n_B = 5 \rightarrow U_{\text{critique}} = 4$ (Annexe 3)

Si le plus petit $U_{\text{observé}} > 4$: **H_0 est acceptée.**

Si le plus petit $U_{\text{observé}} \leq 4$: H_0 est rejetée, **H_1 est acceptée.**

3. RESULTATS

3.1. MICRODURETE

3.1.1. Microdureté Vickers obtenues lors de l'étude

Voici un tableau montrant des empreintes *types* de microduretés Vickers au grossissement x50 selon le matériau étudié :

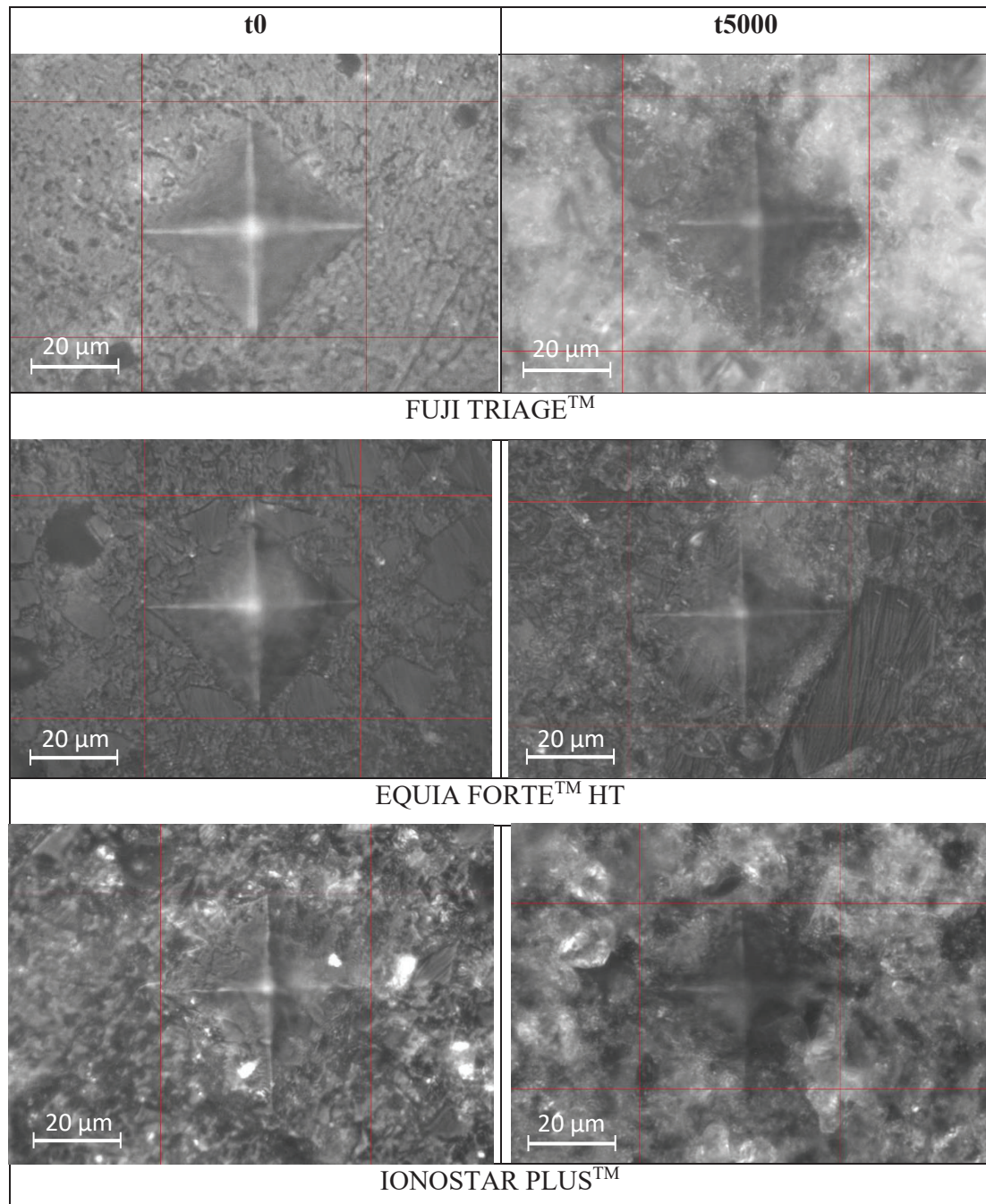


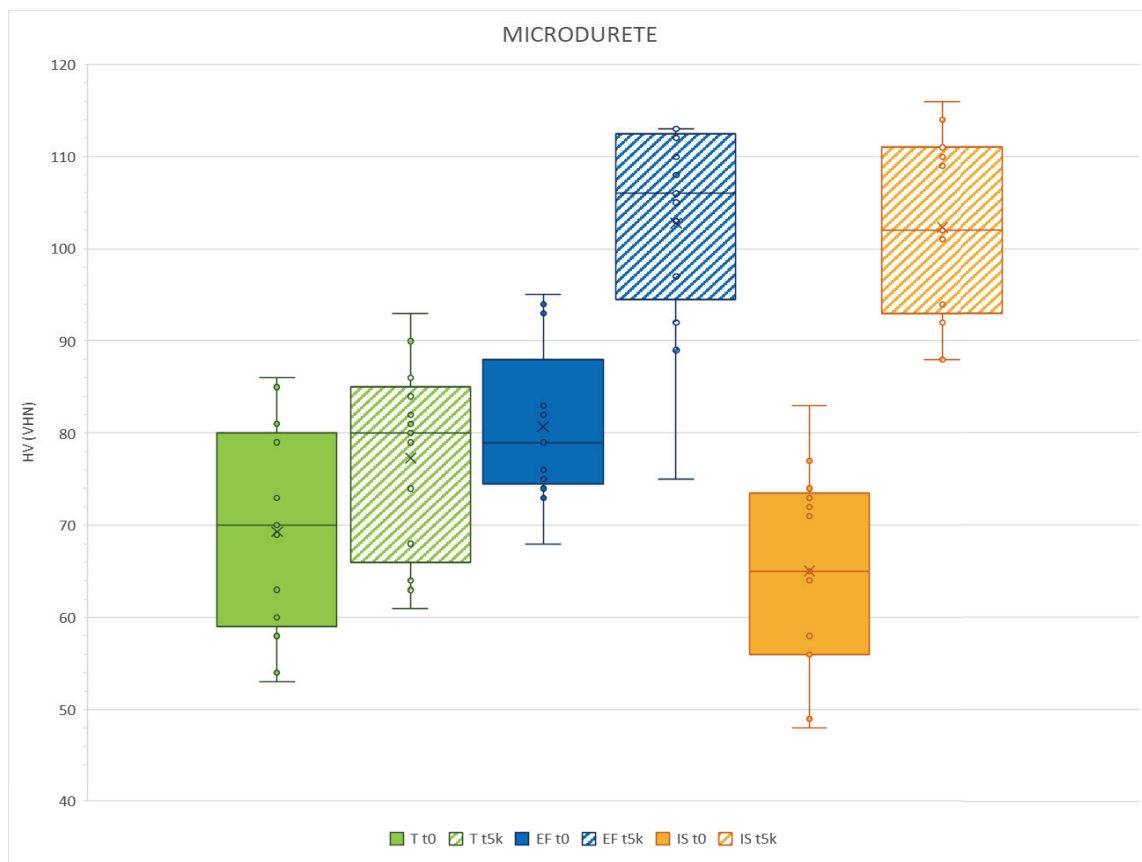
Figure 39 : Empreintes des essais de microdureté Vickers au grossissement x50

Les résultats obtenus sont reportés dans un tableau Excel, à partir desquels sont calculés les moyennes et les écarts-types.

| | | HV (VHN) | | |
|--------------|------------|----------|--------|--------|
| | | T | EF | IS |
| t0 | Moyenne | 69,3 | 80,7 | 65,1 |
| | Ecart-type | ± 11,3 | ± 8,6 | ± 11,0 |
| t5000 | Moyenne | 77,3 | 102,8 | 102,3 |
| | Ecart-type | ± 10,5 | ± 11,6 | ± 10,1 |

Tableau 3 : Valeurs moyennes de microduretés obtenues avec les écarts-types

Un graphique *box-plot* est construit à partir des 13 valeurs de microduretés retenues par matériau. Chaque matériau est représenté par une couleur (Triage™ = vert ; Equia Forte™ = Bleu ; IonoStar Plus™ = Orange). La catégorie est représentée soit par une couleur pleine (t0) soit par un hachuré (t5000).



Graphique 1 : Résultats des microduretés obtenues sous forme de box-plot

3.1.2. Analyse des résultats

3.1.2.1. Comparaisons entre t0 et t5000

- Triage™ (T₀ / T₅₀₀₀)

Les microduretés moyennes obtenues pour Triage™ sont de (69,3 ± 11,3) VHN sans vieillissement artificiel et (77,3 ± 10,5) VHN après 5000 cycles thermiques.

Le graphique box-plot montre une augmentation des résultats après vieillissement thermique, et le test de Wilcoxon-Mann-Whitney montre une **différence statistiquement significative** entre la microdureté à t0 et t5000 (p = 0,046).

H₁ acceptée → différence significative

$$T_0 < T_{5000}$$

- Equia Forte™ HT (EF₀ / EF₅₀₀₀)

Les microduretés moyennes pour Equia Forte™ sont de (80,7 ± 8,6) VHN sans vieillissement artificiel et (102,8 ± 11,6) VHN après 5000 cycles thermiques.

Le Graphique 1 et l'analyse statistique montre **une différence statistiquement significative** entre t0 et t5000 (p = 0,002) avec une augmentation des valeurs de microduretés après vieillissement thermique.

H₁ acceptée → différence significative

$$EF_0 < EF_{5000}$$

- IonoStar Plus™ (IS₀ / IS₅₀₀₀)

Les microduretés moyennes pour le CVI-HV IonoStar Plus™ sont de (65,1 ± 11,0) VHN sans vieillissement artificiel et (102,3 ± 10,1) VHN après 5000 cycles thermiques.

Le Graphique 1 montre une forte augmentation des résultats. L'analyse statistique montre **une différence significative importante** entre t0 et t5000 ($p < 0,00001$) avec une forte augmentation de la microdureté après vieillissement thermique.

H₁ acceptée → différence significative totale
 $IS_0 \ll IS_{5000}$

En résumé :

| T | | EF | | IS | |
|-----------|-------|-----------|-------|-----------|-------|
| t0 | t5000 | t0 | t5000 | t0 | t5000 |
| H1 | | H1 | | H1 | |
| < | | < | | << | |

3.1.2.2. Comparaisons entre le CVI fluide et les CVI-HV

○ **0 cycle**

- Triage™ et Equia Forte™ HT (T₀ / EF₀)

Les microduretés moyennes à t0 sont de (69,3 ± 11,3) VHN pour le CVI fluide Triage™ et (80,7 ± 8,6) VHN pour le CVI-HV Equia Forte™.

L'analyse statistique montre **une différence significative** ($p = 0,00914$) avec des valeurs de microduretés supérieurs pour Equia Forte™ comme le montre le Graphique 1.

H₁ acceptée → différence significative
 $T_0 < EF_0$

- Triage et IonoStar Plus (T₀ / IS₀)

A t0, les microduretés moyennes sont de (69,3 ± 11,3) VHN pour le Triage™ et (65,1 ± 11,0) VHN pour le CVI-HV IonoStar Plus™.

L'analyse statistique ne montre **pas de différence significative** ($p = 0,236$) avec des valeurs de microduretés légèrement supérieurs pour Triage™.

H₀ acceptée → pas de différence significative
 $T_0 = IS_0$

○ **5000 cycles**

- Triage™ et Equia Forte™ HT (T₅₀₀₀ / EF₅₀₀₀)

Les microduretés moyennes à t5000 sont de (77,3 ± 10,5) VHN pour Triage™ et (102,8 ± 11,6) VHN pour Equia Forte™.

L'analyse statistique montre **une différence statistiquement significative** (p = 0,00009) avec des valeurs de microduretés supérieures pour Equia Forte™.

H₁ acceptée → différence significative
T₅₀₀₀ < EF₅₀₀₀

- Triage et IonoStar Plus (T₅₀₀₀ / IS₅₀₀₀)

Les microduretés moyennes à t5000 sont de (77,3 ± 10,5) VHN pour Triage™ et (102,3 ± 10,1) VHN pour IonoStar Plus™.

L'analyse statistique montre une **différence significative** (p < 0,00001) avec des valeurs de microduretés bien supérieures pour IonoStar Plus™.

H₁ acceptée → différence significative
T₅₀₀₀ < IS₅₀₀₀

En résumé :

| t0 | | | | t5000 | | | |
|-----------|----|-----------|----|-----------|----|-----------|----|
| T | EF | T | IS | T | EF | T | IS |
| H1 | | H0 | | H1 | | H1 | |
| < | | = | | < | | < | |

3.1.2.3. Comparaisons des CVI-HV entre eux

○ **0 cycle**

- Equia Forte™ HT et IonoStar Plus™ (EF₀ / IS₀)

Les microduretés obtenues à t0 pour les CVI-HV sont de (80,7 ± 8,6) VHN pour Equia Forte™ et de (65,1 ± 11,0) VHN pour IonoStar Plus™.

L'analyse statistique montre **une différence significative** ($p = 0,00066$) avec de meilleurs résultats pour Equia Forte™ que pour IonoStar Plus™.

H₁ acceptée → différence significative
 $EF_0 > IS_0$

○ **5000 cycles**

- Equia Forte™ HT et IonoStar Plus™ (EF₅₀₀₀ / IS₅₀₀₀)

Les résultats de microduretés obtenues à t5000 sont de $(102,8 \pm 11,6)$ VHN pour Equia Forte™ et de $(102,3 \pm 10,1)$ VHN pour IonoStar Plus™.

L'analyse statistique ne montre **pas différence statistiquement significative** ($p = 0,256$) entre ces deux CVI-HV.

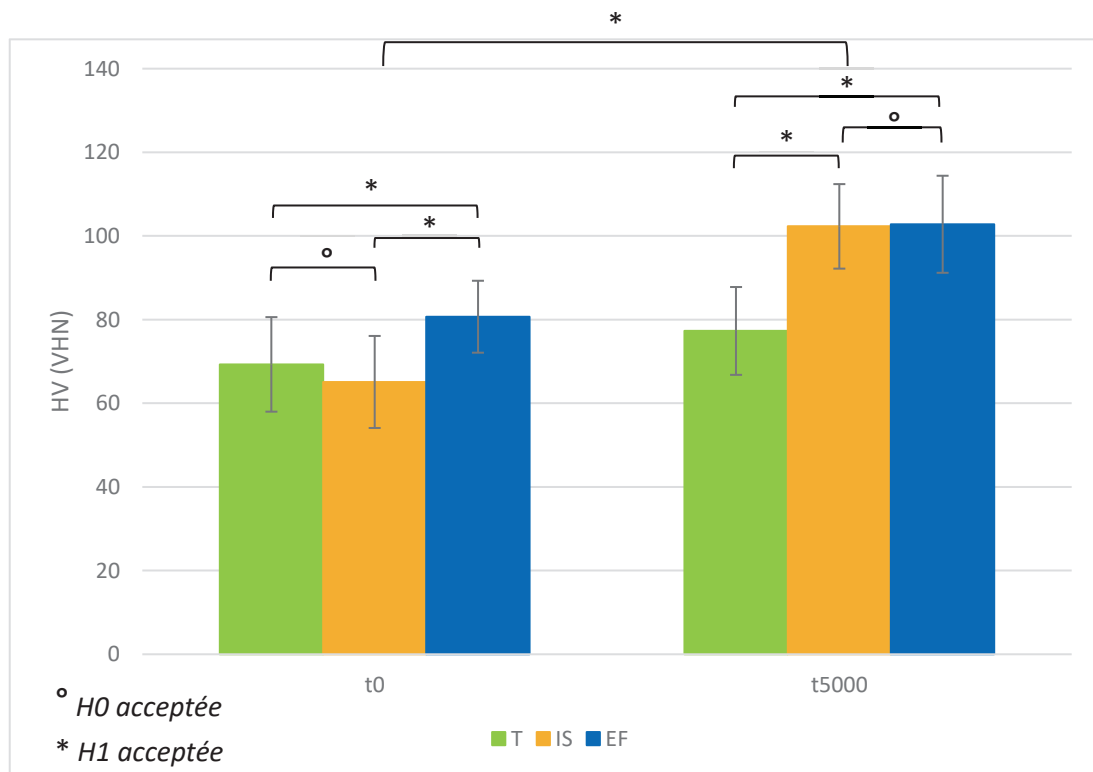
H₀ acceptée → pas de différence significative
 $EF_{5000} = IS_{5000}$

En résumé :

| t0 | | t5000 | |
|-----------|----|-----------|----|
| EF | IS | EF | IS |
| H1 | | H0 | |
| > | | = | |

L'ensemble des résultats montrent que :

- *Le vieillissement thermique améliore les valeurs de microduretés pour tous les matériaux, surtout IonoStar Plus™.*
- *Avant le vieillissement, Equia Forte™ est significativement supérieur à IonoStar Plus™ et Triage™, qui sont équivalents.*
- *Après le vieillissement, Equia Forte™ et IonoStar Plus™ sont équivalents et significativement supérieurs à Triage™.*



Graphique 2 : Comparaison des microduretés moyennes des matériaux avec les récapitulatifs des hypothèses retenues (H0 ou H1)

3.2. COMPRESSION

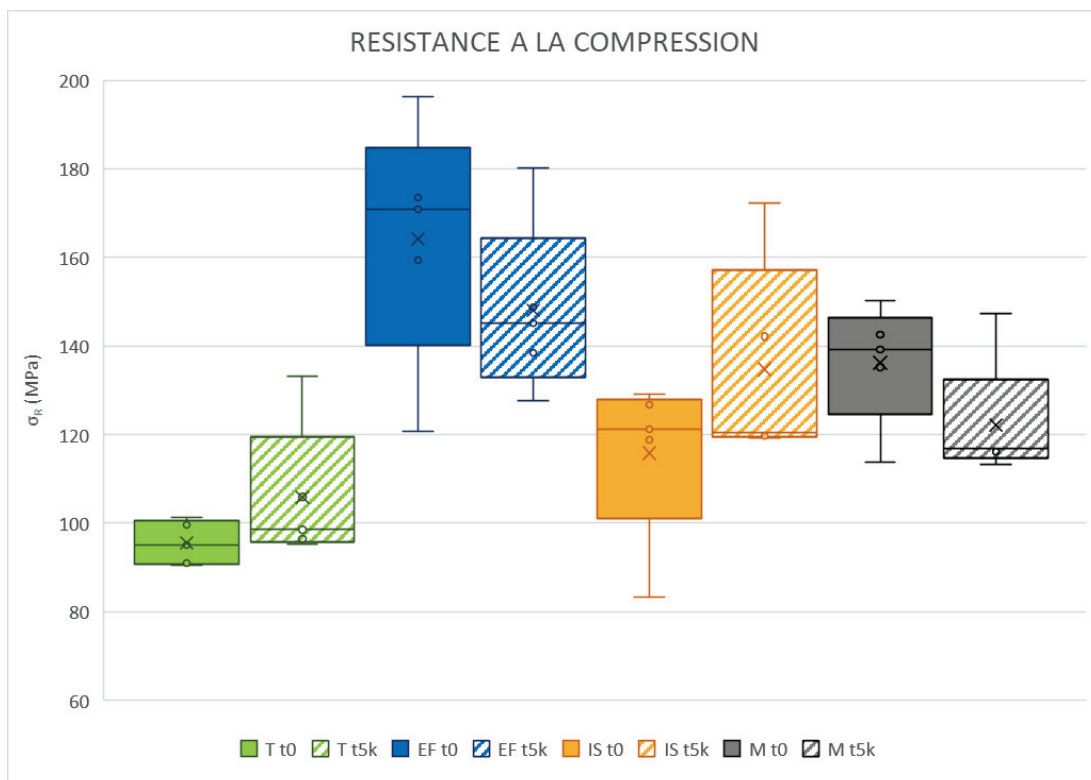
3.2.1. Résistances à la compression obtenues lors de l'étude

Les résultats obtenus des résistances à la compression (σ_R) des 5 cylindres de CVI sont reportés dans un tableau Excel, à partir desquels sont calculés les moyennes et les écarts-types.

| | | σ_R (MPa) | | | |
|-------|------------|------------------|--------|--------|--------|
| | | T | EF | IS | M |
| t0 | Moyenne | 95,5 | 164,2 | 115,9 | 136,3 |
| | Ecart-type | ± 4,9 | ± 27,7 | ± 18,7 | ± 13,7 |
| t5000 | Moyenne | 105,9 | 148,1 | 134,8 | 122,2 |
| | Ecart-type | ± 15,8 | ± 19,7 | ± 23,1 | ± 14,2 |

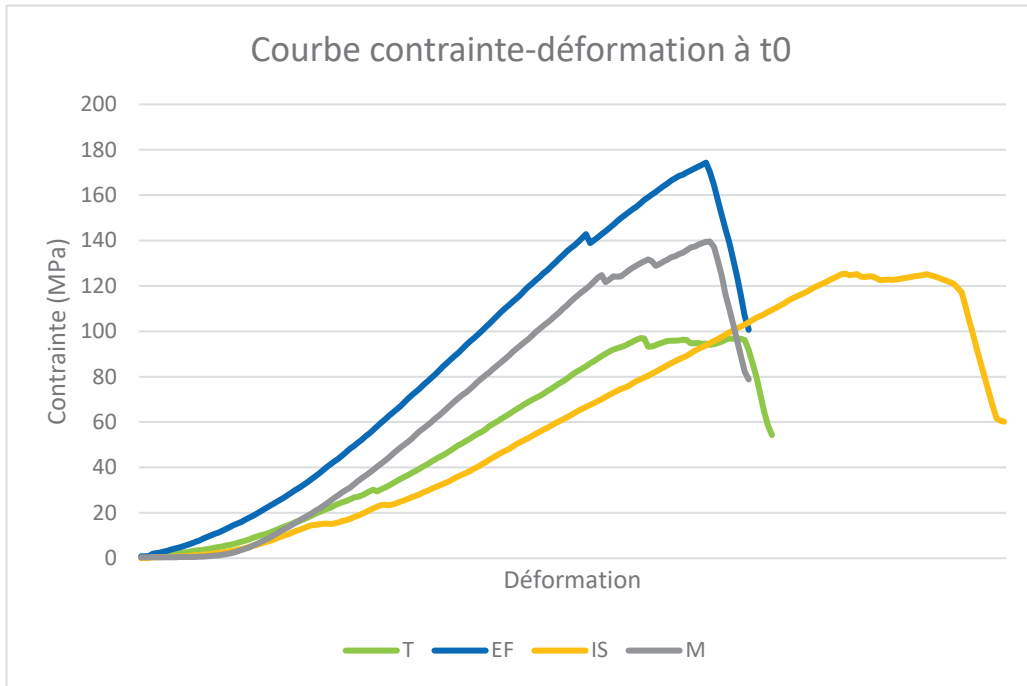
Tableau 4 : Valeurs moyennes de résistances à la compression obtenues avec les écarts-types

Avec les résultats obtenus, un graphique sous forme de *box-plot* est construit. Les mêmes couleurs sont représentées pour chaque matériau étudié avec la catégorie t0 en couleur pleine et t5000 en hachuré. Les box-plots gris sont ajoutés pour les échantillons *Mixtes* (M₀ et M₅₀₀₀).

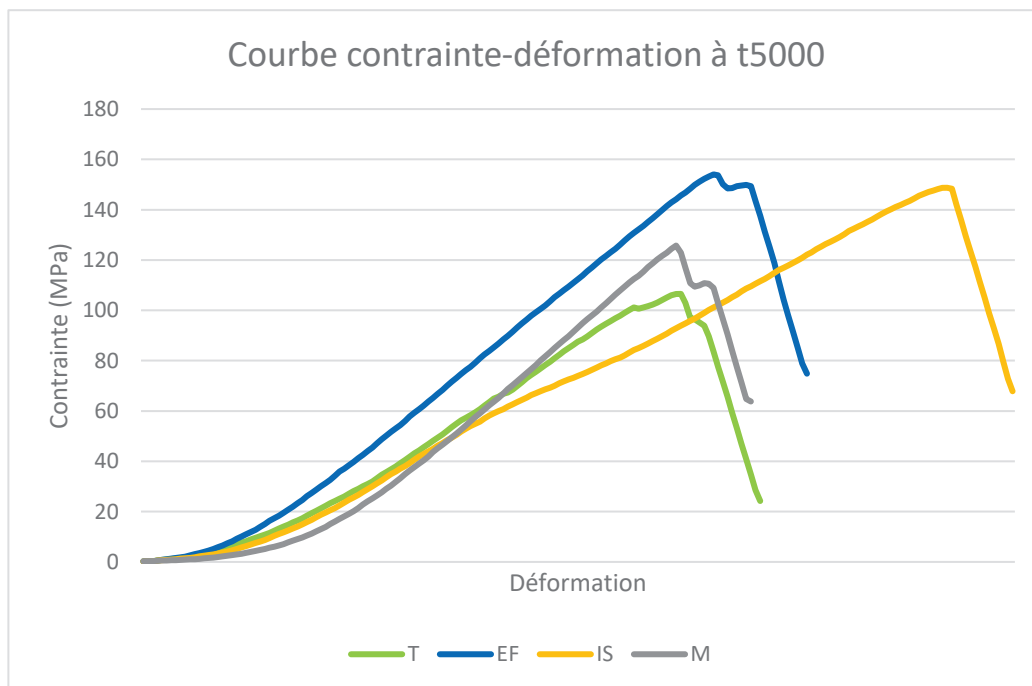


Graphique 3 : Résultats des résistances à la compression obtenues sous forme de box-plot

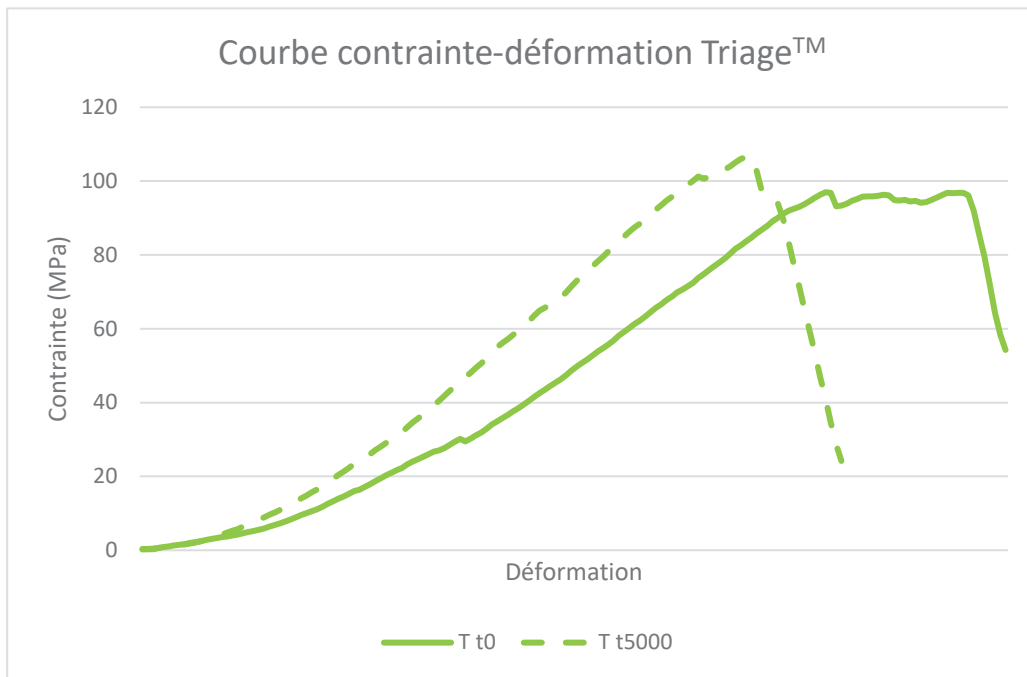
Lors des tests de compression, la courbe contrainte-déformation est construite pour chaque essai. Les courbes présentées ci-dessous sont celles des échantillons ayant les valeurs de résistances à la compression les plus proches des valeurs moyennes. Les différents matériaux sont comparés entre eux, ainsi que les catégories t0 et t5000.



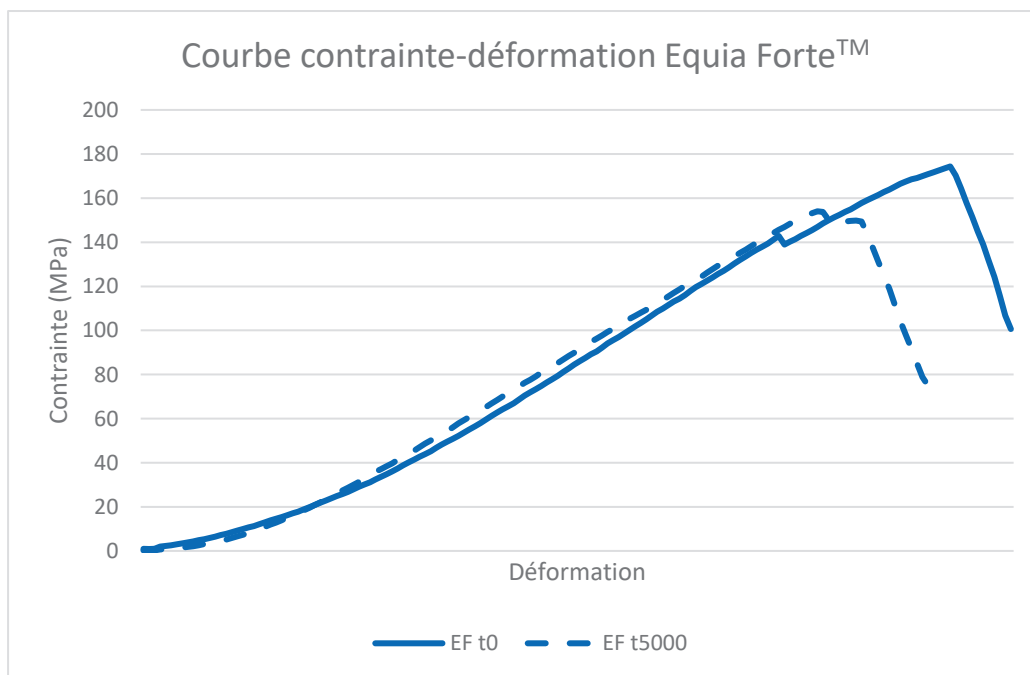
Graphique 4 : Exemple de courbes contrainte-déformation pour chaque groupe d'essai à t0



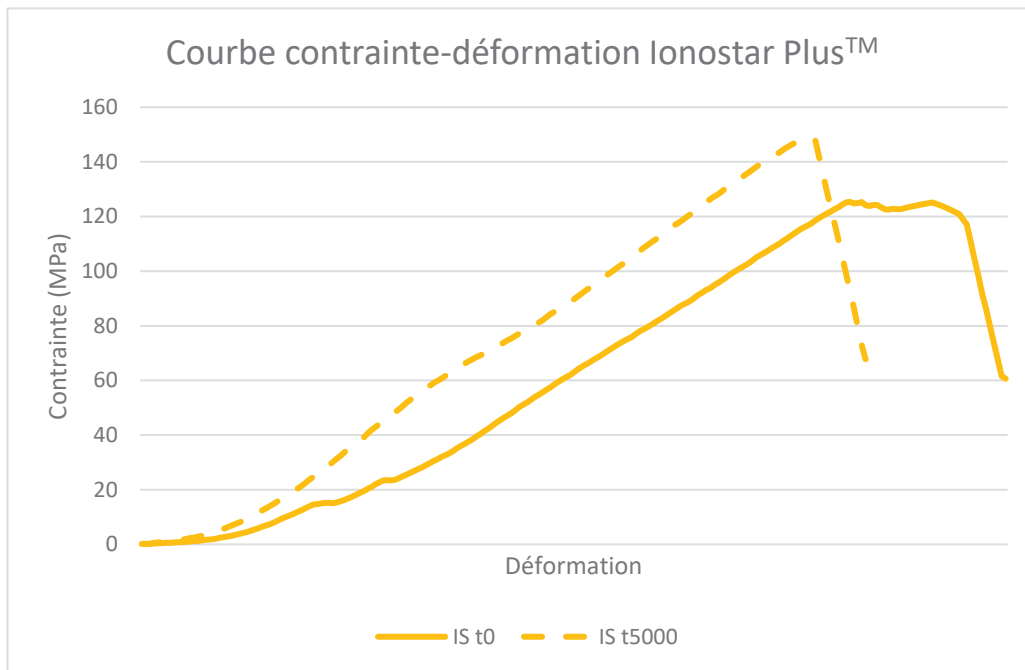
Graphique 5 : Exemple de courbes contrainte-déformation pour chaque groupe d'essai à t5000



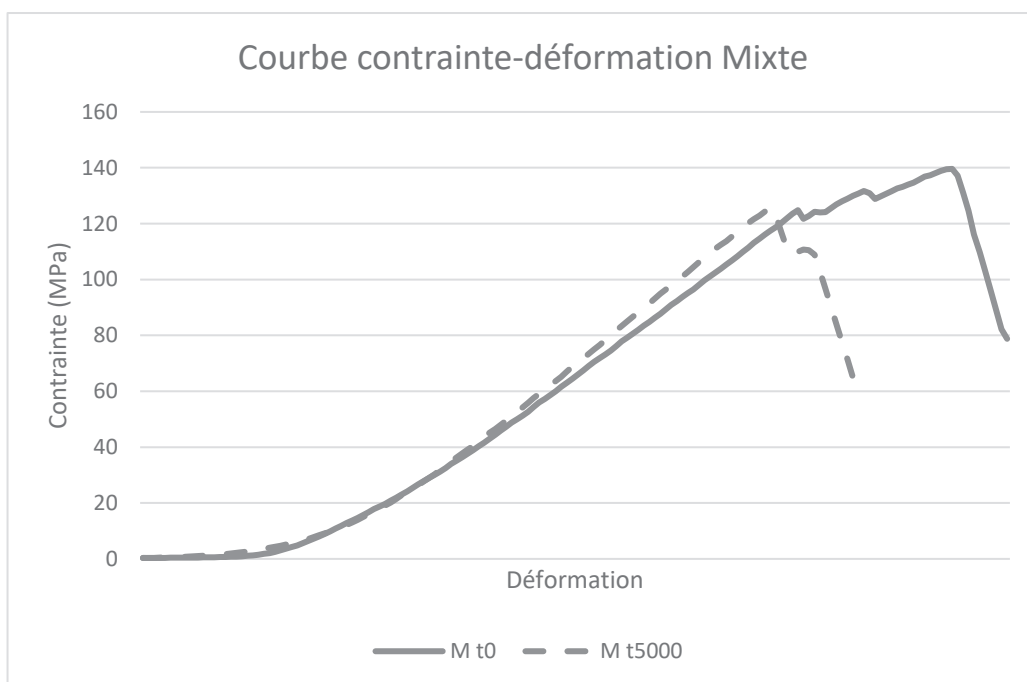
Graphique 6 : Exemple de courbes contrainte-déformation de Triage™ à t0 et t5000



Graphique 7 : Exemple de courbes contrainte-déformation de Equia Forte™ à t0 et t5000



Graphique 8 : Exemple de courbes contrainte-déformation de Ionostar Plus™ à t0 et t5000



Graphique 9 : Exemple de courbes contrainte-déformation du groupe Mixte à t0 et t5000

3.2.2. Analyse statistique

3.2.2.1. Comparaison entre t0 et t5000

- Triage™ (T₀ / T₅₀₀₀)

Les résultats des essais de compression pour Triage™ sont de (95,5 ± 4,9) MPa pour la catégorie t0 et (105,9 ± 15,8) MPa pour la catégorie t5000.

Les résultats montrent globalement de meilleures résistances à la compression pour les échantillons ayant subits un vieillissement, mais l'analyse statistique ne montre **pas de différence statistiquement significative** entre ces 2 catégories (p = 0,106).

H₀ acceptée → pas de différence significative

$$T_0 = T_{5000}$$

- Equia Forte™ HT (EF₀ / EF₅₀₀₀)

Pour le CVI-HV Equia Forte™, les résultats de la résistance à la compression sont de (164,2 ± 27,7) MPa sans vieillissement artificiel et de (148,1 ± 19,7) MPa après 5000 cycles thermiques.

Les résistances à la compression semblent supérieures pour la catégorie t0, mais l'analyse statistique ne montre **pas de différence statistiquement significative** (p = 0,201).

H₀ acceptée → pas de différence significative

$$EF_0 = EF_{5000}$$

- IonoStar Plus™ (IS₀ / IS₅₀₀₀)

Les résistances à la compression pour IonoStar Plus™ sont de (115,9 ± 18,7) MPa à t0 et (134,8 ± 23,1) MPa à t5000.

Malgré des résultats semblant supérieurs pour la catégorie t5000, l'analyse statistique ne montre **pas de différence statistiquement significative** entre t0 et t5000 (p = 0,226).

H₀ acceptée → pas de différence significative

$$IS_0 = IS_{5000}$$

- Mixte (M_0 / M_{5000})

Pour les cylindres Mixtes (CVI fluide Triage™ + CVI-HV Equia Forte™), les résultats des résistances à la compression sont de $(136,3 \pm 13,7)$ MPa sans vieillissement et $(122,2 \pm 14,2)$ MPa avec vieillissement.

Les résistances à la compression semblent plus faibles pour les cylindres ayant subits 5000 cycles thermiques, mais l'analyse statistique ne montre **pas de différence statistiquement significative** entre t0 et t5000 ($p = 0,149$).

H₀ acceptée → pas de différence significative
 $M_0 = M_{5000}$

En résumé :

| T | | EF | | IS | | M | |
|-----------|-------|-----------|-------|-----------|-------|-----------|-------|
| t0 | t5000 | t0 | t5000 | t0 | t5000 | t0 | t5000 |
| H0 | | H0 | | H0 | | H0 | |
| = | | = | | = | | = | |

3.2.2.2. Comparaisons entre le CVI fluide et les CVI-HV

- **0 cycle**

- Triage™ et Equia Forte™ HT (T_0 / EF_0)

Les résistances à la compression à t0 sont de $(95,5 \pm 4,9)$ MPa pour Triage™ et $(164,2 \pm 27,7)$ MPa pour le CVI-HV Equia Forte™. L'analyse statistique montre **une différence significative** ($p = 0,00604$) avec des valeurs supérieures pour Equia Forte™ HT.

H₁ acceptée → différence significative
 $T_0 < EF_0$

- Triage™ et IonoStar Plus™ (T_0 / IS_0)

Les résistances à la compression moyennes à t0 sont de $(95,5 \pm 4,9)$ MPa pour le CVI fluide Triage™ et $(115,9 \pm 18,7)$ MPa pour le CVI-HV IonoStar Plus™.

Le Graphique 3 semble présenter de meilleurs résultats pour IonoStar Plus™, mais l'analyse statistique ne montre **pas de différence statistiquement significative** ($p = 0,0721$).

H₀ acceptée → pas de différence significative
 $T_0 = IS_0$

- **5000 cycles**
 - Triage™ et Equia Forte™ HT (T₅₀₀₀ / EF₅₀₀₀)

A t5000, les résultats sont de (105,9 ± 15,8) MPa pour Triage™ et (148,1 ± 19,7) MPa pour Equia Forte™.

L'analyse statistique montre **une différence statistiquement significative** ($p = 0,03$) avec des valeurs supérieures pour Equia Forte™.

H₁ acceptée → différence significative
 $T_{5000} < EF_{5000}$

- Triage™ et IonoStar Plus™ (T₅₀₀₀ / IS₅₀₀₀)

Les résultats à t5000 sont de (105,9 ± 15,8) MPa pour Triage™ et (134,8 ± 23,1) MPa pour IonoStar Plus™.

L'analyse statistique montre **une différence statistiquement significative** ($p = 0,03$) avec des valeurs supérieures pour IonoStar Plus™.

H₁ acceptée → différence significative
 $T_{5000} < IS_{5000}$

En résumé :

| t0 | | | | t5000 | | | |
|-----------|----|-----------|----|-----------|----|-----------|----|
| T | EF | T | IS | T | EF | T | IS |
| H1 | | H0 | | H1 | | H1 | |
| < | | = | | < | | < | |

3.2.2.3. Comparaisons des CVI-HV entre eux

○ 0 cycle

- Equia Forte™ HT et IonoStar Plus™ (EF₀ / IS₀)

Les résistances à la compression obtenues à t₀ pour les CVI-HV sont de (164,2 ± 27,7) MPa pour Equia Forte™ et de (115,9 ± 18,7) MPa pour IonoStar Plus™.

L'analyse statistique montre **une différence statistiquement significative** (p = 0,03) en faveur de Equia Forte™.

H₁ acceptée → différence significative
EF₀ > IS₀

○ 5000 cycles

- Equia Forte™ HT et IonoStar Plus™ (EF₅₀₀₀ / IS₅₀₀₀)

Les résistances à la compression obtenues à t₅₀₀₀ sont de (148,1 ± 19,7) MPa pour Equia Forte™ et de (134,8 ± 23,1) MPa pour IonoStar Plus™.

L'analyse statistique ne montre **pas de différence statistiquement significative** (p = 0,106) entre ces deux CVI-HV.

H₀ acceptée → pas de différence significative
EF₅₀₀₀ = IS₅₀₀₀

En résumé :

| t ₀ | | t ₅₀₀₀ | |
|---------------------------|----|---------------------------|----|
| EF | IS | EF | IS |
| H₁ > | | H₀ = | |

3.2.2.4. Comparaison entre le système monocouche (T ou EF) et bicouche (M)

○ 0 cycle

- Monocouche fluide (T0 / M0)

Sans vieillissement, les résultats de résistances à la compression sont $(95,5 \pm 4,9)$ MPa pour le CVI fluide Triage™ et $(136,3 \pm 13,7)$ MPa pour le système bicouche Mixte.

L'analyse statistique présente une **différence statistiquement significative** ($p = 0,006$) en faveur du système bicouche.

H₁ acceptée → différence significative totale

$$T_0 < M_0$$

- Monocouche haute-viscosité (EF0 / M0)

Sans vieillissement, les résistances à la compression sont $(164,2 \pm 27,7)$ MPa pour Equia Forte™ et $(136,3 \pm 13,7)$ MPa pour le Mixte.

L'analyse statistique montre une **différence statistiquement significative** ($p = 0,0475$) en faveur de Equia Forte™.

H₁ acceptée → forte différence significative

$$EF_0 > M_0$$

- 5000 cycles

- Monocouche fluide (T₅₀₀₀ / M₅₀₀₀)

Avec vieillissement, les résultats de résistances à la compression sont $(105,9 \pm 15,8)$ MPa pour le CVI fluide Triage et $(122,2 \pm 14,2)$ MPa pour le système bicouche Mixte.

L'analyse statistique présente une **différence statistiquement significative** ($p = 0,0475$) en faveur du système bicouche mixte.

H₁ acceptée → forte différence significative

$$T_{5000} < M_{5000}$$

- Monocouche haute-viscosité (EF₅₀₀₀ / M₅₀₀₀)

Avec vieillissement, les résistances à la compression sont (148,1 ± 19,7) MPa pour Equia Forte™ et (122,2 ± 14,2) MPa pour le Mixte.

L'analyse statistique montre une **différence statistiquement significative** (p = 0,03) en faveur du CVI-HV seul.

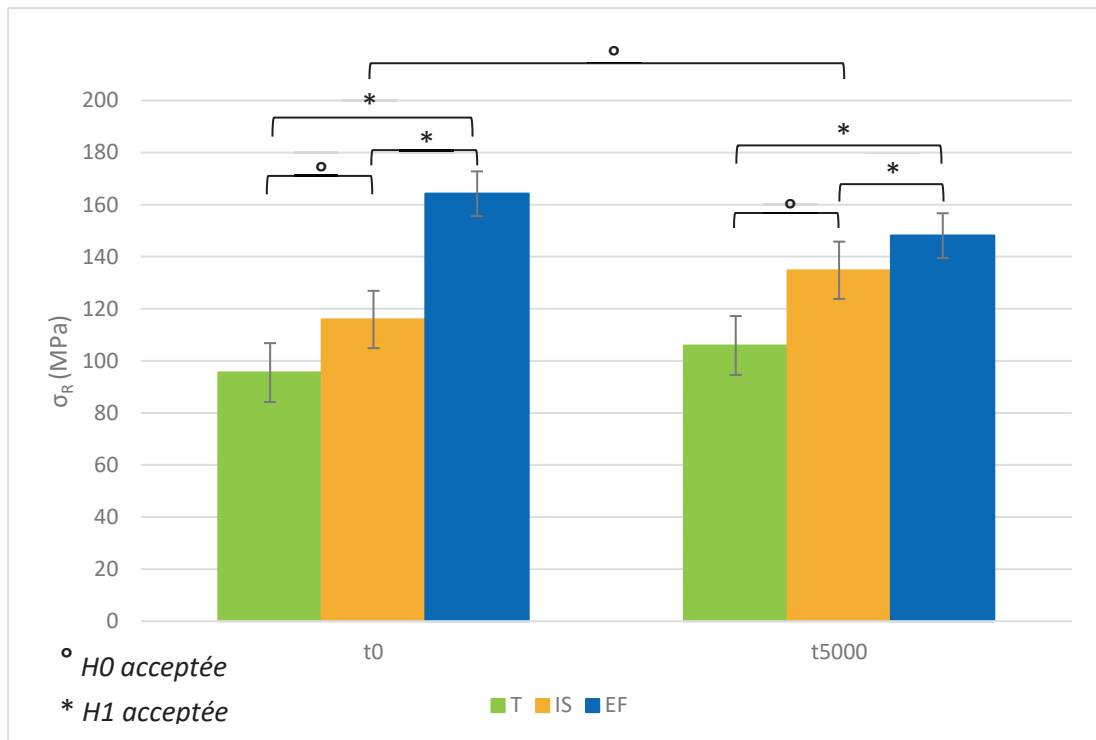
H₁ acceptée → forte différence significative
EF₀ > M₀

En résumé :

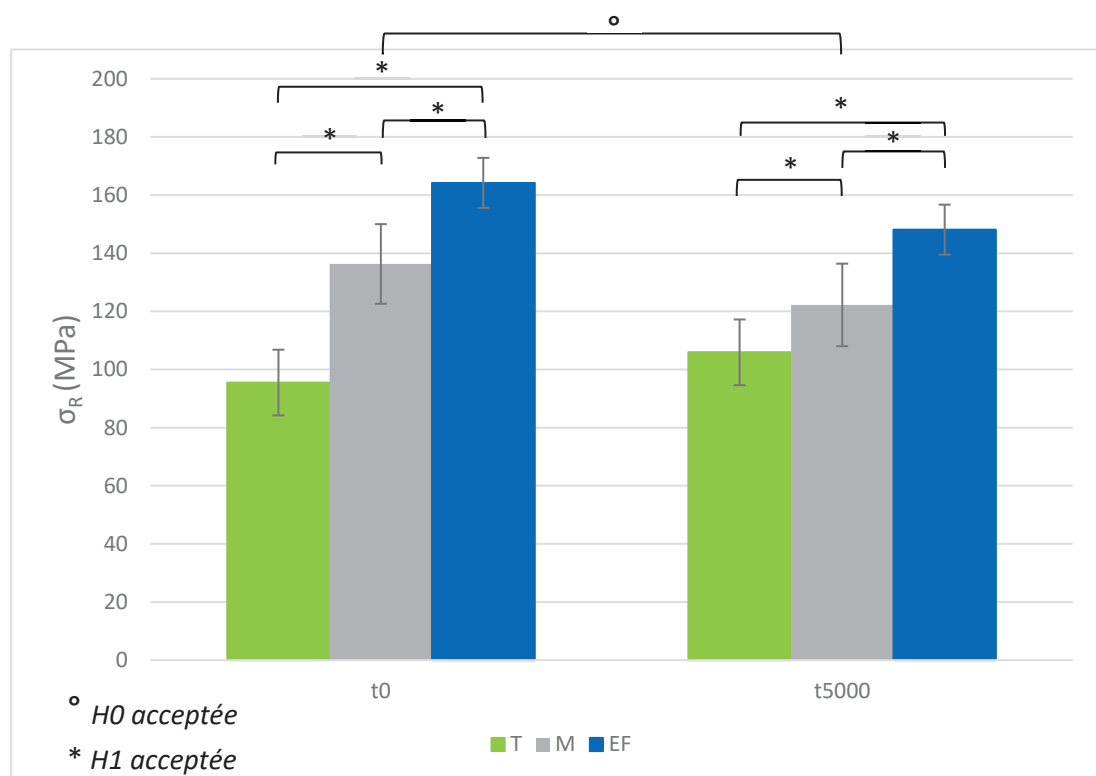
| t0 | | | | t5000 | | | |
|-----------|---|-----------------|---|-----------|---|-----------------|---|
| Fluide | | Haute viscosité | | Fluide | | Haute-viscosité | |
| T | M | EF | M | T | M | EF | M |
| H1 | | H1 | | H1 | | H1 | |
| < | | > | | < | | > | |

L'ensemble des résultats montres que :

- *Le vieillissement thermique n'a pas d'effet statistiquement significatif sur la résistance à la compression pour tous les matériaux.*
- *Sans vieillissement, Equia Forte™ a de meilleures valeurs de compression que Triage™ et IonoStar Plus™, qui sont équivalents.*
- *Après vieillissement, Equia Forte™ et IonoStar Plus™ sont statistiquement équivalents et supérieurs à Triage™.*
- *Le système bicouche (EF + T) est supérieur à Triage™ et inférieur à Equia Forte™, que ce soit sans ou avec vieillissement thermique.*



Graphique 10 : Comparaison des résistances en compression moyennes des matériaux avec les récapitulatifs des hypothèses retenues (H_0 et H_1)



Graphique 11 : Comparaison des résistances en compression moyennes entre mono et bi-couche avec les récapitulatifs des hypothèses retenues (H_0 et H_1)

4. DISCUSSION

4.1. Protocole

4.1.1. Thermocyclage - Vieillissement thermique

La norme ISO 11405 [51] recommande des températures d'immersion de 5 et 55°C pour le protocole de thermocyclage, en suggérant qu'elles correspondent aux températures extrêmes de notre alimentation quotidienne. Ces températures proposées par la norme ISO sont comprises dans les intervalles décrits dans les travaux de Gale et Morresi et semblent représentatives des valeurs rencontrées *in vivo*. En effet, les revues de la littérature Gale et al. (avant 1998) et Morresi et al. (de 1998 à 2013) montrent que les températures maximales et minimales à la surface des restaurations ou des dents sont difficilement appréciables dû à la grande variabilité des données enregistrées. En fonction des études et de la localisation, la température minimale d'un aliment ingéré (0°C), peut faire varier la température d'une surface dentaire de 1 à 15 °C. Ceci est dû au fait que la température du liquide augmente pendant qu'il est mis en bouche (référence sublinguale de 37°C) [39][40]. La température maximale supportable, toujours d'après les travaux de Gale et Morresi, se situe entre 50 et 70°C, ce qui correspond à 45 à 65 °C à la surface de la dent [39][40]. En plus d'être incluses dans les intervalles proposés par l'ISO, ces températures d'immersion de 5 et 55°C sont celles les plus largement utilisées comme le montre les revues de littérature pour la méthode de vieillissement [39][40], c'est pourquoi nous avons choisi d'utiliser ces deux températures dans notre étude.

A propos du temps d'immersion, il est très variable pouvant aller de 4 secondes à 20 minutes selon les études, parfois arbitraire ou voir même ne pas être mentionné. Ce paramètre ne semble pas avoir d'effets clairement établis sur les résultats [40]. On peut considérer qu'une température extrême n'est pas conservée pendant plusieurs minutes à la surface d'une dent lors de l'alimentation ou l'hydratation, mais plutôt quelques secondes. La proposition par l'ISO de 20 secondes fût retenue car elle semble raisonnable et assez peu déterminante.

Concernant le nombre de cycles, qui correspond au nombre de cycles thermiques *in vivo* par jours, il n'existe pas de consensus et beaucoup de désaccord persistes. Dans la littérature, le nombre de cycles utilisé lors du vieillissement thermique varie de 100 à 100 000 cycles, avec peu d'explications sur les choix et la corrélation avec une situation réelle en bouche. En effet, Stewardson et al. suggèrent par exemple que 500 cycles correspondent à moins de 2 mois dans la cavité buccale [52]. D'autres auteurs comme Gale et al. font le postulat qu'un jour représente entre 20 et 50 cycles thermiques (≈ 6 à 16 par repas) et que 10 000 cycles correspondraient à une année

de stress thermique [39]. D'autres auteurs comme Bayne et al. ou Ehrenberg et al. avancent un chiffre de 50 000 cycles par an, bien au-dessus de la proposition de Gale.

Le nombre de 500 cycles thermiques est le seul paramètre proposé par la norme ISO qui ne fût pas respecté dans cette étude, car il semblait limité. En conclusion, force est de constater qu'il existe une grande divergence d'opinions sur la question dans la littérature [40]. Cinq mille cycles thermiques ont été choisis pour cette étude afin d'obtenir, selon la proposition de Gale et al, un vieillissement thermique de 6 mois.

4.2. Résultats

4.2.1. Microdureté

Concernant nos résultats, nous montrons que ce vieillissement thermique de 5000 cycles nous permet d'améliorer la microdureté de façon significative pour les trois matériaux Triage™, Equia Forte™ et IonoStar Plus™.

Dans son étude, Zoergiebel et al. (2013) testent l'effet du stockage prolongé sur la microdureté Vickers de quatre CVI-HV dont Equia™ (version antérieure à Equia Forte™) [53]. Les résultats de cette étude au bout d'une semaine de stockage pour Equia™ ($85,1 \pm 18,2$ VHN) sont comparables à ce que nous avons obtenu après 5 jours d'étuve ($80,7 \pm 8,6$ VHN). Il est intéressant de voir qu'après 6 mois de stockage, les résultats de leur étude montrent une nette amélioration de la microdureté ($104,2 \pm 18,9$ VHN), comparable à nos résultats obtenus après 5000 cycles de thermocyclage ($102,8 \pm 11,6$ VHN). Cette amélioration est vraie pour tous les CVI de leur étude [53].

Une autre étude de 2011 compare la microdureté Knoop d'échantillons réalisés *in vitro* d'un CVI-HV (Fuji IX™) à différents temps de stockage (7, 30, 60, 120, 180, 360 jours) à celle de restaurations cliniques vieilles de 10 ans [54]. Il y est démontré que la microdureté des spécimens *in vitro* augmente avec le temps de stockage jusqu'à l'obtention d'un plateau à 6 mois, statistiquement équivalente à celle des restaurations *in vivo* âgées de 10 ans. Cette étude conclue que la maturation de ces CVI dure environ 6 mois avant d'atteindre sa dureté maximale, qui restera constante ensuite.

Enfin, une autre étude de Moberg et al. montre une très forte augmentation de la dureté Knoop des CVI Equia Forte™ et Triage™ entre 1h et 24h, puis un ralentissement jusqu'à atteindre un maximum à 3 mois, puis un plateau jusqu'à un an de stockage [55].

Ces études nous montrent que la maturation des CVI fluides et HV peut prendre plusieurs mois [53][54][55]. Il faut entre 3 et 6 mois en fonction des études pour qu'ils atteignent leur microdureté maximale et se stabilisent. Concernant notre étude, nous ne pouvons pas dire si les valeurs maximales sont obtenues au bout de 5000 cycles, car des tests supplémentaires seraient nécessaires avec différents temps de vieillissement. En revanche, si l'on compare aux résultats de Zoergiebel, les valeurs maximales semblent se rapprocher de ce que nous obtenons après 5000 cycles thermiques [53].

Zainuddin et al. ont expliqué ce phénomène de réaction prolongée des CVI par spectroscopie MAS-NMR (*Magic Angle Spinning-Nuclear Magnetic Resonance*) sur une période d'un an. Une explication serait que la réaction acido-basique de formation du CVI se passe en deux temps. D'abord, les ions Ca^{2+} se lient par cross-links aux groupements carboxyles des acides polyacryliques. Puis, les ions Al^{3+} moins mobiles et moins disponibles suivent le même processus mais avec un temps plus long. Ces cross-links sont plus forts que ceux des ions calcium, ce qui expliquerait la maturation lente des CVI utilisés. En plus de cette réaction en deux temps, il existe différents types d'ions aluminium : l'aluminium octaédrique se liant à 6 atomes (Al VI), obtenu par la conversion d'aluminium tétraédrique se liant à 4 atomes (Al IV). Ce sont les atomes Al VI qui se lient aux groupements carboxyles des acides polyacryliques par cross-links. Avec le temps, la proportion de Al VI augmente par rapport à celle des atomes AL IV dû à la conversion. C'est donc une des raisons qui pourrait expliquer la lente maturation des CVI fluoro-alumino-silicates [56].

Si le vieillissement thermique améliore la microdureté des 3 CVI de notre étude, on remarque qu'il a un effet plus important sur IonoStar PlusTM. En effet, sans vieillissement, la microdureté de IonoStar PlusTM se rapproche des résultats du CVI fluide TriageTM. Puis, après le vieillissement, la microdureté moyenne de IonoStar PlusTM augmente fortement pour tendre vers celle de Equia ForteTM (*Graphique 10*). Ce comportement de maturation de IonoStar PlusTM est probablement lié à la composition du CVI, n'étant pas fournie par le fabricant qui reste vague sur les proportions des composants à cause du secret industriel (Voir partie **1. Matériels**). Aucune étude n'existe sur les propriétés de ce matériau et son vieillissement.

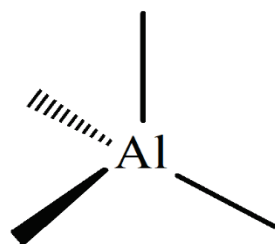


Figure 40 : Ions Al^{3+} tétraédrique (Al IV)

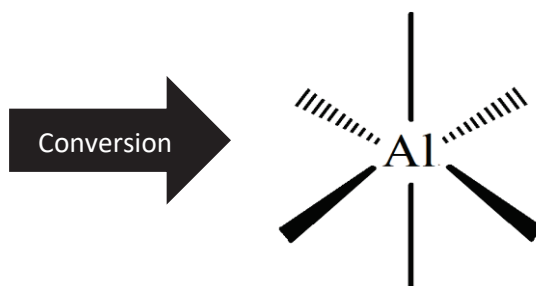


Figure 41 : Ions Al^{3+} octaédrique (Al VI)

4.2.2. Compression

A propos de la résistance à la compression, la norme ISO 9917-7 exige un minimum de 100 MPa pour un CVI de restauration [6]. Dans notre étude les valeurs moyennes de résistances à la compression obtenues pour IonoStar PlusTM et Equia ForteTM dépassent cette exigence ne les contre-indiquant pas pour les restaurations. En revanche, le CVI TriageTM à t0 ne respecte pas cette exigence le contre-indiquant pour les restaurations supportant des forces occlusales, ce qui est en accord avec les indications du fabricant de scellement des puis et fissures, des Classes V et de restaurations coronaires provisoires.

Dans notre étude, le vieillissement thermique ne montre pas d'effet significatif sur la résistance à la compression de Equia ForteTM, mais une légère tendance à la baisse. Ilie et al. ont étudié l'effet de la maturation sur les propriétés de 4 CVI-HV sur une période d'un an. Pour Equia ForteTM, il n'y a pas de différence significative en fonction du temps de stockage mais une légère tendance à la baisse au bout d'un an [57], en accord avec nos résultats. Dans notre étude, l'effet du vieillissement thermique sur IonoStar PlusTM est lui aussi non significatif, mais montre une tendance à la hausse. Dans son étude, Ilie a testé le CVI-HV IonoStar MolarTM, une version antérieure de IonoStar PlusTM, ce qui est intéressant en l'absence d'études sur IonoStar PlusTM [57]. Les résultats de IonoStar MolarTM montrent une hausse significative de la résistance à la compression à 3 mois, contrairement à nos résultats.

On conclut que le vieillissement thermique a donc un effet « matériaux-dépendant » sur la résistance à la compression, mais qui reste non significatif au bout de 5000 cycles.

Nous savons qu'une façon d'augmenter la viscosité pour obtenir des CVI-HV est entre autres d'augmenter le ratio poudre/liquide. Crisp a montré dans les années 70 que l'augmentation du ratio poudre/liquide des premières formes de CVI influençait les propriétés de ces matériaux comme la réduction du temps de prise, l'augmentation de la viscosité, de la résistance en compression et de la dureté de surface [58]. C'est ce qu'on peut observer entre TriageTM et Equia ForteTM pour qui un ratio P/L supérieur est corrélé à de meilleures propriétés mécaniques.

Ratios P/L (données fabricant) :

- TriageTM : $300 \text{ mg} / 150 \text{ mg} = 2$
- Equia ForteTM : $400 \text{ mg} / 130 \text{ mg} = 3,077$

Panpisut et al. ont fait une étude récente (2020) sur l'effet du ratio P/L sur la résistance à la compression d'un CVI-HV (Fuji IX). Il en ressort qu'en augmentant progressivement ce ratio de 1:1 à 2,5:1, ils observent une augmentation progressive de la résistance à la compression [59]. Lorsque ce ratio dépasse 2,5:1, l'inverse se produit et une légère décroissance de la résistance en compression est observée [59]. Ceci peut être dû à une mauvaise répartition du liquide autour des particules de FAS lors du mélange à cause d'un ratio P/L trop grand [3]. C'est une des raisons qui expliquerait un ratio P/L supérieur pour IonoStar Plus™ mais des propriétés mécaniques inférieures ou équivalentes.

Ratios P/L (données fabricants):

- Equia Forte™ : $400 \text{ mg} / 130 \text{ mg} = 3,077$
- IonoStar Plus™ : $445 \text{ mg} / 118 \text{ mg} = 3,77$

En revanche, le ratio P/L n'est pas le seul paramètre de la composition jouant sur les propriétés. En effet la taille et la répartition des charges, la concentration et le poids moléculaire de l'acide polyacrylique de ces matériaux doivent aussi être étudiés.

Le dernier objectif de ce travail est d'évaluer et de comparer la résistance à la compression d'un système bicouche, c'est-à-dire une combinaison d'un CVI fluide avec un CVI-HV, à ce CVI fluide seul ou ce CVI-HV seul. Le but de cette association est d'imiter un fond de cavité en CVI fluide recouvert d'une restauration occlusale en CVI-HV. Au niveau de l'adaptation marginale, Bonifácio a montré qu'une restauration au CVI de type « bicouche » avait de meilleurs résultats d'étanchéité qu'un CVI visqueux seul [60]. Nos résultats montrent qu'en compression le système bicouche est significativement supérieur au CVI fluide Triage™ seul et inférieur au CVI-HV Equia Forte™ seul. Il possède donc des propriétés de compression intermédiaires entre les deux matériaux qui le composent, que ce soit avec ou sans vieillissement thermique.

Ici, la proportion de chaque matériau du système bicouche mixte est de 50/50. Il est raisonnable de penser que l'augmentation de ce rapport en faveur du CVI-HV augmenterait de façon linéaire la résistance en compression. Une couche de CVI fluide de faible épaisseur avec une restauration au CVI-HV devrait être un bon compromis entre une étanchéité améliorée et de meilleures propriétés en compression. Des investigations supplémentaires sur l'étanchéité d'une restauration bicouche sont nécessaires afin de confirmer ou infirmer cette hypothèse. L'autre avantage est qu'il n'existe

pas d'interface entre ces deux matériaux du fait que ceux-ci sont de même nature. En effet, les deux types de CVI étant injectés avant leur gélification, leur prise est simultanée et associée permettant de ne pas avoir d'interface mais plutôt une fusion des matériaux. Comme le montre cette photographie d'un échantillon, la liaison entre les matériaux de différentes viscosités est un fondu progressif.

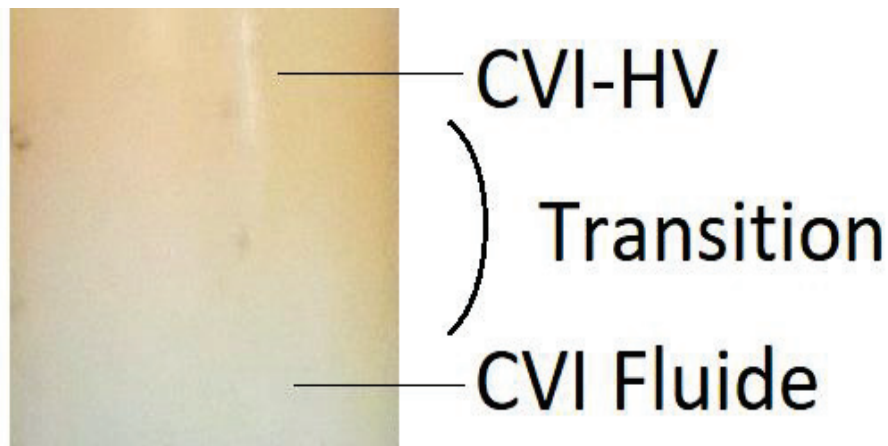


Figure 42 : Photographie de près d'un échantillon du groupe Mixte (Auteur 2020)

Une dernière notion intéressante est le module d'élasticité d'Young. Il décrit le comportement de déformation lié à la contrainte durant la phase élastique de compression. Voici les modules d'Young obtenues lors des essais (en MPa) :

| | | Modules d'Young (MPa) | | |
|-------|------------|-----------------------|-------|---------|
| | | T | EF | IS |
| t0 | Moyenne | 5279 | 7873 | 4629 |
| | Ecart-type | ± 224 | ± 772 | ± 596,6 |
| t5000 | Moyenne | 6372 | 7686 | 5181 |
| | Ecart-type | ± 449 | ± 606 | ± 1029 |

Tableau 5 : Modules d'Young obtenues dans l'étude

Le module d'Young de nos CVI est nettement inférieur à celui de la dentine qui est de 18 500 MPa [61], ce qui signifie que la dentine est moins élastique que les CVI. Autrement dit, pour une même contrainte, nos CVI subissent une déformation plus importante que la dentine qui les soutient.

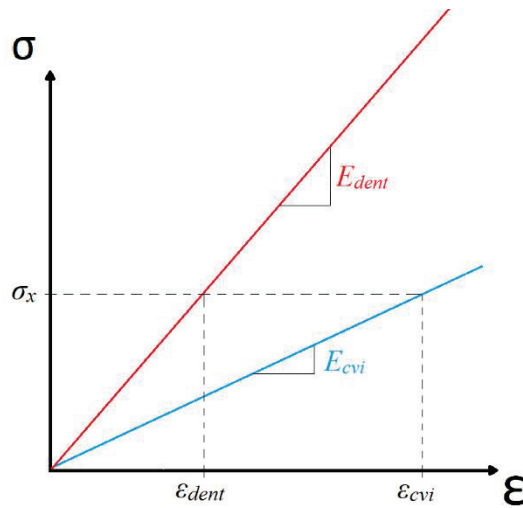


Figure 43 : Comparaison approximative des modules d'Young de la dentine et de nos CVI (Auteur 2020)

Ce graphique contrainte-déformation schématise une comparaison de la dentine et d'un CVI en phase élastique. Si l'on considère que le module d'Young de la dentine (E_{dent}) est supérieur à celui du CVI en question (E_{cvi}) avec un facteur de 3 ($E_{dent} \approx 3E_{cvi}$), pour une contrainte donnée (σ_x) la déformation du CVI sera donc 3 fois plus importante que celle de la dentine. Cela nous montre que le support est assuré par la dentine autour de la restauration et que celle-ci ne pourra pas être volumineuse au risque de trop fragiliser la dent.

Un matériau avec un faible module d'Young a pour intérêt de suivre les contraintes et déformations dentaire [62], contrairement à un matériau avec un module d'Young élevé comme l'amalgame (73 000 MPa selon une étude de 1993 [63]) avec un risque important de fracturer la dent.

CONCLUSION

Notre étude a permis de montrer que les propriétés de microdureté et de résistance à la compression des CVI-HV sont matériau-dépendantes, avec de meilleurs résultats pour Equia Forte™ HT par rapport au IonoStar Plus™. La microdureté de surface des CVI fluides et à haute viscosité est améliorée par le vieillissement artificiel, alors que la résistance à la compression n'est pas significativement affectée. Nous avons de plus noté que ce vieillissement par thermocyclage avait un effet plus important pour le CVI-HV IonoStar Plus™, qui avait des propriétés proches d'un CVI fluide au début pour se rapprocher ensuite des propriétés de Equia Forte™ HT et que des études plus poussées sur la composition de ce matériau devaient être faites. Enfin, un système bicouche avec l'association d'un CVI conventionnel fluide et d'un CVI-HV ont des propriétés en compression qui seront à l'intermédiaire des CVI qui le composent. Utiliser un CVI fluide en *liner* associé à un CVI-HV pourrait être un compromis intéressant entre une résistance à la compression et une microdureté optimisées ainsi qu'une meilleure étanchéité.

Dans ce contexte d'élimination graduelle de l'amalgame dentaire de notre arsenal thérapeutique, les CVI-HV sont une alternative intéressante dans les cas où les résines composites ne peuvent être utilisées. Ils offrent des avantages notables comme la capacité de se lier chimiquement aux tissus dentaires sans utiliser un agent de collage, la possibilité de les mettre en place en un seul incrément, des propriétés biologiques intéressantes et des propriétés mécaniques améliorées par rapport au CVI conventionnels fluides. De plus, ce sont des matériaux en constante évolution et dont les propriétés sont en général améliorées à chaque nouvelle génération. Il faut tout de même garder à l'esprit que, malgré les propriétés améliorées, ces matériaux sont encore trop peu résistants pour des restaurations directes volumineuses définitives. Ils peuvent être utilisés pour des restaurations de Classe I ou de petites classes II en pédodontie, soins spécifiques ou en gérodontologie.

En effet, de part une mise en œuvre plus simple que les restaurations en résine composite, ces matériaux de restauration sont plus particulièrement utilisés chez les patients âgés qui peuvent présenter des forces masticatoires plus faibles et un contrôle de l'hygiène de leur cavité buccale plus difficile.

Ce travail est la première partie d'un projet d'évaluation globale des matériaux utilisés. Les objectifs des travaux futurs seront de connaître et comparer l'étanchéité des CVI que nous avons utilisés, évaluer l'effet du vieillissement thermique sur cette propriété, ainsi que déterminer l'effet d'un vernis protecteur sur les propriétés mécaniques, afin d'avoir une vision d'ensemble sur ces matériaux prometteurs.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] MACKEY TK, CONTRERAS JT, LIANG BA. The Minamata Convention on Mercury : Attempting to address the global controversy of dental amalgam use and mercury waste disposal. *Science of the Total Environment*. 2014 ; 472:125–129.
- [2] ATTAL J. Les ciments verre ionomères (CVI). Société Francophone de Biomatériaux Dentaires. Université Médicale Virtuelle Francophone. 2009-2010.
- [3] DURSUN E. Les Ciments Verres Ionomères à Haute Viscosité. Partie 1 : Présentation, composition et propriétés. *Biomatériaux cliniques*. Vol1. N°1. 2016 ; P 26-33.
- [4] FRENCKEN JE, VAN'T HOF MA, VAN AMERONGEN WE, HOLMGREN CJ. Effectiveness of single-surface ART restorations in the permanent dentition : a meta-analysis, *J.Dent. Res*. 2004 ; 83(2):120–123.
- [5] MICKENAUTSCH S. High-viscosity glass-ionomer cements for direct posterior tooth restorations in permanent teeth: the evidence in brief, *J. Dent*. 2016 ; 55:121–123.
- [6] ISO. Art dentaire : Ciments à base d'eau – Partie 1 : Ciments acido-basiques liquides/en poudre. ISO 9917-1 : 2003, révisée ISO 9917-1 : 2007.
- [7] RIZZANTE FAP, CUNALI RS, BOMBONATTI JFS, CORRER GM, GONZAGA CC, FURUSE AY. Indications and restorative techniques for glass ionomer cement. *RSBO*. 2015 Jan-Mar ; 12(1):79-87.
- [8] BAIG M, FLEMING G. Conventional glass ionomer materials : A review of the developments in glass powder, polyacid liquid and the strategies of reinforcement. *J of Dent* 43. 2015 ; 897-912.
- [9] WILSON AD. Developments in glass-ionomer cements. *Int J Prosthodont*. 1989 Sep-Oct ; 2(5):438-46
- [10] WILSON AD. The Glass-Ionomer Cement : A new Translucent Dental Filling Material. *J of Applied Chemistry and Biotechnology*. 1971 ; 21(11):313-313.

- [11] BLIQUE M. Restaurations partielles directes : les ciments verre ionomère. *Réalités Cliniques*. 2013 ; 24(4):279-89.
- [12] DE GEE AJ, VAN DUIDEN RN, WERNER A, DADIDSON CL. Early and Long-term wear of conventional and resin-modified glass ionomers. *J Dent Res*. 1996 Aug ; 75(8):1613-9.
- [13] BONIFÀCIO CC, WERNER A, KLEVERLAAN CJ. Coting glass-ionomer cements with a nanofilled resin. *Acta Odontol Scand*. 2012 Dec ; 70(6):471-7.
- [14] LOHBAUER U, KRÄMER N, SIEDSCHLAG G, SCHUBERT EW, LAUERER B, MÜLLER FA, et al. Strength and wear resistance of a dental glass-ionomer cement with a novel nanofilled resin coating. *Am J Dent*. 2011 Apr ; 24(2):124-8
- [15] WILSON AD, MCLEAN JW. Glass ionomer cement. Chicago : Quintessence Publishing, 1988 ; 21-42.
- [16] LIN A, MCINTYRE NS, DAVIDSON RD. Studies on the adhesion of glass ionomer cements to dentin. *J Dent Res*. 1992 Nov ; 71(11):18 :36-41.
- [17] NGO H, MOUNT GJ, PETERS MC. A study of glass-ionomer cement and its interface with enamel and dentin using a low-temperature,high-resolution scanning electron microscopic technique. *Quintessence Int*. 1997 Jan ; 28(1):63-9.
- [18] BEECH DR. A spectroscopic study of the interaction between human tooth enamel and polyacrylique (polycarboxylate) cement. *Arch Oral Biol*. 1972 May ; 907-11.
- [19] COLON P, BOLLA M, LEFORESTIER E. Cahier des charges des matériaux de restauration utilisés en technique directs. Société Francophone de Biomatériaux Dentaires. 2009-2010. Université Médicale Virtuelle Francophone.
- [20] SIDERIDOU ID, ACHILIAS DS. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005 Jul ; 74(1):617-26.

- [21] VAN LANDUYT KL, NAWROT T, GEEBELEN B. et al. How much do resin-based dental materials release ? A meta-analytical approach. *Dent Mater.* 2011 Aug ; 27(8):723-47.
- [22] NICHOLSON JW, CZARNECKA B. The biocompatibility of resin-modified glass-ionomer cements for dentistry. *Dental materials* 24, no 12. 2008 : 1702-8.
- [23] FORSTEN L. Fluoride release and uptake by glass-ionomers and related materials and its clinical effect. *Biomaterials.* 1998 Mar ; 19(6):503-8.
- [24] NASSAR H, A PLATT J. Effect of brushing with two different abrasives on fluoride release by high-viscosity glass ionomer cement. *J Oral Sci.* 2015 ; 57(4):379-84.
- [25] HOLMGREN CJ, ROUX D, DOMEJEAN S. Minimal intervention dentistry: part 5. Atraumatic restorative treatment (ART)—a minimal intervention and minimally invasive approach for the management of dental caries. *Br Dent J.* 2013 Jan ; 214(1):11-8.
- [26] LAZARIDOU D, BELLI R, KRÄMER N. et al. Dental materials for primary dentition : are they suitable for occlusal restorations ? A two-body wear study. *Eur Arch Paediatr Dent.* 2015 Apr ; 16(2):165-72.
- [27] GUGGENBERGER R, MAY R, STEFAN KP. New trends in glass-ionomer chemistry. *Biomaterials.* 1998 Mar ; 19(6):479-83.
- [28] XU X, BURGESS JO. Compressive strength, fluoride release and recharge of fluoride-releasing materials. *Biomaterials.* 2003 Jun ; 24(14):2451-61.
- [29] LOHBAUER U. Dental Glass Ionomer Cements as Permanent Filling Materials ? – Properties, Limitations and Future Trends. *Materials.* 2009 Dec 28 ; 3(1):76-96.
- [30] DIEM VT, TYAS MJ, NGO HC. et al. The effect of a nano-filled resin coating on the 3-year clinical performance of a conventional high-viscosity glass-ionomer cement. *Clin Oral Investig.* 2014 Apr ; 18(3):753-9.

[31] GC™. Mode d'emploi FUJI TRIAGE™ capsules. [en ligne]. 2018. Disponible sur : https://europe.gc.dental/sites/europe.gc.dental/files/products/downloads/fujitriage/ifu/IFU_Fuji_Triage_Capsules_W.pdf

[32] GC™. Fiche technique EQUIA FORTE™ HT. [en ligne]. 2019. Disponible sur : https://europe.gc.dental/sites/europe.gc.dental/files/products/downloads/equiaforteht/ifu/IFU_EQUIA_Forte_HT_W.pdf

[33] GC™. Fiche de données de sécurité EQUIA FORTE™ HT - liquide. [en ligne]. 2019. Disponible sur : https://europe.gc.dental/sites/europe.gc.dental/files/products/downloads/equiaforteht/sds/SDS_EQUIA_Forte_HT_Fil_liquid_BE-fr.pdf

[34] GC™. Fiche de données de sécurité EQUIA FORTE™ HT - poudre. [en ligne]. 2019. Disponible sur : https://europe.gc.dental/sites/europe.gc.dental/files/products/downloads/equiaforteht/sds/SDS_EQUIA_Forte_HT_Fil_powder_BE-fr.pdf

[35] VOCO™. Mode d'emploi IonoStar™ Plus. [en ligne]. Disponible sur : https://www.voco.dental/fr/portaldata/1/resources/products/instructions-for-use/e1/ionostar-plus_ifu_e1.pdf

[36] VOCO™. Fiche de données de sécurité IonoStar™ Plus. [en ligne]. Disponible sur : https://www.voco.dental/fr/portaldata/1/resources/products/safety-data-sheets/fr/ionostar-plus_sds_fr.pdf

[37] B.A. INTERNATIONAL™. Mode d'emploi BA OPTIMA U-MIX™. [en ligne]. Disponible sur : https://www.bainternational.com/pub/media/kuki/download/49/BASE800_Rev2018.pdf

[38] BOUSSÈS Y. Mechanical characterization of dental composites materials. Spécialité Doctorale Mécanique Numérique et Matériaux. Mémoire bibliographique. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. CEMEF. 2018. 22p.

[39] GALE M. DARVELL B. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. Journal of Dentistry. 1999. Vol 27. Issue 2. PP 89-99.

- [40] MORRESI A. et al. Thermal cycling for restorative materials : Does a standardized protocol exist in laboratory testing ? A literature review. Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2014. Vol 29. PP 295-308.
- [41] CARREIRA M. et al. Thermocycling effect on mechanical and tribological characterization of two indirect dental restorative materials. Journal of the brazilian society of mechanical sciences and engineering. 2017. Vol 39. Issue 1. PP 1-17.
- [42] NELSEN RJ, WOLCOTT RB, PAFFENBARGER GC. Fluid exchanges at the margins of dental restorations. J Amer Dent Assoc, 1952 ; 44:288–295.
- [43] TORSTENSON B, BRANNSTROM M. Contraction gap under composite resin restorations: effect of hygroscopic expansion and thermal stress. Oper Dent, 1988 ; 13:24–31.
- [44] BOUSSÈS Y. Essais mécaniques préliminaires sur des résines dentaires commerciales. Spécialité Doctorale Mécanique Numérique et Matériaux. Mémoire d’avancement. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris. CEMEF. 2018. 24p.
- [45] JACQUOT B. Propriétés mécaniques des Biomatériaux utilisés en Odontologie. Société Francophone de Biomateriaux Dentaires. 2009-2010. Université Médicale Virtuelle Francophone.
- [46] ISO. Matériaux métalliques – Essai de dureté Vickers – Partie 1 : Méthode d’essai. ISO 6507-1 : 2018.
- [47] BUEHLERTM. MicroMet 5100 SeriesTM – Microduromètres. [en ligne]. Disponible sur : <https://www.yumpu.com/fr/document/read/15733279/micromet-5100-serie-buehler>
- [48] INSTRONTM. 5960 Series Universal Testing Systems up to 50 kN (11,250 lbf) Force Capacity. [en ligne]. Disponible sur : <https://www.instron.us/en-us/products/testing-systems/universal-testing-systems/electromechanical/5900-series/5960-dual-column>
- [49] FAYCAL Z. Les Statistiques Inférentielles (test de Student), Cours (7) de statistiques à distance, ISSEP Ksar-Said, 2011-2012.

- [50] CARPENTIER FG. Le test de Wilcoxon Mann Whitney. Ecole Normale Supérieure (cours). 2015.
- [51] ISO. Médecine bucco-dentaire – Essais d’adhésion à la structure de la dent. ISO TS 11405. 2015.
- [52] STEWARDSON DA, SHORTALL AC, MARQUIS PM. The effect of clinically relevant thermocycling on the flexural properties of endodontic post materials. *J. Dent.* 2010 ; 38, 437–442.
- [53] ZOERGIEBEL J, ILIE N. An in vitro study on the maturation of conventional glass ionomer cements and their interface to dentin. *Acta Biomater.* 2013 ; 9(12):9529-37.
- [54] ZANATA RL, MAGALHAES AC, LAURIS JR, ATTA MT, WANG L, NAVARRO MF. Microhardness and chemical analysis of high-viscous glass-ionomer cement after 10 years of clinical service as ART restorations. *J Dent* 2011 ; 39:834–40.
- [55] MOBERG M, BREWSTER J, NICHOLSON J, ROBERTS H. Physical property investigation of contemporary glass ionomer and resin-modified glass ionomer restorative materials. *Clinical Oral Investigations* 2019 ; 23:1295–1308.
- [56] ZAINUDDIN N, KARPUKHINA N, HILL RG, LAWB RV. A long-term study on the setting reaction of glass ionomer cements by ²⁷Al MAS-NMR spectroscopy. *Dental Materials* 2009 ; 25:290–295.
- [57] ILIE N. Maturation of restorative glass ionomers with simplified application procedure. *J Dent* 2018 ; 79:46–52.
- [58] CRISP S, LEWIS BG, WILSON AD. Characterization of glassionomer cements. 1. Long term hardness and compressive strength. *J Dent* 1976 ; 4:162–166.
- [59] PANPISUT P, MONMATURAPOJ N, SRION A, ANGKANANUWAT C, KRANJANGTA N, PANTHUVANIT P. The effect of powder to liquid ratio on physical properties and fluoride release of glass ionomer cements containing pre-reacted spherical glass fillers. *Dent Mater J.* 2020.
- [60] BONIFÀCIO CC, AMERONGEN WE, MESCHINI TG, RAGGIO DP, BONECKER M. Flowable Glasslonomer Cement as a Liner: Improving Marginal Adaptation of Atraumatic Restorative Treatment Restorations. *Journal of Dentistry for Child.* 2010 ; 77-1.

[61] CRAIG RG. Restorative Dental Materials, ed 8. St Louis. Mosby. 1989 ; 65-112 ; 255-292.

[62] RASKIN A. Les résines composites. Société Francophone des Biomatériaux Dentaires. Université Médicale Virtuelle Francophone. 2009-2010.

[63] WILLEMS G, CELIS JP, LAMBRECHTS P, BRAEM M, VANHERLE G. Hardness and Young's modulus determined by nanoindentation technique of filler particles of dental restorative materials compared with human enamel. Journal of Biomedical Materials Research, 1993. Vol. 27, 747-755.

[64] LAMORTE WW. Mann Whitney U Test (Wilcoxon Rank Sum Test), Nonparametric Tests, Boston University School of Public Health. 2017. [en ligne] Disponible sur : http://sphweb.bumc.bu.edu/otlt/mph-modules/bs/bs704_nonparametric/BS704_Nonparametric4.html.

ANNEXES

ANNEXE 1 : Tableaux résultats bruts – Microdureté

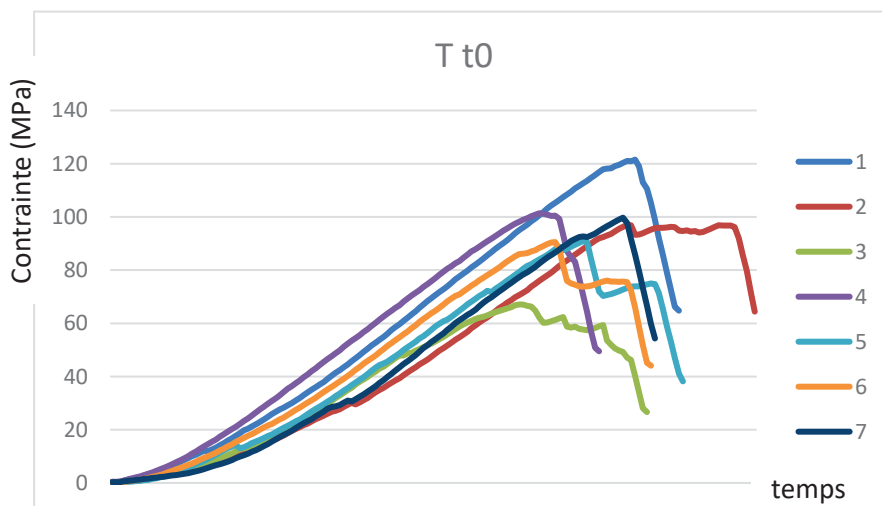
| Echantillons | Triage™ | | | Equia Forte™ | | | IonoStar Plus™ | | | |
|--------------|-------------|-------------|------|--------------|-------------|-------|----------------|-------------|-------|-----|
| | Diagonale x | Diagonale y | HV | Diagonale x | Diagonale y | HV | Diagonale x | Diagonale y | HV | |
| t0 | Plot 1 | 61,9 | 60,4 | 50 | 52,7 | 51,5 | 68 | 46,7 | 47,8 | 83 |
| | | 59,8 | 58,7 | 53 | 41 | 42,4 | 107 | 50,2 | 50 | 74 |
| | | 57,5 | 55,7 | 58 | 46,3 | 48,3 | 83 | 46,7 | 47,2 | 84 |
| | | 54,4 | 54,2 | 63 | 46,7 | 48,7 | 82 | 50,3 | 52 | 71 |
| | | 58,4 | 59 | 54 | 48,8 | 49,9 | 76 | 52,3 | 49 | 72 |
| | Plot 2 | 52,4 | 51,2 | 69 | 48,5 | 48,2 | 79 | 49,8 | 48,1 | 77 |
| | | 51,2 | 51,4 | 70 | 52,9 | 52,6 | 67 | 53,5 | 53,3 | 65 |
| | | 47,7 | 49,4 | 79 | 44 | 45,5 | 93 | 57,4 | 57,4 | 56 |
| | | 46,5 | 45,5 | 88 | 49,1 | 50,2 | 75 | 49,7 | 51 | 73 |
| | | 49,7 | 51 | 73 | 49,2 | 51,1 | 74 | 56,2 | 58,5 | 56 |
| | Plot 3 | 56,3 | 55,2 | 60 | 45,3 | 43,1 | 95 | 54 | 54 | 64 |
| | | 48,6 | 47,4 | 81 | 48,4 | 46,9 | 82 | 64 | 63 | 46 |
| | | 46 | 46,8 | 86 | 50 | 51 | 73 | 56,9 | 56,3 | 58 |
| | | 47 | 46,2 | 85 | 48,3 | 50,8 | 75 | 62,2 | 61,9 | 48 |
| 50,1 | | 53 | 70 | 43,4 | 45,3 | 94 | 61,6 | 61,2 | 49 | |
| Moyenne | 52,5 | 52,34 | 69,3 | 47,6 | 48,4 | 81,5 | 54,1 | 54 | 65,1 | |
| E-T | 5,2 | 4,8 | 12,7 | 3,3 | 3,1 | 11,2 | 5,5 | 5,4 | 12,5 | |
| t5000 | Plot 1 | 54,4 | 53,1 | 64 | 50,4 | 49 | 75 | 41,3 | 38,8 | 116 |
| | | 49,3 | 47,6 | 79 | 41,8 | 43 | 103 | 45,5 | 46,5 | 88 |
| | | 49 | 50,8 | 74 | 45,3 | 45,8 | 89 | 38,6 | 37,6 | 128 |
| | | 56,7 | 55,5 | 59 | 50,2 | 51,5 | 72 | 44,8 | 44,9 | 92 |
| | | 57,6 | 49 | 80 | 45,5 | 44,1 | 92 | 46 | 45,9 | 88 |
| | Plot 2 | 52,4 | 52,4 | 68 | 41,3 | 39,6 | 113 | 39,4 | 41,1 | 114 |
| | | 46,9 | 48,6 | 81 | 40,1 | 41,1 | 112 | 39,1 | 42,7 | 111 |
| | | 55,5 | 53,1 | 63 | 39,1 | 41,9 | 113 | 41,7 | 43,4 | 102 |
| | | 45,3 | 47,6 | 86 | 40,9 | 41,3 | 110 | 44,8 | 44 | 94 |
| | | 44 | 43,5 | 97 | 41,7 | 42,5 | 105 | 40,1 | 42,2 | 109 |
| | Plot 3 | 46 | 49,1 | 82 | 40,3 | 40,8 | 113 | 42,5 | 43,1 | 101 |
| | | 53,3 | 56,6 | 61 | 39,9 | 40,7 | 114 | 46,5 | 45,3 | 88 |
| | | 45,6 | 45,3 | 90 | 40,1 | 43,6 | 106 | 43,4 | 45,3 | 94 |
| | | 45,3 | 44,1 | 93 | 42,7 | 44,8 | 97 | 40,6 | 41,7 | 110 |
| 46,5 | | 47,6 | 84 | 40,2 | 42,7 | 108 | 41,8 | 40 | 111 | |
| Moyenne | 49,9 | 49,6 | 77,4 | 42,6 | 43,5 | 101,5 | 42,4 | 42,8 | 103,1 | |
| E-T | 4,7 | 3,9 | 12,1 | 3,6 | 3,2 | 13,8 | 2,6 | 2,6 | 12,2 | |

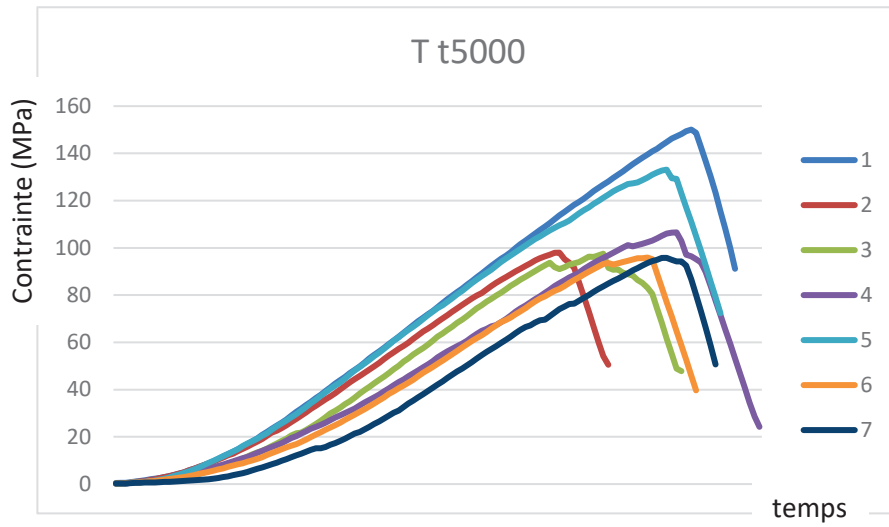
ANNEXE 2 : Tableaux résultats bruts – Résistance à la compression

| Eprouvette | Triage™ | | Equia Forte™ | | IonoStar Plus™ | | Mixte (T + EF) | | |
|------------|------------------------|-----------------|------------------------|-----------------|------------------------|-----------------|------------------------|-----------------|------|
| | Résistance compression | Module de Young | Résistance compression | Module de Young | Résistance compression | Module de Young | Résistance compression | Module de Young | |
| t0 | 1 | 123,3 | 5679 | 120,8 | 7445 | 188,2 | 7462 | 135,3 | ERR |
| | 2 | 95,1 | 4932 | 173,5 | 8272 | 83,4 | 5751 | 142,7 | ERR |
| | 3 | 66,4 | 4670 | 170,9 | 7632 | 126,8 | 4075 | 113,8 | ERR |
| | 4 | 101,3 | 5426 | 8,3 | 1250 | 118,8 | 4198 | 139,2 | ERR |
| | 5 | 90,9 | 5125 | 198,5 | 9341 | 48,3 | 2626 | 172,4 | ERR |
| | 6 | 90,5 | 5351 | 196,3 | 9136 | 121,2 | 4655 | 150,3 | ERR |
| | 7 | 99,7 | 5563 | 159,4 | 6881 | 129,2 | 4465 | 108 | 6521 |
| | Moyenne | 95,3 | 5250 | 146,8 | 7137 | 116,5 | 4748 | 137,4 | ERR |
| | E-T | 16,9 | 359 | 66,4 | 2745 | 43,2 | 1512 | 21,8 | ERR |
| t5000 | 1 | 150,1 | 7002 | 121,5 | 8075 | 145,2 | 7124 | 117,4 | ERR |
| | 2 | 96,5 | 6237 | 180,2 | 8448 | 119, | 4668 | 147,4 | 7065 |
| | 3 | 98,6 | 6823 | 127,7 | 8267 | 119,8 | 4962 | 98,7 | 5770 |
| | 4 | 106 | 5807 | 145,2 | 7188 | 142,2 | 5068 | 116,1 | 7455 |
| | 5 | 133,1 | 6965 | 148,8 | 6868 | 172,4 | 6845 | 170,4 | 8146 |
| | 6 | 94,5 | 5924 | 188,2 | 7437 | 120,5 | 4085 | 116,8 | 6131 |
| | 7 | 95,3 | 6031 | 138,5 | 7661 | 90,8 | 3462 | 113,4 | 7211 |
| | Moyenne | 110,6 | 6399 | 150 | 7706 | 130 | 5173 | 125,8 | 6963 |
| | E-T | 22,1 | 517 | 25,3 | 584 | 25,9 | 1355 | 24,5 | 875 |

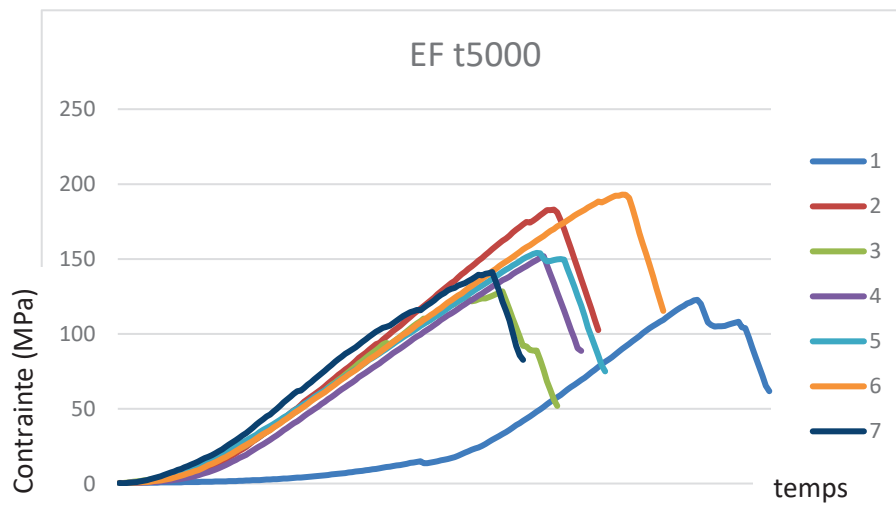
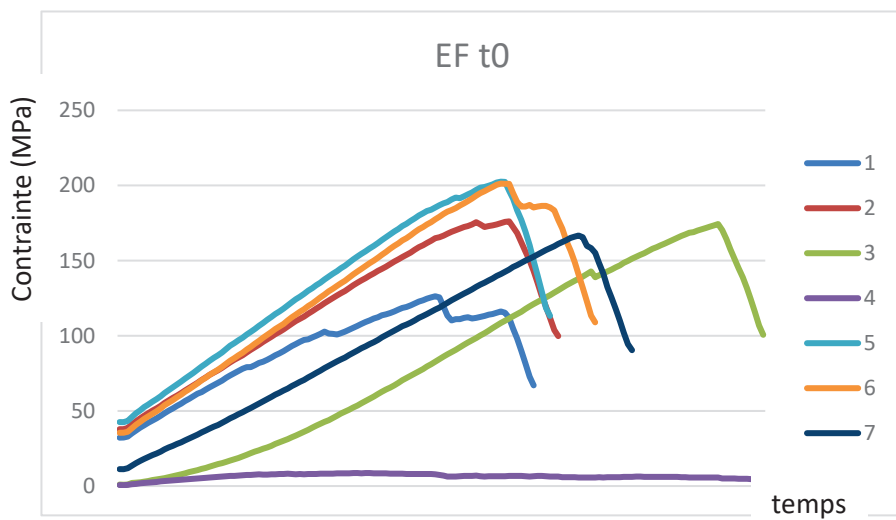
ANNEXE 3 : Graphiques contrainte-temps lors des essais de compression de tous les échantillons

○ TRIAGE™

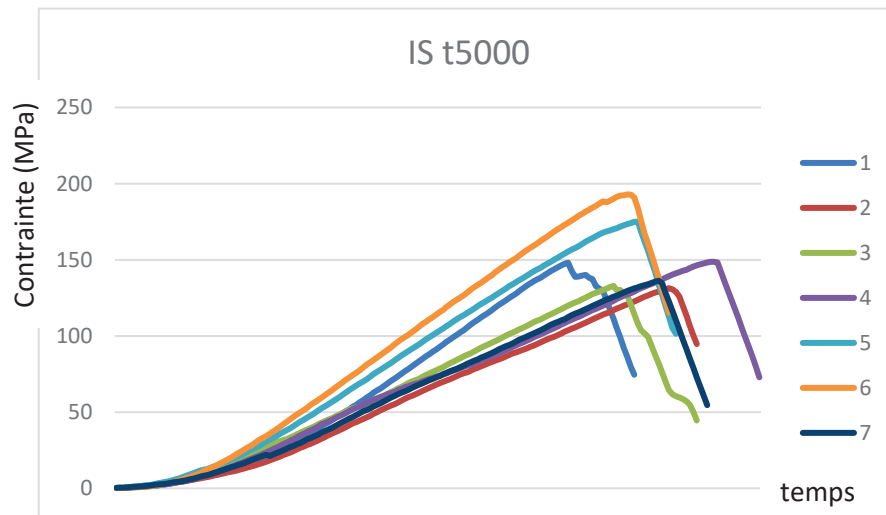
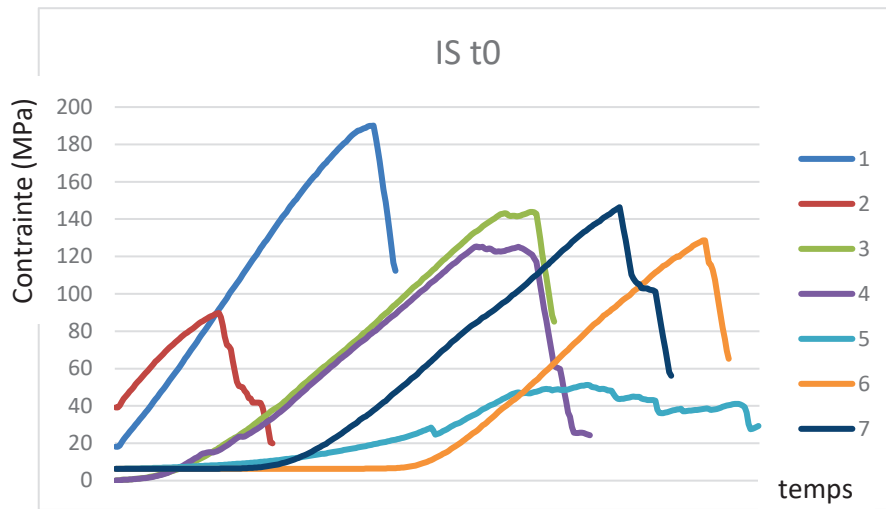




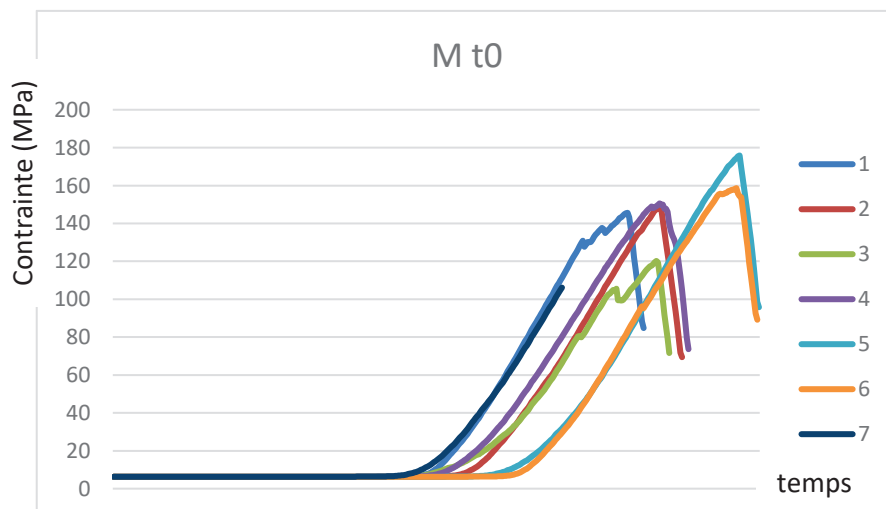
○ **EQUIA FORTE™ HT**

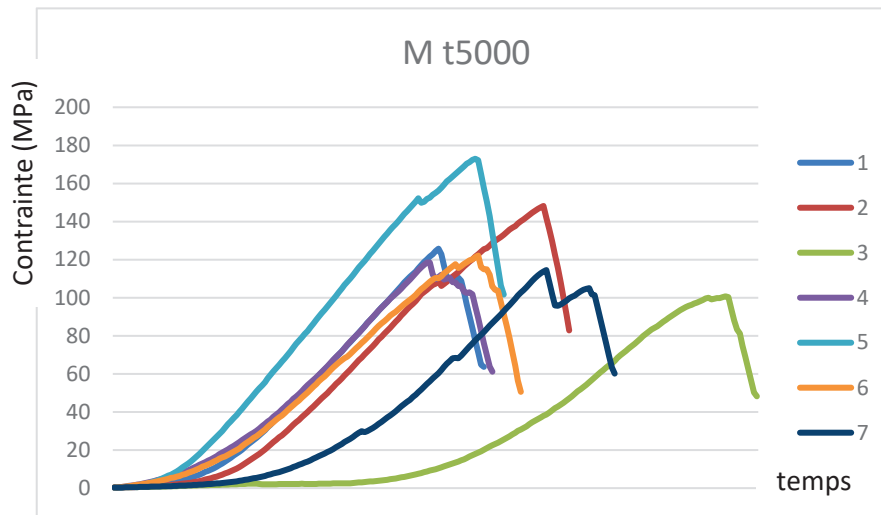


○ **IONOSTAR PLUS™**



○ **MIXTE (TRIAGE™ + EQUIA FORTE™ HT)**





ANNEXE 3 : Table de Mann-Whitney – Test unilatéral [64]

| n ₂ | α | n ₁ | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------|-----|----------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|--|
| | | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | |
| 3 | .05 | 0 | 0 | 1 | 2 | 2 | 3 | 4 | 4 | 5 | 5 | 6 | 7 | 7 | 8 | 9 | 9 | 10 | 11 | |
| | .01 | -- | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 1 | 1 | 1 | 2 | 2 | 2 | 3 | 3 | 4 | 4 | 4 | 5 | |
| 4 | .05 | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | |
| | .01 | -- | -- | 0 | 1 | 1 | 2 | 3 | 3 | 4 | 5 | 5 | 6 | 7 | 7 | 8 | 9 | 9 | 10 | |
| 5 | .05 | 1 | 2 | 4 | 5 | 6 | 8 | 9 | 11 | 12 | 13 | 15 | 16 | 18 | 19 | 20 | 22 | 23 | 25 | |
| | .01 | -- | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | |
| 6 | .05 | 2 | 3 | 5 | 7 | 8 | 10 | 12 | 14 | 16 | 17 | 19 | 21 | 23 | 25 | 26 | 28 | 30 | 32 | |
| | .01 | -- | 1 | 2 | 3 | 4 | 6 | 7 | 8 | 9 | 11 | 12 | 13 | 15 | 16 | 18 | 19 | 20 | 22 | |
| 7 | .05 | 2 | 4 | 6 | 8 | 11 | 13 | 15 | 17 | 19 | 21 | 24 | 26 | 28 | 30 | 33 | 35 | 37 | 39 | |
| | .01 | 0 | 1 | 3 | 4 | 6 | 7 | 9 | 11 | 12 | 14 | 16 | 17 | 19 | 21 | 23 | 24 | 26 | 28 | |
| 8 | .05 | 3 | 5 | 8 | 10 | 13 | 15 | 18 | 20 | 23 | 26 | 28 | 31 | 33 | 36 | 39 | 41 | 44 | 47 | |
| | .01 | 0 | 2 | 4 | 6 | 7 | 9 | 11 | 13 | 15 | 17 | 20 | 22 | 24 | 26 | 28 | 30 | 32 | 34 | |
| 9 | .05 | 4 | 6 | 9 | 12 | 15 | 18 | 21 | 24 | 27 | 30 | 33 | 36 | 39 | 42 | 45 | 48 | 51 | 54 | |
| | .01 | 1 | 3 | 5 | 7 | 9 | 11 | 14 | 16 | 18 | 21 | 23 | 26 | 28 | 31 | 33 | 36 | 38 | 40 | |
| 10 | .05 | 4 | 7 | 11 | 14 | 17 | 20 | 24 | 27 | 31 | 34 | 37 | 41 | 44 | 48 | 51 | 55 | 58 | 62 | |
| | .01 | 1 | 3 | 6 | 8 | 11 | 13 | 16 | 19 | 22 | 24 | 27 | 30 | 33 | 36 | 38 | 41 | 44 | 47 | |
| 11 | .05 | 5 | 8 | 12 | 16 | 19 | 23 | 27 | 31 | 34 | 38 | 42 | 46 | 50 | 54 | 57 | 61 | 65 | 69 | |
| | .01 | 1 | 4 | 7 | 9 | 12 | 15 | 18 | 22 | 25 | 28 | 31 | 34 | 37 | 41 | 44 | 47 | 50 | 53 | |
| 12 | .05 | 5 | 9 | 13 | 17 | 21 | 26 | 30 | 34 | 38 | 42 | 47 | 51 | 55 | 60 | 64 | 68 | 72 | 77 | |
| | .01 | 2 | 5 | 8 | 11 | 14 | 17 | 21 | 24 | 28 | 31 | 35 | 38 | 42 | 46 | 49 | 53 | 56 | 60 | |
| 13 | .05 | 6 | 10 | 15 | 19 | 24 | 28 | 33 | 37 | 42 | 47 | 51 | 56 | 61 | 65 | 70 | 75 | 80 | 84 | |
| | .01 | 2 | 5 | 9 | 12 | 16 | 20 | 23 | 27 | 31 | 35 | 39 | 43 | 47 | 51 | 55 | 59 | 63 | 67 | |
| 14 | .05 | 7 | 11 | 16 | 21 | 26 | 31 | 36 | 41 | 46 | 51 | 56 | 61 | 66 | 71 | 77 | 82 | 87 | 92 | |
| | .01 | 2 | 6 | 10 | 13 | 17 | 22 | 26 | 30 | 34 | 38 | 43 | 47 | 51 | 56 | 60 | 65 | 69 | 73 | |
| 15 | .05 | 7 | 12 | 18 | 23 | 28 | 33 | 39 | 44 | 50 | 55 | 61 | 66 | 72 | 77 | 83 | 88 | 94 | 100 | |
| | .01 | 3 | 7 | 11 | 15 | 19 | 24 | 28 | 33 | 37 | 42 | 47 | 51 | 56 | 61 | 66 | 70 | 75 | 80 | |
| 16 | .05 | 8 | 14 | 19 | 25 | 30 | 36 | 42 | 48 | 54 | 60 | 65 | 71 | 77 | 83 | 89 | 95 | 101 | 107 | |
| | .01 | 3 | 7 | 12 | 16 | 21 | 26 | 31 | 36 | 41 | 46 | 51 | 56 | 61 | 66 | 71 | 76 | 82 | 87 | |
| 17 | .05 | 9 | 15 | 20 | 26 | 33 | 39 | 45 | 51 | 57 | 64 | 70 | 77 | 83 | 89 | 96 | 102 | 109 | 115 | |
| | .01 | 4 | 8 | 13 | 18 | 23 | 28 | 33 | 38 | 44 | 49 | 55 | 60 | 66 | 71 | 77 | 82 | 88 | 93 | |
| 18 | .05 | 9 | 16 | 22 | 28 | 35 | 41 | 48 | 55 | 61 | 68 | 75 | 82 | 88 | 95 | 102 | 109 | 116 | 123 | |
| | .01 | 4 | 9 | 14 | 19 | 24 | 30 | 36 | 41 | 47 | 53 | 59 | 65 | 70 | 76 | 82 | 88 | 94 | 100 | |
| 19 | .05 | 10 | 17 | 23 | 30 | 37 | 44 | 51 | 58 | 65 | 72 | 80 | 87 | 94 | 101 | 109 | 116 | 123 | 130 | |
| | .01 | 4 | 9 | 15 | 20 | 26 | 32 | 38 | 44 | 50 | 56 | 63 | 69 | 75 | 82 | 88 | 94 | 101 | 107 | |
| 20 | .05 | 11 | 18 | 25 | 32 | 39 | 47 | 54 | 62 | 69 | 77 | 84 | 92 | 100 | 107 | 115 | 123 | 130 | 138 | |
| | .01 | 5 | 10 | 16 | 22 | 28 | 34 | 40 | 47 | 53 | 60 | 67 | 73 | 80 | 87 | 93 | 100 | 107 | 114 | |

* Rouge = Microdureté, Orange = Compression

ANNEXE 4 : Analyse statistique par test de Mann-Whitney-Wilcoxon sur XLSTAT

○ Microdureté

• Comparaison t0 et t5000

| TRIAGE | HV | Rang | EF | HV | Rang | IS | HV | Rang |
|---------|----|------|----------|-----|------|----------|-----|------|
| T t0 | 53 | 1 | EF t0 | 68 | 1 | IS t0 | 48 | 1 |
| T t0 | 54 | 2 | EF t0 | 73 | 2 | IS t0 | 49 | 2 |
| T t0 | 58 | 3 | EF t0 | 74 | 3 | IS t0 | 56 | 3,5 |
| T t0 | 60 | 4 | EF t0 | 75 | 5 | IS t0 | 56 | 3,5 |
| T t5000 | 61 | 5 | EF t0 | 75 | 5 | IS t0 | 58 | 5 |
| T t0 | 63 | 6,5 | EF t5000 | 75 | 5 | IS t0 | 64 | 6 |
| T t5000 | 63 | 6,5 | EF t0 | 76 | 7 | IS t0 | 65 | 7 |
| T t5000 | 64 | 8 | EF t0 | 79 | 8 | IS t0 | 71 | 8 |
| T t5000 | 68 | 9 | EF t0 | 82 | 9,5 | IS t0 | 72 | 9 |
| T t0 | 69 | 10 | EF t0 | 82 | 9,5 | IS t0 | 73 | 10 |
| T t0 | 70 | 11,5 | EF t0 | 83 | 11 | IS t0 | 74 | 11 |
| T t0 | 70 | 11,5 | EF t5000 | 89 | 12 | IS t0 | 77 | 12 |
| T t0 | 73 | 13 | EF t5000 | 92 | 13 | IS t0 | 83 | 13 |
| T t5000 | 74 | 14 | EF t0 | 93 | 14 | IS t5000 | 88 | 14,5 |
| T t0 | 79 | 15,5 | EF t0 | 94 | 15 | IS t5000 | 88 | 14,5 |
| T t5000 | 79 | 15,5 | EF t0 | 95 | 16 | IS t5000 | 92 | 16 |
| T t5000 | 80 | 17 | EF t5000 | 97 | 17 | IS t5000 | 94 | 17,5 |
| T t0 | 81 | 18,5 | EF t5000 | 103 | 18 | IS t5000 | 94 | 17,5 |
| T t5000 | 81 | 18,5 | EF t5000 | 105 | 19 | IS t5000 | 101 | 19 |
| T t5000 | 82 | 20 | EF t5000 | 106 | 20 | IS t5000 | 102 | 20 |
| T t5000 | 84 | 21 | EF t5000 | 108 | 21 | IS t5000 | 109 | 21 |
| T t0 | 85 | 22 | EF t5000 | 110 | 22 | IS t5000 | 110 | 22 |
| T t0 | 86 | 23,5 | EF t5000 | 112 | 23 | IS t5000 | 111 | 23,5 |
| T t5000 | 86 | 23,5 | EF t5000 | 113 | 25 | IS t5000 | 111 | 23,5 |
| T t5000 | 90 | 25 | EF t5000 | 113 | 25 | IS t5000 | 114 | 25 |
| T t5000 | 93 | 26 | EF t5000 | 113 | 25 | IS t5000 | 116 | 26 |

| TRIAGE | Somme des rangs* | N | U observé** | Résultat |
|---------|------------------|----|-------------|----------|
| T t0 | 142 | 13 | 51 | H1 |
| T t5000 | 209 | 13 | 118 | acceptée |

| EQUIA FORTE | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-------------|-----------------|----|-----------|----------|
| EF t0 | 106 | 13 | 15 | H1 |
| EF t5000 | 245 | 13 | 154 | acceptée |

| IONOSTAR PLUS | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|---------------|-----------------|----|-----------|----------|
| IS t0 | 91 | 13 | 0 | H1 |
| IS t5000 | 260 | 13 | 169 | acceptée |

* Somme des rangs = $W = \sum_{i=1}^n r_i$

** U observé = $W - \frac{N(N+1)}{2}$

- **Comparaison entre CVI fluide et CVI-HV**

| EF / T t0 | HV | Rang | IS / T t0 | HV | Rang | EF / T | HV | Rang | IS / T | HV | Rang |
|-----------|----|------|-----------|----|------|----------|-----|------|----------|-----|------|
| T t0 | 53 | 1 | IS t0 | 48 | 1 | T t5000 | 61 | 1 | T t5000 | 61 | 1 |
| T t0 | 54 | 2 | IS t0 | 49 | 2 | T t5000 | 63 | 2 | T t5000 | 63 | 2 |
| T t0 | 58 | 3 | T t0 | 53 | 3 | T t5000 | 64 | 3 | T t5000 | 64 | 3 |
| T t0 | 60 | 4 | T t0 | 54 | 4 | T t5000 | 68 | 4 | T t5000 | 68 | 4 |
| T t0 | 63 | 5 | IS t0 | 56 | 5,5 | T t5000 | 74 | 5 | T t5000 | 74 | 5 |
| EF t0 | 68 | 6 | IS t0 | 56 | 5,5 | EF t5000 | 75 | 6 | T t5000 | 79 | 6 |
| T t0 | 69 | 7 | T t0 | 58 | 7,5 | T t5000 | 79 | 7 | T t5000 | 80 | 7 |
| T t0 | 70 | 8,5 | IS t0 | 58 | 7,5 | T t5000 | 80 | 8 | T t5000 | 81 | 8 |
| T t0 | 70 | 8,5 | T t0 | 60 | 9 | T t5000 | 81 | 9 | T t5000 | 82 | 9 |
| EF t0 | 73 | 10,5 | IS t0 | 63 | 10 | T t5000 | 82 | 10 | T t5000 | 84 | 10 |
| T t0 | 73 | 10,5 | IS t0 | 64 | 11 | T t5000 | 84 | 11 | T t5000 | 86 | 11 |
| EF t0 | 74 | 12 | IS t0 | 65 | 12 | T t5000 | 86 | 12 | IS t5000 | 88 | 12,5 |
| EF t0 | 75 | 13,5 | T t0 | 69 | 13 | EF t5000 | 89 | 13 | IS t5000 | 88 | 12,5 |
| EF t0 | 75 | 13,5 | T t0 | 70 | 14,5 | T t5000 | 90 | 14 | T t5000 | 90 | 14 |
| EF t0 | 76 | 15 | T t0 | 70 | 14,5 | EF t5000 | 92 | 15 | IS t5000 | 92 | 15 |
| EF t0 | 79 | 16,5 | IS t0 | 71 | 16 | T t5000 | 93 | 16 | T t5000 | 93 | 16 |
| T t0 | 79 | 16,5 | IS t0 | 72 | 17 | EF t5000 | 97 | 17 | IS t5000 | 94 | 17,5 |
| T t0 | 81 | 18 | T t0 | 73 | 18,5 | EF t5000 | 103 | 18 | IS t5000 | 94 | 17,5 |
| EF t0 | 82 | 19,5 | IS t0 | 73 | 18,5 | EF t5000 | 105 | 19 | IS t5000 | 101 | 19 |
| EF t0 | 82 | 19,5 | IS t0 | 74 | 20 | EF t5000 | 106 | 20 | IS t5000 | 102 | 20 |
| EF t0 | 83 | 21 | IS t0 | 77 | 21 | EF t5000 | 108 | 21 | IS t5000 | 109 | 21 |
| T t0 | 85 | 22 | T t0 | 79 | 22 | EF t5000 | 110 | 22 | IS t5000 | 110 | 22 |
| T t0 | 86 | 23 | T t0 | 81 | 23 | EF t5000 | 112 | 23 | IS t5000 | 111 | 23,5 |
| EF t0 | 93 | 24 | IS t0 | 83 | 24 | EF t5000 | 113 | 25 | IS t5000 | 111 | 23,5 |
| EF t0 | 94 | 25 | T t0 | 85 | 25 | EF t5000 | 113 | 25 | IS t5000 | 114 | 25 |
| EF t0 | 95 | 26 | T t0 | 86 | 26 | EF t5000 | 113 | 25 | IS t5000 | 116 | 26 |

| EF / T t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-----------|-----------------|----|-----------|----------|
| EF t0 | 222 | 13 | 131 | H1 |
| T t0 | 129 | 13 | 38 | acceptée |

| IS / T t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-----------|-----------------|----|-----------|----------|
| IS t0 | 171 | 13 | 80 | H0 |
| T t0 | 180 | 13 | 89 | acceptée |

| EF / T t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|--------------|-----------------|----|-----------|----------|
| EF t5000 | 249 | 13 | 158 | H1 |
| T t5000 | 102 | 13 | 11 | acceptée |

| IS / T t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|--------------|-----------------|----|-----------|----------|
| IS t5000 | 96 | 13 | 5 | H1 |
| T t5000 | 255 | 13 | 164 | acceptée |

- Comparaison entre les CVI-HV

| t0 | HV | Rang |
|-------|----|------|
| IS t0 | 48 | 1 |
| IS t0 | 49 | 2 |
| IS t0 | 56 | 3,5 |
| IS t0 | 56 | 3,5 |
| IS t0 | 58 | 5 |
| IS t0 | 64 | 6 |
| IS t0 | 65 | 7 |
| EF t0 | 68 | 8 |
| IS t0 | 71 | 9 |
| IS t0 | 72 | 10 |
| EF t0 | 73 | 11,5 |
| IS t0 | 73 | 11,5 |
| EF t0 | 74 | 13,5 |
| IS t0 | 74 | 13,5 |
| EF t0 | 75 | 15,5 |
| EF t0 | 75 | 15,5 |
| EF t0 | 76 | 17 |
| IS t0 | 77 | 18 |
| EF t0 | 79 | 19 |
| EF t0 | 82 | 20,5 |
| EF t0 | 82 | 20,5 |
| EF t0 | 83 | 22,5 |
| IS t0 | 83 | 22,5 |
| EF t0 | 93 | 24 |
| EF t0 | 94 | 25 |
| EF t0 | 95 | 26 |

| t5000 | HV | Rang |
|----------|-----|------|
| EF t5000 | 75 | 1 |
| IS t5000 | 88 | 2,5 |
| IS t5000 | 88 | 2,5 |
| EF t5000 | 89 | 4 |
| EF t5000 | 92 | 5,5 |
| IS t5000 | 92 | 5,5 |
| IS t5000 | 94 | 7,5 |
| IS t5000 | 94 | 7,5 |
| EF t5000 | 97 | 9 |
| IS t5000 | 101 | 10 |
| IS t5000 | 102 | 11 |
| EF t5000 | 103 | 12 |
| EF t5000 | 105 | 13 |
| EF t5000 | 106 | 14 |
| EF t5000 | 108 | 15 |
| IS t5000 | 109 | 16 |
| EF t5000 | 110 | 17,5 |
| IS t5000 | 110 | 17,5 |
| IS t5000 | 111 | 19,5 |
| IS t5000 | 111 | 19,5 |
| EF t5000 | 112 | 21 |
| EF t5000 | 113 | 23 |
| EF t5000 | 113 | 23 |
| EF t5000 | 113 | 23 |
| IS t5000 | 114 | 25 |
| IS t5000 | 116 | 26 |

| t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-------|-----------------|----|-----------|----------|
| EF t0 | 238,5 | 13 | 147,5 | H1 |
| IS t0 | 112,5 | 13 | 21,5 | acceptée |

| t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|----------|-----------------|----|-----------|----------|
| EF t5000 | 181 | 13 | 90 | H0 |
| IS t5000 | 170 | 13 | 79 | acceptée |

○ **Compression**

● **Comparaison entre t0 et t5000**

| T | RC | Rang | EF | RC | Rang | IS | RC | Rang | M | RC | Rang |
|---------|-------|------|----------|-------|------|----------|-------|------|---------|-------|------|
| T t0 | 90,5 | 1 | EF t0 | 120,8 | 1 | IS t0 | 83,4 | 1 | M t5000 | 113,4 | 1 |
| T t0 | 90,9 | 2 | EF t5000 | 127,7 | 2 | IS t0 | 118,8 | 2 | M t0 | 113,8 | 2 |
| T t0 | 95,1 | 3 | EF t5000 | 138,5 | 3 | IS t5000 | 119,2 | 3 | M t5000 | 116,1 | 3 |
| T t5000 | 95,3 | 4 | EF t5000 | 145,2 | 4 | IS t5000 | 119,8 | 4 | M t5000 | 116,8 | 4 |
| T t5000 | 96,5 | 5 | EF t5000 | 148,8 | 5 | IS t5000 | 120,5 | 5 | M t5000 | 117,4 | 5 |
| T t5000 | 98,6 | 6 | EF t0 | 159,4 | 6 | IS t0 | 121,2 | 6 | M t0 | 135,3 | 6 |
| T t0 | 99,7 | 7 | EF t0 | 170,9 | 7 | IS t0 | 126,8 | 7 | M t0 | 139,2 | 7 |
| T t0 | 101,3 | 8 | EF t0 | 173,5 | 8 | IS t0 | 129,2 | 8 | M t0 | 142,7 | 8 |
| T t5000 | 106 | 9 | EF t5000 | 180,2 | 9 | IS t5000 | 142,2 | 9 | M t5000 | 147,4 | 9 |
| T t5000 | 133,1 | 10 | EF t0 | 196,3 | 10 | IS t5000 | 172,4 | 10 | M t0 | 150,3 | 10 |

| TRIAGE | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|---------|-----------------|---|-----------|----------|
| T t0 | 21 | 5 | 6 | H0 |
| T t5000 | 34 | 5 | 19 | acceptée |

| EQUIA FORTE | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-------------|-----------------|---|-----------|----------|
| EF t0 | 32 | 5 | 17 | H0 |
| EF t5000 | 23 | 5 | 8 | acceptée |

| IONOSTAR PLUS | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|---------------|-----------------|---|-----------|----------|
| IS t0 | 24 | 5 | 9 | H0 |
| IS t5000 | 31 | 5 | 16 | acceptée |

| MIXTE | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|---------|-----------------|---|-----------|----------|
| M t0 | 33 | 5 | 18 | H0 |
| M t5000 | 22 | 5 | 7 | acceptée |

● **Comparaison entre le CVI fluide et les CVI-HV**

| T / EF t0 | RC | Rang | T / IS t0 | RC | Rang | T / EF | RC | Rang | T / IS | RC | Rang |
|-----------|-------|------|-----------|-------|------|----------|-------|------|----------|-------|------|
| T t0 | 90,5 | 1 | IS t0 | 83,4 | 1 | T t5000 | 95,3 | 1 | T t5000 | 95,3 | 1 |
| T t0 | 90,9 | 2 | T t0 | 90,5 | 2 | T t5000 | 96,5 | 2 | T t5000 | 96,5 | 2 |
| T t0 | 95,1 | 3 | T t0 | 90,9 | 3 | T t5000 | 98,6 | 3 | T t5000 | 98,6 | 3 |
| T t0 | 99,7 | 4 | T t0 | 95,1 | 4 | T t5000 | 106 | 4 | T t5000 | 106 | 4 |
| T t0 | 101,3 | 5 | T t0 | 99,7 | 5 | EF t5000 | 119,2 | 5 | IS t5000 | 119,2 | 5 |
| EF t0 | 120,8 | 6 | T t0 | 101,3 | 6 | EF t5000 | 119,8 | 6 | IS t5000 | 119,8 | 6 |
| EF t0 | 159,4 | 7 | IS t0 | 118,8 | 7 | EF t5000 | 120,5 | 7 | IS t5000 | 120,5 | 7 |
| EF t0 | 170,9 | 8 | IS t0 | 121,2 | 8 | T t5000 | 133,1 | 8 | T t5000 | 133,1 | 8 |
| EF t0 | 173,5 | 9 | IS t0 | 126,8 | 9 | EF t5000 | 142,2 | 9 | IS t5000 | 142,2 | 9 |
| EF t0 | 196,3 | 10 | IS t0 | 129,2 | 10 | EF t5000 | 172,4 | 10 | IS t5000 | 172,4 | 10 |

| T / EF t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-----------|-----------------|---|-----------|----------|
| T t0 | 15 | 5 | 0 | H1 |
| EF t0 | 40 | 5 | 25 | acceptée |

| T / EF t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|--------------|-----------------|---|-----------|----------|
| T t5000 | 18 | 5 | 3 | H1 |
| EF t5000 | 37 | 5 | 22 | acceptée |

| T / IS t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-----------|-----------------|---|-----------|----------|
| T t0 | 20 | 5 | 5 | H0 |
| IS t0 | 35 | 5 | 20 | acceptée |

| T / IS t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|--------------|-----------------|---|-----------|----------|
| T t5000 | 18 | 5 | 3 | H1 |
| IS t5000 | 37 | 5 | 22 | acceptée |

- **Comparaison entre les CVI-HV**

| t0 | RC | Rang |
|-------|--------|------|
| IS t0 | 83,4 | 1 |
| IS t0 | 118,8 | 2 |
| EF t0 | 120,8 | 3 |
| IS t0 | 121,2 | 4 |
| IS t0 | 126,8 | 5 |
| IS t0 | 129,2 | 6 |
| EF t0 | 159,4 | 7 |
| EF t0 | 170,9 | 8 |
| EF t0 | 173,5 | 9 |
| EF t0 | 196,33 | 10 |

| t5000 | RC | Rang |
|----------|-------|------|
| IS t5000 | 119,2 | 1 |
| IS t5000 | 119,8 | 2 |
| IS t5000 | 120,5 | 3 |
| EF t5000 | 127,7 | 4 |
| EF t5000 | 138,5 | 5 |
| IS t5000 | 142,2 | 6 |
| EF t5000 | 145,2 | 7 |
| EF t5000 | 148,8 | 8 |
| IS t5000 | 172,4 | 9 |
| EF t5000 | 180,2 | 10 |

| EF / IS t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|------------|-----------------|---|-----------|----------|
| EF t0 | 37 | 5 | 22 | H1 |
| IS t0 | 18 | 5 | 3 | acceptée |

| EF / IS t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|---------------|-----------------|---|-----------|----------|
| EF t5000 | 34 | 5 | 19 | H0 |
| IS t5000 | 21 | 5 | 6 | acceptée |

- **Comparaison entre monocouche et bicouche**

| T / M t0 | RC | Rang | EF / M t0 | RC | Rang | T / M | RC | Rang | EF / M | RC | Rang |
|----------|-------|------|-----------|-------|------|---------|-------|------|----------|-------|------|
| T t0 | 90,5 | 1 | M t0 | 113,8 | 1 | T t5000 | 95,3 | 1 | M t5000 | 113,4 | 1 |
| T t0 | 90,9 | 2 | EF t0 | 120,8 | 2 | T t5000 | 96,5 | 2 | M t5000 | 116,1 | 2 |
| T t0 | 95,1 | 3 | M t0 | 135,3 | 3 | T t5000 | 98,6 | 3 | M t5000 | 116,8 | 3 |
| T t0 | 99,7 | 4 | M t0 | 139,2 | 4 | T t5000 | 106 | 4 | M t5000 | 117,4 | 4 |
| T t0 | 101,3 | 5 | M t0 | 142,7 | 5 | M t5000 | 113,4 | 5 | EF t5000 | 127,7 | 5 |
| M t0 | 113,8 | 6 | M t0 | 150,3 | 6 | M t5000 | 116,1 | 6 | EF t5000 | 138,5 | 6 |
| M t0 | 135,3 | 7 | EF t0 | 159,4 | 7 | M t5000 | 116,8 | 7 | EF t5000 | 145,2 | 7 |
| M t0 | 139,2 | 8 | EF t0 | 170,9 | 8 | M t5000 | 117,4 | 8 | M t5000 | 147,4 | 8 |
| M t0 | 142,7 | 9 | EF t0 | 173,5 | 9 | T t5000 | 133,1 | 9 | EF t5000 | 148,7 | 9 |
| M t0 | 150,3 | 10 | EF t0 | 196,3 | 10 | M t5000 | 147,4 | 10 | EF t5000 | 180,2 | 10 |

| T / M t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|----------|-----------------|---|-----------|----------|
| T t0 | 15 | 5 | 0 | H1 |
| M t0 | 40 | 5 | 25 | acceptée |

| T / M t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-------------|-----------------|---|-----------|----------|
| T t5000 | 19 | 5 | 4 | H1 |
| M t5000 | 36 | 5 | 21 | acceptée |

| EF / M t0 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|-----------|-----------------|---|-----------|----------|
| EF t0 | 36 | 5 | 21 | H1 |
| M t0 | 19 | 5 | 4 | acceptée |

| EF / M t5000 | Somme des rangs | N | U observé | Résultat |
|--------------|-----------------|---|-----------|----------|
| EF t5000 | 37 | 5 | 22 | H1 |
| M t5000 | 18 | 5 | 3 | acceptée |

Serment d'Hippocrate

*En présence des Maîtres de cette Faculté, de mes chers condisciples,
devant l'effigie d'Hippocrate,*

*Je promets et je jure, au nom de l'Être Suprême, d'être fidèle aux
lois de l'Honneur et de la probité dans l'exercice de La Médecine
Dentaire.*

*Je donnerai mes soins gratuits à l'indigent et n'exigerai jamais un
salaire au-dessus de mon travail, je ne participerai à aucun partage
clandestin d'honoraires.*

*Admis dans l'intérieur des maisons, mes yeux ne verront pas ce qui
se passe, ma langue taira les secrets qui me seront confiés et mon
état ne servira pas à corrompre les mœurs ni à favoriser le crime.*

*Je ne permettrai pas que des considérations de religion, de nation,
de race, de parti ou de classe sociale viennent s'interposer entre mon
Devoir et mon patient.*

Je garderai le respect absolu de la vie humaine dès sa conception.

*Même sous la menace, je n'admettrai pas de faire usage de mes
connaissances médicales contre les lois de l'Humanité.*

*Respectueux et reconnaissant envers les Maîtres, je rendrai à leurs
enfants l'instruction que j'ai reçue de leurs pères.*

*Que les hommes m'accordent leur estime si je suis fidèle à mes
promesses,*

*Que je sois couvert d'opprobre et méprisé de mes confrères si j'y
manque.*



Faculté de Chirurgie dentaire
Odontologie

Approbation – Improbation

Les opinions émises par les dissertations présentées, doivent être considérées comme propres à leurs auteurs, sans aucune approbation ou improbation de la Faculté de Chirurgie dentaire (1).

Lu et approuvé,

Vu,

Nice, le

Le Président du jury,

Le Doyen de la Faculté de
Chirurgie Dentaire de l'UNS

Professeur Laurence LUPI

Professeur Laurence LUPI

(1) Les exemplaires destinés à la bibliothèque doivent être obligatoirement signés par le Doyen et par le Président du Jury.

Sacha KOSKAS

**EFFET DU VIEILLISSEMENT THERMIQUE SUR LES PROPRIETES
MECANIQUES DE 2 CIMENTS VERRES IONOMERES A HAUTE VISCOSITE :
TESTS DE MICRODURETE ET DE COMPRESSION**

Thèse : Chirurgie Dentaire, Nice, 2020, Thèse n°42-57-20-18

Directeur de thèse : Pr. Nathalie BRULAT-BOUCHARD

Mots-clés :

ciment verre ionomère – haute viscosité – microdureté – résistance compression – thermocyclage

Résumé :

Les CVI sont des matériaux de restauration directs biocompatibles et bioactifs grâce au relargage d'ions fluorures. Ils ont une adhésion naturelle aux tissus dentaires, mais ont de faibles propriétés mécaniques. Les CVI à haute viscosité (CVI-HV) sont des CVI conventionnels dont les propriétés mécaniques ont été améliorées.

Objectifs : Les objectifs de cette étude sont d'évaluer et comparer l'effet du thermocyclage (vieillissement thermique artificiel) sur la microdureté Vickers (MD) et la résistance à la compression (RC) de deux CVI-HV, ainsi que la RC d'un système « bicouche » (association d'un CVI fluide et d'un CVI-HV) et d'un système « monocouche » (CVI fluide ou CVI-HV seuls).

Matériel et méthode : Deux CVI-HV (Equia Forte™ HT (EF) de GC ; IonoStar Plus™ (IS) de VOCO) et un CVI fluide (Fuji Triage™ (T) de GC, témoin) sont formés en échantillons (26 plots de 5/2mm pour la MD ; 10 cylindres de 4/6mm pour la RC) et sont divisés en 2 catégories (t0 = sans thermocyclage ; t5000 = 5000 cycles thermiques) avant de subir les essais (13 plots et 5 cylindres par groupe). De plus les RC d'échantillons bicouches (EF+T) sont comparés aux échantillons monocouches (EF ou T seuls). L'analyse statistique est faite avec un test de Wilcoxon-Mann-Whitney.

Résultats : Le thermocyclage améliore significativement les valeurs de MD pour tous les matériaux, surtout IS, mais n'a pas d'effet significatif sur la RC. Les valeurs de MD et RC de EF sont significativement supérieures à IS sans vieillissement, mais sont équivalentes à t5000. Le système bicouche est supérieur à T et inférieur à EF, à t0 et à t5000.

Conclusion : Les CVI ont une maturation lente pouvant prendre plusieurs mois. Le vieillissement thermique semble accélérer ce processus en laboratoire. Les résultats montrent qu'au début de la maturation, EF a des propriétés supérieures à IS, mais qu'après vieillissement thermique EF et IS, sont statistiquement équivalents. La RC moyenne du système bicouche est une valeur intermédiaire entre les RC du CVI fluide et du CVI-HV seul.