



HAL
open science

Les céramiques au silicate de lithium renforcées à la zirconie (slz)

Yassine Ben Miled

► **To cite this version:**

Yassine Ben Miled. Les céramiques au silicate de lithium renforcées à la zirconie (slz). Sciences du Vivant [q-bio]. 2021. dumas-03642012

HAL Id: dumas-03642012

<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03642012v1>

Submitted on 14 Apr 2022

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.



Distributed under a Creative Commons Attribution - NonCommercial - NoDerivatives 4.0 International License

AVERTISSEMENT

Cette thèse d'exercice est le fruit d'un travail approuvé par le jury de soutenance et réalisé dans le but d'obtenir le diplôme d'État de docteur en chirurgie dentaire. Ce document est mis à disposition de l'ensemble de la communauté universitaire élargie.

Il est soumis à la propriété intellectuelle de l'auteur. Ceci implique une obligation de citation et de référencement lors de l'utilisation de ce document.

D'autre part, toute contrefaçon, plagiat, reproduction illicite encourt toute poursuite pénale.



UNIVERSITÉ DE PARIS
FACULTÉ DE SANTÉ
UFR D'ODONTOLOGIE - MONTROUGE

Année 2021

N° M052

THÈSE
POUR LE DIPLÔME D'ÉTAT DE DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE
Présentée et soutenue publiquement le : 07 juin 2021

Par

M. Yassine BEN MILED

Les céramiques au silicate de lithium renforcées à la zircone (slz)

Dirigée par M. le Docteur Thibault Drouhet

JURY

M. le Docteur Louis Maman	Président
M. le Docteur Jean-Pierre Attal	Assesseur
M. le Docteur Lucien Dupagne	Assesseur
M. le Docteur Thibault Drouhet	Assesseur
Mme le Docteur Aurélie Benoit à la Guillaume	Invitée



Tableau des enseignants de l'UFR (Montrouge)

DÉPARTEMENTS	DISCIPLINES	PROFESSEURS DES UNIVERSITÉS	MAÎTRES DE CONFÉRENCES
1. DÉVELOPPEMENT, CROISSANCE ET PRÉVENTION	ODONTOLOGIE PÉDIATRIQUE	Mme DURSUN Mme VITAL	Mme BONNET M. COURSON Mme VANDERZWALM
	ORTHOPÉDIE DENTO-FACIALE	Mme LE NORCY	Mme BENAHMED M. DUNGLAS Mme KAMOUN
	PRÉVENTION, ÉPIDÉMIOLOGIE, ÉCONOMIE DE LA SANTÉ ET ODONTOLOGIE LÉGALE	M. PIRNAY	Mme GERMA Mme SMAIL-FAUGERON
2. CHIRURGIE ORALE, PARODONTOLOGIE, BIOLOGIE ORALE	PARODONTOLOGIE	Mme COLOMBIER Mme GOSSET	M. BIOSSE DUPLAN M. BRUN (MCU associé) M. GUEZ
	CHIRURGIE ORALE	M. MAMAN Mme RADOÏ	Mme EJEIL M. GAULTIER M. HADIDA M. MOREAU M. NGUYEN Mme TAÏHI
	BIOLOGIE ORALE	Mme CHAUSSAIN M. GOGLY Mme SÉGUIER Mme POLIARD (PR)	Mme ANDRIQUE (MCU associée) M. ARRETO Mme BARDET (MCF) M. BOUCHET (MCF) Mme CHARDIN M. FERRE Mme GORIN M. LE MAY
3. RÉHABILITATION ORALE	DENTISTERIE RESTAURATRICE ENDODONTIE	Mme BOUKPESSI Mme CHEMLA	Mme BERÈS Mme BESNAULT M. BONTE Mme COLLIGNON M. DECUP Mme GAUCHER
	PROTHÈSES	Mme WULFMAN	M. CHEYLAN M. DAAS M. DOT M. DUPAGNE (MCU associé) M. EID Mme FOUILLOUX-PATEY M. RENAULT M. RIGNON-BRET M. TRAMBA
	FONCTION-DYSFONCTION, IMAGERIE, BIOMATÉRIAUX	M. SALMON	M. ATTAL Mme BENBELAÏD Mme BENOÏT A LA GUILLAUME (MCF) M. BOUTER M. CHARRIER M. CHERRUAU M. FLEITER Mme FRON CHABOUIS Mme MANGIONE Mme TILOTTA
	PROFESSEURS ÉMÉRITES	M. BÉRENHOLC Mme BRION Mme FOLLIGUET M. LASFARGUES M. LAUTROU	M. LEVY M. PELLAT M. PIERRISNARD M. SAFFAR Mme WOLIKOW

Liste mise à jour le 25 mars 2021

Remerciements

À M. le Docteur Louis Maman ; Docteur en Chirurgie dentaire ; Spécialiste qualifié en Chirurgie orale ; Docteur en Sciences odontologiques ; Habilité à Diriger des Recherches ; Professeur des Universités, UFR d'Odontologie – Montrouge ; Praticien Hospitalier, Assistance Publique-Hopitaux de Paris ; Doyen de l'UFR d'Odontologie-Montrouge

Pour avoir accepté de présider ce jury de thèse d'exercice

À M. le Docteur Jean-Pierre Attal ; Docteur en Chirurgie dentaire ; Docteur de l'Université Paris Descartes ; Habilité à Diriger des Recherches ; Maître de Conférences des Universités, UFR d'Odontologie – Montrouge ; Praticien Hospitalier, Assistance Publique-Hopitaux de Paris ; Vice-Doyen de l'UFR d'Odontologie - Montrouge

Pour avoir accepté d'être membre du jury et pour avoir accepté de m'accueillir au sein du laboratoire URB2i

À M. le Docteur Lucien Dupagne ; Docteur en Chirurgie-dentaire ; Maître de Conférences des Universités associé, UFR d'Odontologie-Montrouge ; Praticien Hospitalier, Assistance Publique-Hopitaux de Paris,

Pour avoir accepté de faire partie du jury

À M. le Docteur Thibault Drouhet ; Docteur en Chirurgie dentaire ; Assistant Hospitalo-Universitaire, UFR d'Odontologie - Montrouge

Pour avoir accepté de diriger cette thèse d'exercice et pour son accompagnement sans faille durant toute la rédaction.

À Mme le Docteur Aurélie Benoit à la Guillaume ; Docteur de l'Université Mines ParisTech ; Maître de Conférences des Universités, UFR d'Odontologie – Montrouge

Pour m'avoir aidé lors de la réalisation des tests en laboratoire et aiguillé sur l'organisation de la partie pratique de la thèse

Résumé et indexation en français et anglais

Résumé :

Cette thèse s'articule autour d'un travail de recherche bibliographique au sujet d'un nouveau type de céramique. Les céramiques au silicate de lithium renforcées à la Zirconie (SLZ). Ce travail de recherche sera suivi d'un protocole de test réalisé en laboratoire afin de tester les propriétés mécaniques des échantillons (résistance en flexion, module d'Young, dureté Vickers...) et d'étudier l'influence de l'usinage sur ces mêmes propriétés.

Discipline ou spécialité :

Prothèse dentaires

Mots clés français (fMeSH et Rameau) :

fMeSH : Conception assistée par ordinateur ; Prothèses dentaires

Rameau : CFAO, Systèmes de ; Matériaux dentaires

Forme ou Genre :

fMeSH : Dissertation universitaire

Rameau : Thèses et écrits académiques

Abstract :

This thesis revolves around a bibliographic research work on a new type of ceramic. Zirconia Enriched Lithium Silicate Ceramics (ZLS). This research work will be followed by a laboratory test protocol to test the mechanical properties of the samples (flexural strength, Young's modulus, Vickers hardness, etc.) and the impact of the machining on these properties.

Branches or specialty :

Dental Prosthesis

English keywords (MeSH) :

Computer-Aided Design ; Dental Prosthesis

Publication type (MeSH) :

Academic Dissertation

Liste des abréviations

- SLZ : Céramiques au Silicate de lithium renforcées à la Zirconie
- CFAO : Conception et fabrication assistée par Ordinateur
- CDT : Coefficient de Dilatation thermique
- CAD/ CAM : CFAO en anglais
- EM: Emax
- EMU: Emax Usinée
- S: Suprinity
- SU: Suprinity Usinée
- CDC: Celtra Duo Cuite
- CDCU : Celtra Duo Cuite Usinée
- CD: Celtra Duo
- CDU: Celtra Duo Usinée

Table des matières

INTRODUCTION	3
1 : GENERALITES SUR LES CERAMIQUES	4
1.1 DEFINITIONS.....	4
1.1.1 Un Verre	4
1.1.2 Une céramique	4
1.1.3 Le frittage	4
1.2 HISTOIRE DE LA CERAMIQUE	4
1.3 LES PROPRIETES DES CERAMIQUES.....	5
1.3.1 Le module d'élasticité (Module de Young)	5
1.3.2 La résistance en flexion	6
1.3.3 La ténacité.....	7
1.4 CLASSIFICATION DES CERAMIQUES.....	8
1.4.1 En fonction de la température de frittage (classification traditionnelle)	8
1.4.2 En fonction de la composition chimique.....	8
1.4.3 En fonction du procédé de mise en forme	10
1.5 INDICATIONS DES CERAMIQUES.....	11
1.5.1 Les systèmes céramo-céramiques	11
2 : LES CERAMIQUES SLZ	13
2.1 PRESENTATION DES CERAMIQUES	13
2.1.1 Présentation de l'Emax.....	13
2.1.2 Historique de découverte des SLZ.....	15
2.1.3 Processus de formation et composition	22
2.1.4 Analyse de la microstructure	26
2.2 ANALYSE DES PROPRIETES MECANIQUES	29
2.2.1 Présentation générale des propriétés mécaniques	30
2.2.2 Le module d'Young	32
2.2.3 La ténacité.....	33
2.2.4 La résistance en flexion	35
2.2.5 Le module de Weibull	40
2.2.6 La dureté	42
2.2.7 L'indice de fragilité	45
2.2.8 Le cycle de fatigue	46
2.3 MISE EN ŒUVRE DES CERAMIQUES.....	48

2.3.1	<i>Emax</i>	48
2.3.2	<i>Suprinity</i>	49
2.3.3	<i>Celtra Duo</i>	51
3	TESTS MECANIQUES	57
3.1	INTRODUCTION	57
3.2	MATERIELS ET METHODES	57
3.2.1	<i>Matériel utilisé</i>	57
3.2.2	<i>Préparation des échantillons</i>	58
3.2.3	<i>Machines utilisées</i>	59
3.2.4	<i>Test de flexion 3 points</i>	59
3.2.5	<i>Test de microdureté Vickers</i>	60
3.2.6	<i>Étude par fractographie</i>	60
3.3	RESULTATS	61
3.3.1	<i>Tests de flexion</i>	61
3.3.2	<i>Test de microdureté</i>	62
3.3.3	<i>Analyse par fractographie</i>	63
3.4	DISCUSSION.....	65
3.5	CONCLUSION	66
	CONCLUSION	67
	BIBLIOGRAPHIE	68
	TABLE DES FIGURES	73
	TABLE DES TABLEAUX	74
	ANNEXES	76

Introduction

Depuis le début des années 2000 il y a eu un fort développement dans le domaine des céramiques dentaires. En effet l'évolution de ces matériaux et notamment leurs propriétés mécaniques ont permis d'élargir leurs indications. Ces matériaux au départ associés au métal dans les systèmes céramo-métalliques ont été améliorés afin de pouvoir être utilisés au sein d'un système tout céramique.

L'apparition de la Zirconie puis de l'Emax a permis d'apporter des solutions en termes de propriétés mécaniques et un changement de paradigme avec le collage et la préservation tissulaire.

En parallèle du développement des céramiques il y a eu un fort développement de la CFAO ces dernières années. Cette technologie s'est accompagnée d'un changement dans la pratique clinique en permettant d'y confectionner une prothèse directement.

Dans cette thèse sera abordé un nouveau type de céramique dentaire développée pour une utilisation par CFAO. Il s'agit des céramiques au Silicate de Lithium enrichies à la Zirconie (SLZ). Ces céramiques sont représentées sur le marché par *Celtra Duo*® développée par Dentsply-Sirona et *VITA Suprinity*® développée par VITA.

L'objectif de cette thèse est de présenter ce nouveau type de céramique en détaillant sa microstructure et ses propriétés mécaniques, de comparer Celtra Duo et Suprinity entre elles puis de les comparer à l'Emax. En effet ces deux céramiques sont présentées en tant qu'alternative à l'Emax. L'objectif sera donc de montrer si ces céramiques peuvent effectivement remplacer l'Emax ou avoir d'autres indications. Par la même occasion, sera étudié l'impact de l'usinage sur les propriétés mécaniques de ces céramiques.

Après une présentation générale sur l'histoire et les propriétés des céramiques seront abordées la présentation des SLZ et de leurs propriétés ainsi que leur comparaison entre elles et avec l'Emax puis dans la dernière partie seront exposés les résultats de tests mécaniques qui auront été réalisés au laboratoire afin d'apporter des données complémentaires sur les propriétés mécaniques de Celtra Duo, Suprinity et Emax afin de comparer les valeurs obtenues avec celles retrouvées dans la littérature et celles fournies par les fabricants. Cette thèse se concentrera sur la présentation des propriétés mécaniques des SLZ.

1 : Généralités sur les céramiques

1.1 Définitions

1.1.1 Un Verre

Un verre est un composé minéral fabriqué, à base de silice, qui possède une structure vitreuse, c'est à dire désordonnée. Il est mis en forme à partir d'une poudre agglomérée et consolidée par frittage.

1.1.2 Une céramique

Les céramiques sont des matériaux inorganiques, composés d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures. Les céramiques présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente. Elles sont mises en forme à partir d'une poudre de granulométrie adaptée qui est agglomérée.

1.1.3 Le frittage

Le frittage est un traitement thermique avec ou sans application de pression externe, grâce auquel un système de particules individuelles ou un corps poreux modifie certaines de ses propriétés dans le sens d'une évolution vers un état de compacité maximale (cf. annexe 1).¹

1.2 Histoire de la Céramique

Le passage à des applications buccales a été réalisé en 1774 lorsqu'un apothicaire Français nommé Alexis Duchâteau inventa les premières prothèses totales entièrement en porcelaine.²

Quelques dates clés :

1774 : Alexis DUCHATEAU apothicaire à l'idée de proposer au dentiste parisien DUBOIS DE CHERMENT le remplacement d'une prothèse en Ivoire par de la Porcelaine

1788 : Apparition des premières dents en Porcelaine

1838 : Développement industriel des dents artificielles en porcelaines par SS WHITE aux États-Unis

1886 : Développement des couronnes Jacket aux États-Unis par D.H LAUD

¹ Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie ».

² Commission des dispositifs médicaux de l'association dentaire française, *Les céramo-céramiques*.

1958 : Développement des systèmes céramo-métalliques sur alliages Précieux (WEINSTEIN)

1965 : Utilisation de la céramique alumineuse pour les couronnes Jacket (Mc LEAN)

1970 : Utilisation des alliages non précieux pour les couronnes céramo-métalliques

Apparition de la CFAO

Années 1980 : Développement des vitrocéramiques renforcées à la Leucite

Développement de la CFAO en cabinet dentaire aux USA surtout

1991 : Apparition de la première céramique pressée

1992 : Mise sur le marché du système PROCERA (Nobel Biocare)

1998 : Apparition des céramiques enrichies au Disilicate de Lithium

Années 2000 : Développement des céramiques Monolithiques et CFAO

Apparition des premières Céramiques Cristallines à la Zircon

2005 : Mise sur le marché de l'IPS *e.max*® (Vitrocéramique enrichie au Disilicate de Lithium de chez Ivoclar Vivadent

2014 : Mise sur le Marché des Vitro Céramiques au Silicate de Lithium renforcées à la Zircon (Vita Suprinity® et Celtra DUO® de Sirona) ³

1.3 Les Propriétés des céramiques

1.3.1 Le module d'élasticité (Module de Young)

La mesure de cette valeur permet de déterminer la rigidité du matériau testé.

La rigidité est le rapport qui s'établit entre la contrainte appliquée et la déformation obtenue.

Ce module représente la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100% de la longueur initiale d'un matériau si cette contrainte était réellement appliquée.

Le module d'Young s'exprime au travers de la loi de Hooke qui est :

$$\sigma = E\varepsilon$$

Où : σ est la contrainte (en unité de pression)

E est le module d'Young (unité de pression)

ε est l'allongement relatif ou déformation

Les mesures sont effectuées lors d'un test de traction et l'allongement en fonction de la contrainte peut être mesuré.

³ Vanel, « Impacts des facteurs humains dans l'intégration esthétique d'un élément céramique ».

Le diagramme Contrainte/Déformation (cf. figure 1) qui permet de déterminer le module d'Young est ensuite obtenu. Cette courbe présente différentes parties en fonction des propriétés des matériaux. Une première partie linéaire appelée phase élastique pendant laquelle le matériau se déforme de manière réversible. Puis une deuxième partie appelée phase plastique où le matériau se déforme de manière permanente.

Le module est représenté sur ce diagramme par la pente initiale de la courbe (phase élastique).

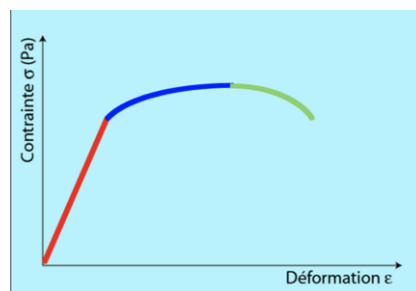
Au-delà d'un certain point il existe une différence entre deux types de matériaux.

Les **Matériaux Fragiles** dont les céramiques qui cassent au-delà d'une certaine contrainte (pas de phase plastique qui suit la phase élastique, le point de rupture du matériau se situe avant de pouvoir atteindre la phase plastique).

Les **Matériaux Ductiles** comme les métaux qui se déforment de manière permanente (phase plastique qui suit la phase élastique avec absence de fracture mais transition vers une déformation permanente le point de rupture se situe après la phase plastique).

Les céramiques se caractérisant par leur fragilité elles ne peuvent pas s'adapter à une déformation de plus de quelques micromètres.

Figure 1 : Diagramme Contrainte/Déformation obtenu lors d'un test de traction



Source : Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie », 2010.

1.3.2 La résistance en flexion

Cette propriété est utilisée fréquemment pour évaluer le comportement mécanique des céramiques.

Plusieurs tests mécaniques sont utilisés pour évaluer cette valeur :

La flexion 3 point et la flexion bi-axiale.

Ces tests permettent de déterminer la contrainte à la rupture, exprimée en Méga Pascal (MPa).⁴

⁴ Dejou, « Les céramiques ».

1.3.3 La ténacité

Elle peut se définir comme : la propriété d'un matériau possédant à la fois une forte résistance à la rupture et une faible aptitude à la propagation des fissures.

Le test de ténacité permet de mesurer l'énergie nécessaire pour fracturer un matériau. Ce test consiste à soumettre la pièce d'un matériau à un choc dans des conditions expérimentales standardisées. Elle est mesurée par le coefficient d'intensité de contrainte K_{Ic} (exprimé en $\text{MPa}/\text{m}^{1/2}$). Plus ce coefficient est élevé plus la taille de la fissure critique engendrant une rupture totale du matériau sera importante.

Elle est d'environ 0,7 à 0,10 pour les céramiques (100 pour un acier).

L'énergie nécessaire pour fracturer les céramiques est faible du fait de leur comportement fragile. Les matériaux ductiles du fait de leur capacité à se déformer de manière permanente nécessitent une énergie beaucoup plus importante avant leur rupture. Une ténacité élevée est associée à la possibilité d'espérer une durée de vie plus importante de la restauration prothétique en bouche (cf. annexe 2).⁵

1.3.4 Les propriétés thermiques

Les céramiques sont des isolants thermiques (conductivité = $0,01 \text{ J/s/cm}^2 (\text{°C/cm})$).

Le coefficient de dilatation thermique (CDT) est caractéristique des variations dimensionnelles d'un échantillon de matériaux en fonction de l'élévation de la température.

De nombreux autres facteurs peuvent avoir une influence sur les propriétés des céramiques comme le taux de porosité, la température et le cycle de cuisson, les contraintes internes ou encore la microstructure des céramiques.

Le tableau ci-dessous résume quelques-unes des propriétés détaillées ci-dessus :

⁵ Dejou. « Les céramiques ».

Tableau 1 : Propriété des céramiques d'infrastructure

Type	Coefficient de dilatation thermique (10^{-6} C^{-1}) [entre 25 et 500°C]	Résistance à la flexion (MPa)	Ténacité K_{Ic} (Mpa. $\text{m}^{1/2}$)	Module d'élasticité (Gpa)	Solubilité chimique $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Température de frittage (°C)
Céramique vitreuse Disilicate de lithium	9 - 10,5	250 - 350	1	90 - 110	10-50	900 - 1000
Céramique vitreuse leucite	11,6 - 17	100 - 160	0,7 - 1	60 - 80	10-70	940 - 1180
Céramiques infiltrées	7,0 - 8,0	350 - 600	2,5 - 5,5	255 - 285	< 1150	1130 - 1140*
Céramique polycristalline Al_2O_3	7,5 - 8,5	450 - 650	3 - 6	350 - 400	< 200	> 1400
Céramique polycristalline ZrO_2	10 - 11	900 - 1250	7 - 10	200	< 20	> 1350

Source : Commission des dispositifs médicaux de l'association dentaire française, Les *céramo-céramiques*, 2^e édition, 2011.

Les propriétés des céramiques cosmétiques sont à retrouver en Annexe 3 (cf. annexe 3)

1.4 Classification des céramiques

1.4.1 En fonction de la température de frittage (classification traditionnelle)

- Haute température de frittage (ou de fusion) : 1290 °C à 1390 °C (dents des prothèses amovibles)
- Moyenne température de frittage : 1090 °C à 1260 °C (Jackets cuites sur platine)
- Basse température de frittage : 870 °C à 1065 °C (Céramiques cosmétiques)
- Très basse température de frittage : 660 °C à 780 °C (Émaillage du titane et des alliages précieux en or)⁶

1.4.2 En fonction de la composition chimique

1.4.2.1 Céramiques feldspathiques

Elles sont traditionnellement utilisées pour l'émaillage des couronnes céramo-métalliques. Ce sont les premiers matériaux utilisés en prothèse dentaire.

L'ajout de leucite augmente leur résistance mécanique mais aussi leur coefficient de dilatation thermique (CDT). La différence trop importante avec le CDT du métal réserve ces céramiques pour des restaurations entièrement en céramiques.

⁶ Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie ».

1.4.2.2 Vitrocéramiques

Les vitrocéramiques sont des matériaux mis en forme à l'état de verre puis traités thermiquement pour obtenir une cristallisation contrôlée et partielle.

C'est une structure biphasée avec une matrice vitreuse et des cristaux dispersés.

La cristallisation est obtenue par germination à partir d'oxydes lors d'un traitement thermique.

1.4.2.3 Céramiques alumineuses

Elles contiennent une proportion importante d'Alumine dans le but de les renforcer.

Il en existe deux types, leur matrice est soit totalement cristalline (Système Procera®) soit constituée par du verre infiltré (Système In-Ceram®).

1.4.2.4 Céramiques à base d'oxyde de Zirconium (Zircone)

Ce sont des céramiques totalement cristallines. Apparues plus récemment à partir des années 2000, elles sont mises en œuvre par CFAO. Leur biocompatibilité est excellente, elles possèdent une résistance très élevée et leurs propriétés optiques leur ont permis d'être considérées comme une alternative aux alliages métalliques des restaurations céramo-métalliques.

Les propriétés mécaniques de la zircone sont plus élevées que celles des autres céramiques.

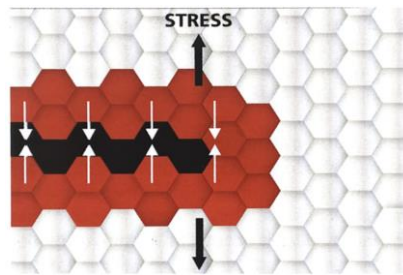
Elles cristallisent dans trois types de réseaux en fonction de leur température : cubique, tétragonale et monoclinique en fonction de la température atteinte lors de la formation puis du refroidissement.

Au moment du refroidissement il y a passage de la phase tétragonale vers la phase monoclinique ce qui provoque une expansion de 3 à 4% du matériaux qui engendre des contraintes et fragilise le matériau. Pour pallier ce problème, 3 % d'oxyde d'Yttrium (Y2O3) ont été rajoutés dans la composition de la céramique afin de stabiliser la zircone en phase Tétragonale. Cela a permis d'obtenir de la Zircone partiellement stabilisée (Y-TZP), qui ne comporte pas à température ambiante de cristaux monocliniques. Par ailleurs lors de la propagation de fissures il y a transformation des cristaux tétragonaux en cristaux monocliniques. Cette propriété confère à la zircone des propriétés mécaniques supérieures aux autres céramiques. Cela permet à la Zircone d'être la céramique présentant la plus haute ténacité.^{7 8}

⁷ Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie ».

⁸ Helfer, « Étude des matériaux de reconstruction prothétique odontologique en salive artificielle ».

Figure 2 : Propagation d'une fissure dans la zircone



Source : Commission des dispositifs médicaux de l'association dentaire française, *Les céramo-céramiques*, 2^e édition, 2011.

1.4.3 En fonction du procédé de mise en forme

1.4.3.1 Avec armature métallique

Un support de cuisson métallique est utilisé sur lequel la rétraction de frittage va être stoppée grâce à la plasticité de la phase vitreuse. Il a également pour fonction de renforcer la prothèse

1.4.3.2 Sans armature métallique

Cuisson sur revêtement

A peu près toutes les céramiques peuvent être frittées sur un revêtement compatible et chimiquement inerte.

Coulée et vitrocéramisation

La mise en forme s'effectue par coulée à la cire perdue identique à celui permettant l'obtention de pièces métalliques. Elle conduit à la formation d'une structure cristalline de type Mica.

Injection

La réalisation de ce type de céramique fait appel à un piston qui après chauffage de la céramique à différents paliers de températures va l'injecter sous pression dans la cavité d'un moule en matériau réfractaire ayant la forme de l'élément prothétique à réaliser.

Seules les vitrocéramiques sont fabriquées via ce procédé.

Les Céramiques infiltrées

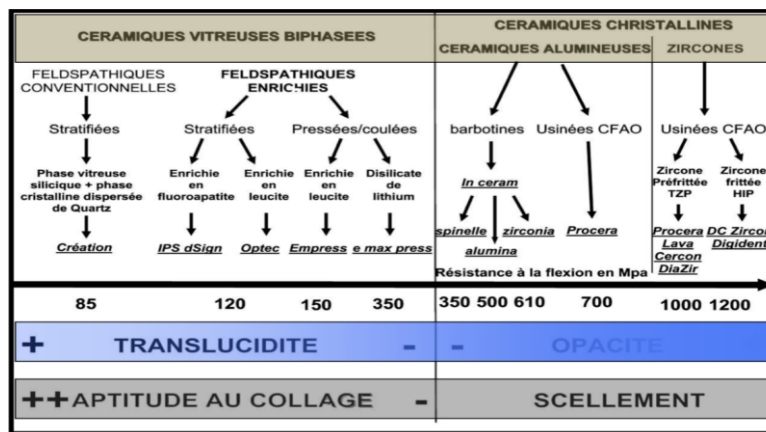
Il s'agit du procédé In-Ceram[®]. Cette technique consiste en l'élaboration d'une structure en céramique pré-frittée poreuse (la barbotine). C'est une suspension de grains d'alumine qui va être déposée au pinceau ou par trempage sur le MPU dupliqué en plâtre spécial. Une première cuisson permet le

frittage des grains d'alumine à 1120 °C. Une seconde étape consiste en l'infiltration de cette structure poreuse par du verre à température élevée

L'Usinage

Il s'agit d'un procédé de mise en forme qui fait appel à la CFAO et au cours duquel un bloc de céramique usiné industriellement va être réusiné en laboratoire ou au cabinet dentaire après prise d'une empreinte numérique et conception d'un modèle numérique. Les blocs sont soit pré-frittés soit totalement frittés. Les zircons ne peuvent être mis en forme que par ce procédé.¹

Figure 3 : Présentation des différentes céramiques



Source : Helfer, « Étude des matériaux de reconstruction prothétique odontologique en salive artificielle », 2012.

1.5 Indications des céramiques

1.5.1 Les systèmes céramo-céramiques

Le développement des céramiques a permis d'envisager de nouvelles indications pour ces dernières. En effet avant les années 1980 les céramiques développées ne possédaient pas les propriétés mécaniques suffisantes pour se passer du métal et leur utilisation devait se limiter à de l'émaillage de métal. Néanmoins l'apparition en 1992 du système PROCERA (céramique polycristalline à base d'Alumine) puis le développement de la Zircone au début des années 2000 a permis de changer de paradigme et étendre les indications cliniques des céramiques. Les propriétés mécaniques des céramiques sont devenues suffisantes pour supporter les charges occlusales et cela répondait en plus à des préoccupations esthétiques puisqu'il n'y avait plus besoin de cacher le métal sous-jacent.

¹ Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie ».

D'autres part le développement de nouvelles céramiques comme le disilicate de lithium, associée aux progrès concernant le collage ont permis d'envisager des restaurations moins délabrantes, nécessitant des restaurations plus petites et partielles. Les facettes, les onlays, les inlays... sont autant de restaurations faisant appel au tout céramique.

Tableau 2 : Les différentes céramiques et leurs indications

Type de céramique	Inlay	Onlay	Facette	Couronne dent ant	Couronne dent post	Couronne sur implant	Pilier implant	Bridg collé (ant)	Bridg collé (post)	Bridge (ant)	Bridge (post)
Céramiques vitreuses enrichies	Vert	Vert	Vert	Vert	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge
Céramique au silicate de lithium	Rouge	Vert	Vert	Vert	Orange	Orange	Rouge	Vert	Rouge	Vert	Rouge
Céramiques infiltrées de verre	Spinell	Rouge	Rouge	Vert	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge	Rouge
	Alumina	Rouge	Rouge	Vert	Vert	Vert	Rouge	Orange	Rouge	Vert	Orange
	Zirconia	Rouge	Rouge	Vert	Vert	Vert	Rouge	Orange	Rouge	Vert	Vert
Céramiques polycristallines	Zircone	Rouge	Rouge	Vert	Vert	Vert	Vert	Orange	Vert	Vert	Vert
	Alumine	Rouge	Rouge	Vert	Vert	Vert	Rouge	Orange	Rouge	Vert	Orange

Source : Commission des dispositifs médicaux de l'association dentaire française, *Les céramo-céramiques*, 2^e édition, 2011.

Depuis sa création dans les années 80, elle n'a cessé de se développer. Les céramiques comme la zircone ne peuvent être mises en forme que via ce procédé. La réalisation de restaurations céramiques que ce soit en technique directe ou indirecte se développe de plus en plus et s'ancre dans la pratique quotidienne. De par sa conception le Système CFAO fait appel au système tout céramique. Les nouvelles céramiques silicate de lithium renforcées à la Zircone rentrent dans la catégorie des restaurations usinables par CFAO et offrent de nouvelles opportunités d'utilisations des céramiques dentaires.

2 : Les céramiques SLZ

Tout au long de cette partie seront exposées les propriétés de l'Emax puis celles des SLZ.

2.1 Présentation des Céramiques

2.1.1 Présentation de l'Emax

La céramique au disilicate de lithium a été développée par IVOCLAR-VIVADENT qui la commercialise sous la marque déposée IPS e.max[®]

C'est un dispositif médical de Classe IIA avec le marquage CE0123.

Elle existe sous trois formes IPS e.max CAD pour l'utilisation en CFAO et IPS e.max Press dans le cadre d'une réalisation en laboratoire de prothèse en ce qui concerne le disilicate de lithium et IPS e.max ZirCAD pour la zircone.

Ici ne sera traitée que la version IPS e.max CAD au disilicate de lithium.

IPS e.max CAD est un bloc de vitrocéramique au disilicate de lithium (LS₂) conçu pour la technologie CAD/CAM.⁹

Elle est sortie sur le marché en 2005 et reste la seule céramique du marché de ce type.

Face à la zircone sortie en 2002 elle s'est vite imposée en tant que céramique complémentaire avec une esthétique accrue et des propriétés mécaniques inférieures à la zircone.

En effet dans le cadre d'un système tout céramique elle a pu se placer sur des indications où l'esthétique était plus fondamentale et a permis d'accroître l'intégration des restaurations céramiques dans l'esthétique du sourire.

Les blocs IPS e.max CAD existent en :

LT (basse translucidité) pour les couronnes et onlays, **HT** (haute translucidité) pour les inlays, **MT** (moyenne translucidité) pour les facettes, couronnes partielles et couronnes en technique de maquillage ou de cut-back, **MO** (Medium Opacity) indiqués pour la fabrication d'armatures sur préparations légèrement colorées, **Impulse** : Ces blocs sont indiqués pour les facettes en teintes claires pour lesquelles un effet opalescent est nécessaire

⁹ Ivoclar-Vivadent, « Mode d'emploi Emax ».

Le bloc peut être usiné à sa phase intermédiaire cristalline dans un appareil CFAO. Les teintes des blocs IPS e.max CAD, caractéristiques du système, vont du presque blanc au gris en passant par le bleu. Cette teinte est le résultat de la composition et de la microstructure de la vitrocéramique. La résistance à la flexion du matériau dans sa phase intermédiaire est ≥ 130 MPa. Après usinage des blocs IPS e.max CAD, la restauration subit une cristallisation dans un four de cuisson céramique Ivoclar Vivadent. Lors du processus de cristallisation, une croissance contrôlée des cristaux de disilicate de lithium entraîne une transformation de la microstructure du matériau IPS e.max CAD. Cette rétraction du matériau de 0,2 % est compensée par le logiciel CAD lors de l'usinage. Cette transformation de la microstructure permet d'obtenir les caractéristiques physiques définitives du matériau comme la résistance à la flexion ≥ 530 MPa (valeur moyenne typique) et les propriétés optiques attendues.

Indications

- Facettes occlusales (table tops) – Facettes pelliculaires
- Inlays, Onlays, Overlay
- Couronnes peu invasives dans la zone antérieure et postérieure
- Couronnes dans la zone antérieure et postérieure
- Bridges 3 éléments antérieurs
- Bridges trois éléments en zone prémolaire jusqu'à la deuxième prémolaire

Les différents types de blocs et leur indication sont regroupés dans **l'annexe 4**.

Contre-indications

Bridges-inlays, Bridges à ailettes, Bridges Maryland, Largeur du pontic en zone antérieure > 11 mm, Largeur du pontic en zone prémolaire > 9 mm, Insertion provisoire des restaurations IPS e.max CAD, Stratification totale de couronnes postérieures, Préparations sous-gingivales très profondes, Patients ayant une édentation partielle importante, Bruxisme

2.1.2 Historique de découverte des SLZ

2.1.2.1 Découverte des SLZ

Le développement progressif des céramiques a conduit à la création d'un nouveau type de céramique : Les céramiques au silicate de Lithium renforcées à la Zirconie (SLZ).

Les SLZ appartiennent à une nouvelle génération de matériaux développés pour la CFAO. Le constat qui a abouti au développement de ce nouveau matériau concernant les céramiques déjà présentes sur le marché et notamment l'Emax et la zirconie est qu'il existait une dualité entre le choix d'une restauration esthétique et d'une restauration mécaniquement résistante comme la zirconie. Ainsi le développement de ce nouveau matériau est parti de la volonté de créer une nouvelle céramique avec de meilleures propriétés optiques tout en offrant des propriétés mécaniques supérieures à l'Emax et donc de créer une nouvelle céramique avec des indications élargies par rapport aux céramiques déjà existantes. Une première étude datant de 2013¹⁰, a joué les précurseurs dans la découverte de ce nouveau matériau. En effet Krüger S. et ses collaborateurs sont partis de l'étude des céramiques à base de disilicate de lithium pour étudier l'impact du rajout de différents éléments dans la structure de ces céramiques. Ils ont commencé par étudier et tester le métasilicate de lithium qui à ce stade peut être pressé ou usiné grâce à ses propriétés mécaniques plus faibles ce qui facilite sa mise en forme (résistance mécanique plus faible que le disilicate de lithium). L'addition de métal et de pentoxyde de phosphate (P205) au disilicate de lithium ont fourni la possibilité de contrôler la nucléation et la croissance des cristaux ce qui a provoqué une modification de la microstructure et des propriétés mécaniques.

Les chercheurs se sont donc penchés par la suite sur le ZrO₂ qui a ensuite été incorporé à des concentrations, de 4, 10, 20 % pour combiner les propriétés thermomécaniques avec les propriétés optiques.⁷ En effet puisque l'incorporation d'oxyde peut avoir un impact sur la microstructure de la vitrocéramique, ils ont voulu observer l'impact de l'apport de la zirconie sur des propriétés mécaniques de la vitrocéramique.

Leur étude a montré que : la taille des cristaux de métasilicate obtenus à haute température était plus petite en présence de ZrO₂ et augmentait avec l'augmentation de la température mais diminuait avec l'augmentation du taux de ZrO₂.

¹⁰ Krüger et al., « Nucleation kinetics of lithium metasilicate in ZrO₂-bearing lithium disilicate glasses for dental application ».

La SLZ combine les propriétés mécaniques de la zircone avec les propriétés optiques des vitrocéramiques.¹¹

La SLZ est représentée sur le marché par la céramique *Celtra Duo*® développée par Dentsply-Sirona et *Suprinity*® développée par VITA.

Suprinity est vendue dans un état pré-cristallisé. Par conséquent, le traitement pour la CFAO est comparable à l'Emax (cristallisation finale pour atteindre la densité finale), alors que Celtra Duo peut être utilisée directement après usinage.¹²

Les microstructures de ces deux matériaux sont similaires mais il existe de légères différences. Par exemple Suprinity possède de l'oxyde de Potassium (K₂O : 1 à 4 % vol) tandis que Celtra Duo possède de l'oxyde de Terbium (1 % vol).¹³

2.1.2.2 Présentation de Suprinity

Suprinity est une vitrocéramique au silicate de lithium enrichie avec de la Zircone (SLZ) tout comme Celtra Duo.

Elle a été développée en collaboration avec Degudent GmbH et l'institut Fraunhofer pour la recherche sur les silicates (ISC).

Elle a été mise sur le marché par VITA en 2013.

C'est une céramique destinée à la CFAO.

Disponible en blocs monochromes en deux niveaux de translucidité (T, HT).

VITA Suprinity PC est un dispositif médical de classe IIA vendu avec le marquage CE 0124.

Concernant la biocompatibilité l'ensemble des tests ont été menés par la NAMSA (North American Science Associates Inc.). Suprinity a été jugé biocompatible dans tous ces domaines (cytotoxicité, sensibilisation, irritation, toxicité, génotoxicité).¹⁴

Indications conseillées par le fabricant, Réalisation en CFAO :

- Couronnes postérieures, Couronnes antérieures
- Inlays, Onlays, Overlays
- Restaurations unitaires en secteur antérieur et postérieur sur piliers implantaires
- Facettes

Il s'agit d'indications conseillées, toutes les restaurations de types unitaires sont possibles.

¹¹ Zarone et al., « Current status on lithium disilicate and zirconia : a narrative review ».

¹² Belli et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 1 : measurement of elastic constants and microstructural characterization ».





¹³ Rizo-Gorrita et al., « Comparison of cytomorphometry and early cell response of human gingival fibroblast (HGFs) between zirconium and new zirconia-reinforced lithium silicate ceramics (ZLS) ».

¹⁴ VITA, « Mode d'emploi Suprinity ».

Contres indications :

- Parafonctions, Bridges, Stratification

Tableau 3 : Indications conseillées par le fabricant en fonction de la translucidité du matériau

Degré de translucidité	Technique de mise en œuvre		Indications			
	Technique de maquillage	Technique de réduction	Onlay / Inlay / Couronnes partielles	Facette	Couronnes	Couronnes sur implants
						
T	●	●	○	○	●	●
HT	●	○	●	●	○	○

● conseillé ○ possible

Source : VITA, « Mode d'emploi Suprinity », 2013.

Processus de fabrication :

La fabrication de lingotins en céramique de disilicate de lithium dopés au dioxyde de zirconium s'effectue en trois étapes. Après la première étape, dite étape de mise en forme, le bloc est à l'état vitreux. À ce stade, le matériau compte tenu de sa fragilité, n'est pas apte à l'usinage. C'est pourquoi les blocs subissent un traitement thermique industriel. Après la nucléation initiale les premiers cristaux se forment et commencent à grossir. Le verre acquiert de plus en plus les propriétés de la céramique et l'usinage à ce stade est également possible avec des instruments adéquats avec un gain de temps et d'argent. C'est uniquement après la cristallisation finale du bloc (cuisson au four) que la céramique obtiendra ses propriétés physiques et esthétiques définitives.

La restauration après la cuisson de cristallisation a un aspect trop translucide, il est possible d'accentuer l'opacité en effectuant une deuxième cuisson identique.

Ainsi contrairement à Celtra Duo, il est nécessaire de cuire la céramique avant utilisation.¹⁵

Lors de l'usinage Suprinity semble subir plus des microfractures que Celtra Duo du fait de l'état précristallisé.¹⁶

¹⁵ VITA. « Mode d'emploi Suprinity ».

¹⁶ Badawy, El-Mowafy, et Tam, « Fracture toughness of chairside CAD/CAM materials - Alternative loading approach for compact tension test ».

2.1.2.3 Présentation Celtra Duo

Celtra Duo fait partie d'une nouvelle génération de céramiques dentaires appelées Céramiques au Silicate de Lithium renforcées à la zircone (SLZ).

Elle est commercialisée depuis 2014 par Dentsply-Sirona et fabriquée par le laboratoire Degudent GmbH en Allemagne. Elle est créée pour une utilisation par CFAO.

Il s'agit d'une céramique dentaire de type II (Classe 2A) dans la classification des dispositifs médicaux et qui répond aux critères de la norme DIN EN ISO 6872.

Son coefficient de dilatation thermique (CDT) est de 11,6 10⁻⁶K⁻¹.¹⁷

C'est un matériau totalement cristallisé qui peut être utilisé de deux manières :

Usiné puis poli

Usiné, poli puis cuit une nouvelle fois

En effet le fabricant permet son utilisation directement après usinage mais néanmoins une cuisson secondaire permet d'augmenter les propriétés mécaniques.

Bien que le traitement thermique ne soit pas nécessaire pour la cristallisation de Celtra Duo la résistance en flexion de la Celtra Duo cuite est bien meilleure que la céramique non cuite secondairement.¹⁸

Celtra Duo est commercialisée sous la forme HT (Haute Translucidité) et LT (Basse translucidité)

Par ailleurs Celtra Duo étant fournies dans un état pleinement cristallisé, elle est moins susceptible à des fractures lors de la préparation des échantillons pour les tests, comparé à l'Emax.¹⁹

Indications :

Celtra Duo est indiquée pour des restaurations unitaires « tout céramique » de type : couronnes antérieures, couronnes postérieures, inlays, onlays et facettes.²⁰

Celtra Duo peut être utilisée pour réaliser des restaurations monolithiques.

Il n'y a pas de différence d'adaptation des couronnes pour Celtra Duo entre la réalisation ou non d'un second protocole de cristallisation après usinage.²¹ En effet il n'y a pas de variation dimensionnelle de la pièce usinée après cuisson selon le fabricant. Par ailleurs, bien que les propriétés de ce matériau aient été étudiées en laboratoire, les indications, doivent être choisies avec une observation stricte des indications d'usinage et de collage fournies par le fabricant.

¹⁷ Dentsply-Sirona, « Mode d'Emploi Celtra Duo ».

¹⁸ D'Arcangelo et al., « Wear properties of dental ceramics and porcelains compared with human enamel ».

¹⁹ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ».

²⁰ Dentsply Sirona, « Technical monograph Celtra Duo ».

²¹ Zimmermann et al., « Digital evaluation of the fit of zirconia-reinforced lithium silicate crowns with a new three-dimensional approach ».

Contre-Indications:

Parafonctions

Procédé de fabrication au choix :

Les blocs de Celtra Duo sont coulés en une pièce homogène.

Fondée sur la technologie des verres, une pression continue est appliquée dans la fabrication pour créer les blocs. Le matériau étant entièrement cristallisé durant le processus de fabrication, il ne nécessite pas de cuisson après usinage. Au cours de la fabrication, la zircone est dissoute dans la phase vitreuse (amorphe), ce qui construit la matrice pour les cristaux de silicate de lithium.

La présence de dioxyde de zircone en phase dispersée dans la phase vitreuse empêche la cristallisation de la zircone mais permet néanmoins de jouer le rôle de centre nucléation pour la phase cristalline et permet la formation de cristaux plus nombreux et plus petits avec une énergie plus faible du fait de paramètres thermodynamiques favorables.^{22 23}

Les cristaux formés font approximativement 0,6 à 0,8 µm alors que ceux présents dans l'Emax font plus de 1µm (jusqu'à 2,5µm) de long. La structure ultrafine permet aux blocs de Celtra Duo d'être fabriqués dans un état final pleinement cristallisé qui se rapproche de la teinte de la dent et permet un polissage plus facile dans un état pleinement cristallisé.

Le praticien peut choisir le processus de fabrication :

Option 1 : Usinage et polissage

Ceci est particulièrement approprié pour le traitement au fauteuil, car la pièce finale est disponible après un temps de fraisage de seulement 10 à 22 minutes. Les restaurations usinées ont une résistance en flexion de 210 MPa.

Option 2 : Usinage et cuisson

Cependant une cuisson supplémentaire et du glaçage augmenteront la résistance en flexion du matériau à 370 MPa.

L'option 2 permet plus de flexibilité

-Technique de cuisson par voie humide :

Usinage > Maquillage et glaçage > Cuisson > Pose en bouche

-Technique de cuisson par voie sèche :

²² Krüger et al., « Nucleation kinetics of lithium metasilicate in ZrO₂-bearing lithium disilicate glasses for dental application ».

²³ Belli et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 1 : measurement of elastic constants and microstructural characterization ».

Usinage > Polissage > Cuisson > Pose en bouche

Ces propriétés permettent en particulier la fabrication au fauteuil de restaurations entièrement céramiques dans la région postérieure²⁴

Tableau 4 : Valeur des résistances en flexion (bi-axiales et uni-axiales) fournies par le fabricant

	3-point- bending strength	biaxial flexure strength **
Celtra Duo only polished	210 MPa*	413 MPa**
Celtra Duo healing firing 820°C	370 MPa*	560 MPa**

*In-house measurements Dentsply Sirona
** Justus-Liebig-Universität Gießen (see bar diagram on the right)

Source : Dentsply Sirona, « Documentation technique : Celtra® Duo », 2017.

Effet de la Cuisson

Il faut rappeler que la cuisson est nécessaire pour Suprinity alors qu'elle est optionnelle pour Celtra Duo car cette dernière est vendue dans un état déjà cristallisé contrairement à Suprinity.

Les propriétés mécaniques des céramiques cuites sont supérieures à celles des céramiques non cuites. L'augmentation des propriétés mécaniques est due au fait que la cristallisation modifie la microstructure de la céramique avec notamment une croissance de la taille des cristaux de disilicate de lithium, permet de réparer les défauts issus de l'usinage.

En effet durant la phase de cuisson, lorsque la phase de transition vitreuse est atteinte, la céramique se transforme et devient un liquide visqueux, cependant pas assez visqueux pour perdre la forme de la restauration. Ainsi la phase vitreuse permet de combler les défauts créés par l'usinage. Après la cuisson lors du refroidissement du matériau il y a une augmentation des propriétés mécaniques. C'est ce qui explique le passage de 210 MPa à 370 MPa de résistance en flexion 3 points.

Le polissage est plus compliqué après cuisson avec un risque d'altération de la surface.²⁵

²⁴ Dentsply Sirona, « Celtra Duo - Documentation technique ».

²⁵ Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

Tableau 5 : Présentation des différentes propriétés mécaniques de Celtra Duo et Suprinity avant et après cuisson

Table 2 – Weibull modulus (m), confidence interval of Weibull modulus (CI), characteristic strength (σ_0) of the materials, with minimum–maximum values (MPa), Vickers hardness (GPa), fracture toughness (K_{IC}), and average crack length (μm).				
	Sunf	Sfir	Cunf	Cfir
m	7.07	5.38	5.86	5.77
CI (lower–upper)	6.24–8.00	4.01–7.23	5.10–6.74	4.29–7.76
σ_0 (MPa)	106.95	191.02	163.86	251.25
σ_0 minimum– σ_0 maximum	100.94–113.33	178.10–204.89	153.21–175.26	235.36–268.21
Vickers hardness (GPa)	597.533 \pm 33.97 ^B	683.267 \pm 16.07 ^A	682.400 \pm 15.31 ^A	693.333 \pm 10.85 ^A
K_{IC} (MPa m ^{1/2})	2.21 \pm 0.11 ^a	2.63 \pm 0.14 ^a	2.26 \pm 0.80 ^a	2.51 \pm 0.59 ^a
Average crack length (μm)	55.77 \pm 1.59	52.10 \pm 0.61	52.14 \pm 0.58	51.72 \pm 0.40

Note: Different capital and lower case letters mean statistically significant differences for Vicker's hardness and fracture toughness means, respectively.

Sunf : Suprinity non cuite Sfir : Suprinity cuit Cunf : Celtra Duo non cuite Cfir : Celtra Duo cuite

Source : Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics », 2018.

Même si les différents articles ne sont pas en accord concernant l'effet de la cuisson sur la dureté, une tendance se dégage concernant l'augmentation de la dureté par la cuisson.²⁶ Par ailleurs le module d'Young ne semble pas affecté par la cuisson et reste statistiquement similaire à celui de l'Emax (cf. Tableau 6). De plus Celtra Duo présente également des propriétés mécaniques supérieures aux céramiques hybrides.

Tableau 6 : Comparaison entre la résistance en flexion 3 points, le module d'Young et la dureté entre différents matériaux céramiques

Table 2 – Flexural strength, modulus of elasticity, and hardness of CAD/CAM restorative materials.			
Material	Flexural strength (MPa) (mean \pm SD)	Elastic modulus (GPa) (mean \pm SD)	Hardness (HV) (mean \pm SD)
Paradigm MZ100	189.7(28.2) ^{a,b}	14.1(1.0) ^{a,b}	102.9(3.3) ^b
Cerasmart	234.5(24.8) ^b	12.1(0.8) ^a	62.2(9.9) ^a
LAVA Ultimate	248.4(24.5) ^{b,c}	16.0(2.6) ^b	102.3(14.5) ^b
Enamic	202.1(17.9) ^{a,b}	21.5(1.6) ^c	157.2(14.0) ^c
Celtra Duo	300.1(16.8) ^c	61.0(10.0) ^d	463.5(26.6) ^d
Celtra Duo fired	451.4(58.9) ^e	63.6(3.3) ^d	595.1(37.6) ^e
e.max CAD	376.9(76.2) ^d	67.2(1.3) ^d	452.9(16.2) ^d

Materials labeled with similar letters in each column are not statistically different.

Source : Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials », 2016.

2.1.3 Processus de formation et composition

2.1.3.1 Composition chimique de l'Emax

Tableau 7 : Composition chimique de l'Emax

Standard composition	(in % by weight)
SiO ₂	57.0 – 80.0
Li ₂ O	11.0 – 19.0
K ₂ O	0.0 – 13.0
P ₂ O ₅	0.0 – 11.0
ZrO ₂	0.0 – 8.0
ZnO	0.0 – 8.0
Al ₂ O ₃	0.0 – 5.0
MgO	0.0 – 5.0
Colouring oxides	0.0 – 8.0

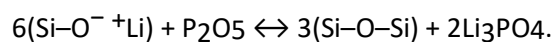
Source : Pustan, et Belcin, « Tribology in Industry », 2009.

2.1.3.2 Processus de formation de l'Emax

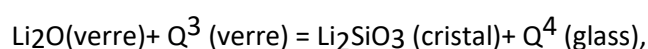
Processus de formation des céramiques à base de disilicate de lithium :

Dans ces matériaux un premier traitement thermique du verre initial résulte en la formation de métasilicate de lithium alors qu'un second traitement thermique conduit à la vitrocéramique finale avec une microstructure comprenant des cristaux de disilicate de lithium

Les premiers cristaux formés sont des cristaux d'Orthophosphate de lithium à partir de la phase vitreuse à la température 476 °C selon la réaction suivante où le P₂O₅ joue le rôle d'agent de nucléation :



Le métasilicate de lithium qui est la phase prédominante dans les blocs précristallisés possède une énergie d'activation inférieure à une température comprise entre 550 et 750°C) et la cristallisation s'opère de deux manières :

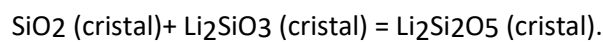


Cette première cristallisation du métasilicate permet de renforcer partiellement les blocs pour l'usinage et joue le rôle de centre d'initiation de la cristallisation pour la formation de disilicate de

lithium. A partir de 730 °C il commence à y avoir la formation de disilicate de lithium selon le processus suivant :



Le métasilicate disparaît entièrement au-delà de 780°C et les cristaux de disilicate continuent de croître jusqu'à la température de 840°C. Quant aux cristaux d'orthophosphate ils continuent de croître jusqu'à 860°C. Certains auteurs montrent la présence d'un mécanisme complémentaire avec la formation de cristaux de cristobalite (SiO₂) qui permettent d'obtenir également du disilicate de lithium selon la formule suivante ²⁷ :



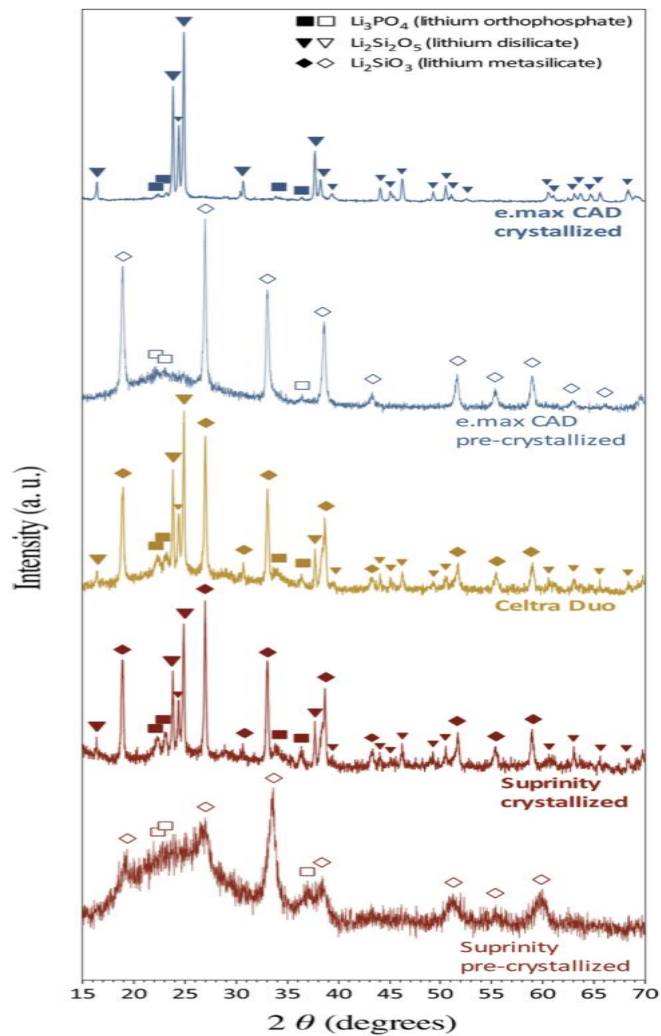
2.1.3.3 Processus général de formation des SLZ

Elle consiste en une céramique qui possède une double microstructure et est composée de particules très fines de cristaux de métasilicate de lithium et de disilicate de lithium avec une matrice vitreuse contenant de l'oxyde de zirconium hautement dispersée. Le ZrO₂ agit comme un agent de nucléation pour le métasilicate en fournissant une surface amorphe qui déclenche une cristallisation hétérogène. Au cours de ce processus la zircone n'est pas intégrée dans la structure cristalline du métasilicate de lithium. En effet l'analyse par diffraction à rayons X ne montre pas la présence de zircone ce qui suggère que la zircone ne cristallise pas et reste présente dans la phase vitreuse car cette technique permet de mettre en avant les cristaux (cf. figure 4). La zircone en créant des liaisons avec le métasilicate de lithium inhibe la formation de cristaux de disilicate de lithium et l'ajout de ces oxydes a pour but d'augmenter les propriétés mécaniques de la céramique.²⁸ En effet la présence de zircone réduit la taille et le nombre des cristaux ce qui améliorerait les propriétés optiques (meilleure translucidité) par rapport à l'emax et par ailleurs la zircone présente dans la phase vitreuse renforcerait les propriétés mécaniques par rapport à l'Emax.

²⁷ Belli et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 1 : measurement of elastic constants and microstructural characterization ».

²⁸ Rizo-Gorrita et al., « Comparison of cytomorphometry and early cell response of human gingival fibroblast (HGFs) between zirconium and new zirconia-reinforced lithium silicate ceramics (ZLS) ».

Figure 4 : Analyse par Diffraction aux Rayons X de la microstructure de Suprinity, Celtra Duo et Emax dans les états cristallisés et précristallisés (sauf pour Celtra Duo)



Source : Belli et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 1 : measurement of elastic constants and microstructural characterization », 2017.

2.1.3.4 Composition chimique de Suprinity

Suprinity possède une structure proche de Celtra Duo.

En effet le tableau ci-dessous donne le pourcentage en poids des différents éléments qui composent cette céramique.

Les pourcentages sont similaires à Celtra Duo avec de légères différences comme l'absence d'oxyde de terbium mais la présence d'oxyde de potassium (K₂O).

Cette différence semble jouer un rôle dans la biocompatibilité du matériau qui semble légèrement moins bonne que Celtra Duo. ⁹

Tableau 8 : Composition chimique de Suprinity fournie par le constructeur

Composants	% en poids
SiO ₂	56 – 64
Li ₂ O	15 – 21
K ₂ O	1 – 4
P ₂ O ₅	3 – 8
Al ₂ O ₃	1 – 4
ZrO ₂	8 – 12
CeO ₂	0 – 4
Pigments	0 – 6

Source : VITA, « Mode d'emploi Suprinity », 2013.

2.1.3.5 Composition chimique de Celtra Duo

Voici la composition de Celtra Duo fournie par le fabricant.

Celtra Duo entièrement cristallisée consiste en 58 % de dioxyde de silice, 5 % de pentoxyde de phosphore, 1,9 % d'Alumine afin d'augmenter la stabilité chimique.

Les 10,1 % de dioxyde de zirconium pour l'augmentation des propriétés mécaniques.

1 % d'oxyde de Terbium, 2 % de cerium, ces deux derniers permettent d'améliorer les propriétés optiques.

10 % de dioxyde de zirconium, qui sont complètement dilués dans la phase vitreuse, qui permettent de créer une structure avec des grains fins qui permettent d'augmenter la résistance du matériau et permettent au matériau d'être prêt pour l'usinage. Les 10 % de dioxydes de zirconium dissous sont spécifiques à la composition de Celtra Duo. ²⁹

²⁹ Dentsply Sirona, « Technical monograph Celtra Duo ».

Tableau 9 : Composition chimique de Celtra Duo fournie par le fabricant

Zirconia-reinforced Lithium Silicate

Oxide	Weight (%)
Silicon Dioxide	58.0
Phosphorus Pentoxide	5.0
Alumina	1.9
Lithium Oxide	18.5
Zirconium Dioxide	10.1
Terbium Oxide	1.0
Ceria	2.0

10% ZrO₂
Diluted completely in glass-matrix (no crystals)

Source : Dentsply Sirona, « Monographie technique celtraduo », 2016.

Les pourcentages des composants de l'Emax et des SLZ sont très proches. Les SLZ sont donc facilement comparables à l'Emax dans les différentes études et par la suite dans cette thèse.

2.1.4 Analyse de la microstructure

2.1.4.1 Microstructure de l'Emax

L'Emax est composé de cristaux de disilicate de lithium pour la phase cristalline.

Contrairement à Celtra Duo et Suprinity, l'absence de dioxyde de zirconium permet la transformation des cristaux de métasilicate de lithium en disilicate de lithium à 100 %.

Les cristaux est d'une taille moyenne de 1,5 µm soit beaucoup plus grand que les SLZ.

L'Emax CAD montre un réseau cristallin composé uniquement de disilicate de lithium orienté dans tous les sens de taille allant de 1 à 2µm et entouré d'une phase vitreuse (contenant notamment du SiO₂).³⁰

2.1.4.2 Présentation globale de la microstructure des SLZ

La différence majeure au niveau de la microstructure entre Emax et les SLZ, est que dans les SLZ il y a des cristaux de disilicate de lithium (Li₂Si₂O₅), de métasilicate de lithium (Li₂SiO₃) et d'orthophosphate de lithium (Li₃PO₄) alors que dans l'Emax il n'y a pas de métasilicate de lithium.

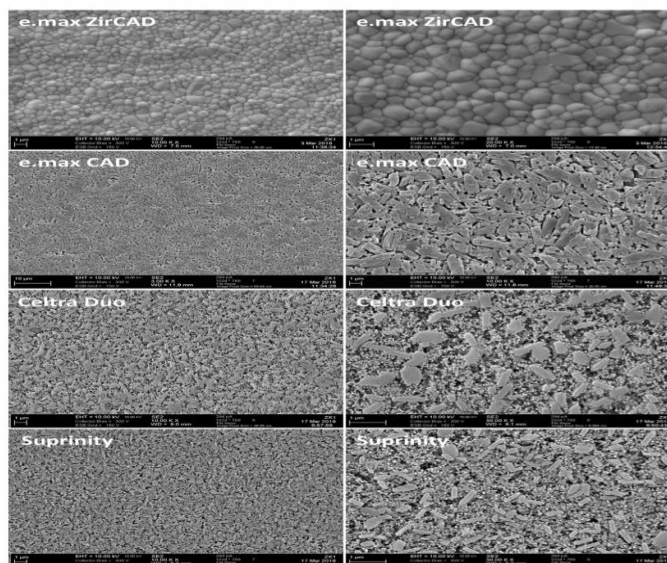
³⁰ Dentsply Sirona.

En effet pour l'Emax après la cristallisation le métasilicate disparaît et une phase dominante de disilicate ($\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_4$) apparaît, l'autre phase cristalline étant de l'orthophosphate.

Pour Suprinity et Celtra Duo le pic de disilicate est plus faible et il existe encore un pic de métasilicate ce qui montre bien une inhibition partielle de la formation de disilicate par la zircone (cf. figure 4).

Celtra Duo et Suprinity montrent des structures très similaires avec deux principales phases cristallines. Des cristaux de métasilicate et des petits cristaux d'orthophosphate de lithium. Il existe une différence entre Celtra Duo et Suprinity, la taille des cristaux de métasilicate est plus grande pour la Celtra Duo (env. $1\mu\text{m}$) que pour Suprinity (env. $0,5\mu\text{m}$) (cf. figure 5).³¹ La différence de la taille des cristaux de métasilicate peut s'expliquer par la différence de traitement thermique (temps et température) entre les deux céramiques parce que Celtra Duo est vendue « prête à l'emploi » (cuite en milieu industriel) alors que Suprinity doit subir une cuisson complémentaire avant de pouvoir être utilisée en clinique.

Figure 5 : Image au microscope électronique à balayage de la microstructure de Emax ZirCAD (zircone), Emax CAD (disilicate de lithium), Celtra Duo et Suprinity après traitement à 5 % d'acide fluorhydrique pour Emax et 0,5 % pour Celtra Duo et Suprinity *



Source : Wendler et al., "Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing", 2017.

*Car du fait de leur plus petite microstructure l'infiltration se fait plus facilement

³¹ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ».

2.1.4.3 Microstructure de Suprinity

Suprinity est fournie dans un état pré-cristallisé (PC) qui facilite l'usabilité des restaurations. Cet état est par la suite traité afin d'obtenir un état cristallisé (FC) avec la couleur finale et les propriétés mécaniques adéquates.³²

Pour la phase pré-cristallisée, Suprinity apparaît plus fragile ce qui doit nécessiter des précautions d'utilisation de la part des techniciens et des praticiens. En effet les moindres propriétés mécaniques de cette phase doivent limiter autant que possible les corrections et les adaptations marginales lors de la réalisation des restaurations. Cela trouve son origine dans la différence de microstructure entre les états précristallisés et cristallisés (cf. figure 6).

Figure 6 : Différence de microstructure entre l'état FC et PC au Microscope électronique à Balayage

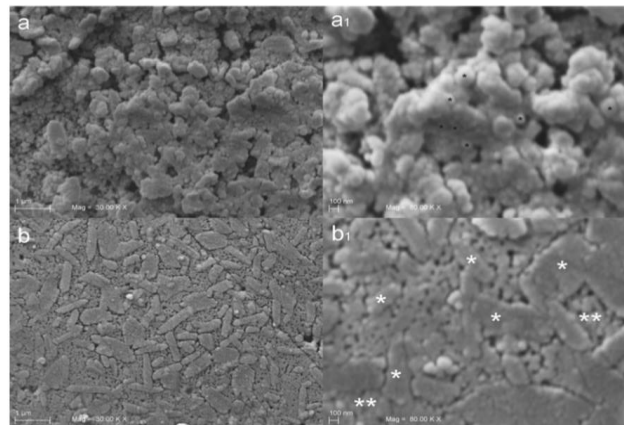


Fig. 8 SEM images of ZLS microstructure. In (a) specimen before heat treatment at 840°C, the structure appear to be made by round nanoparticles of homogeneous material. (a1) high magnification $\times 80,000$ with very fine nanoparticles visible (*). In (b) specimen after crystallization process at 840°C for 8 min. The structure appeared to be changed in a multicomponent system with a diffuse nano-crystal growth. (b1) high magnification $\times 80,000$ the two component phases of matrix (***) and nucleated crystals (*).

Source : Traini et al., « The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : lights and shadows of a new material », 2016.

En effet dans l'état précristallisé, la structure est composée de nombreuses particules distinctes très fines.

Dans l'état cristallisé, il y a formation d'un réseau de nano-cristaux au sein d'une matrice non cristalline. Pour passer d'un état pré cristallisé à l'état cristallisé les fabricants préconisent un protocole particulier afin d'optimiser l'obtention des propriétés mécaniques souhaitées (cf annexe 5).

³² Traini et al., « The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : lights and shadows of a new material ».

2.1.4.4 Microstructure de Celtra Duo

Une image par microscope électronique à balayage permet de voir des cristaux plus petits (cf figure 7).

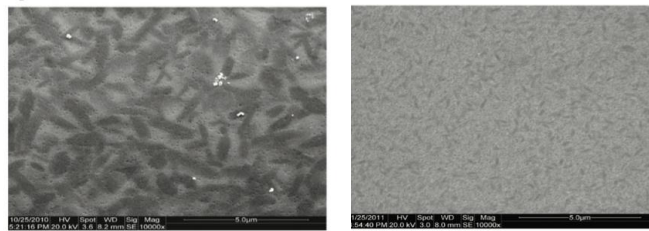
Les cristaux présents dans Celtra Duo sont plus fins et plus petits que ceux présents dans l'Emax. La taille des cristaux présents dans Celtra Duo ne dépasse jamais $1\mu\text{m}$ (entre 400 et 800 nm).

Néanmoins un traitement thermique de la céramique (par exemple lors de la réalisation d'une cuisson après glaçage) permet une croissance des cristaux de disilicate de lithium.

Celtra Duo est donc composée : - **Une phase cristalline contenant des cristaux très fins** de métasilicate et disilicate de lithium, ce qui constitue la principale différence avec l'Emax, qui contient seulement des cristaux de disilicate de Lithium

- **Une phase vitreuse contenant notamment le ZrO_2**

Figure 7 : Comparaison de la microstructure de Emax (à gauche) et Celtra Duo (à droite)



Source : Dentsply Sirona, « Technical monograph celtra duo », 2016.

2.2 Analyse des propriétés mécaniques

Les différents tests pour évaluer les propriétés mécaniques des céramiques doivent se faire dans des conditions standardisées. Les tests de résistance en flexion des matériaux céramiques sont essentiels pour anticiper leur durée de vie.

L'évaluation des propriétés mécaniques d'un nouveau matériaux doivent être mises en place avant de pouvoir l'utiliser pour des applications cliniques.

2.2.1 Présentation générale des propriétés mécaniques

2.2.1.1 Présentation des propriétés mécaniques de l'Emax

Tableau 10 : Présentation des propriétés mécaniques de l'Emax

CDT (100-400°C) [10^{-6} /K]	10.2
CDT (100-500°C) [10^{-6} /K]	10.5
Résistance à la flexion (biaxiale) [MPa]*	360
Résistance à la propagation de fissures [MPa m ^{0.5}]	2.25
Module d'élasticité [GPa]	95
Dureté Vickers [MPa]	5800
Solubilité chimique [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]*	40
Température de cristallisation [°C]	840 – 850

*selon ISO 6872

Source : Ivoclar-Vivadent, « Mode d'emploi Emax », 2010.

2.2.1.2 Présentation des propriétés mécaniques de Suprinity

Tableau 11 : Tableau résumant les différentes propriétés mécaniques et optiques fournies par le fabricant

Contrôles	VITA SUPRINITY	Valeur norme ISO 6872
Résistance en flexion en 3 points	env. 420 MPa* ¹	> 100 MPa
Résistance en flexion en 3 points pré-cristallisé	env. 180 MPa	Aucune indication
Résistance biaxiale	env. 540 MPa* ²	> 100 MPa
Module E	env. 70 GPa	Aucune indication
Module de Weibull	env. 8,9	Aucune indication
Ténacité à la rupture (SEVNB)	env. 2,0 MPa·m ^{-0.5}	Aucune indication
Dureté	env. 7.000 MPa	Aucune indication
CDT	env. 12,3.10 ⁶ /K	Aucune indication
Température de transformation (TG)	env. 620 °C	Aucune indication
Température de ramollissement	env. 800 °C	Aucune indication
Solubilité chimique	env. 40 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	< 100 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$

Source : VITA, « Mode d'emploi Suprinity », 2013.

Différentes propriétés mécaniques de Suprinity comparées à l'Emax sont résumées dans le tableau suivant :

Tableau 12 : Présentation de différentes propriétés de Suprinity comparées à l'Emax

Table 2 – Mean (standard deviation) values and statistical analysis* of fracture toughness, flexural strength, characteristic strength, Weibull modulus, elastic modulus, hardness, and brittleness index of VE and IC glass-ceramics.							
Materials	Fracture toughness (MPa m ^{0.5})*	Flexural strength (MPa)*	Characteristic strength (MPa) (σ_0)	Weibull modulus (m)	Elastic modulus (GPa)*	Hardness (GPa)*	Brittleness index ($\mu\text{m}^{-1/2}$)*
VS	2.31 (0.17) ^A	443.63 (38.90) ^A	460.74	13.41	70.44 (1.97) ^A	6.53 (0.46) ^A	2.84 (0.26) ^A
IC	2.01 (0.13) ^B	348.33 (28.69) ^B	361.82	12.49	60.61 (1.64) ^B	5.45 (0.28) ^B	2.72 (0.17) ^B

Mean values for each property represented with different superscript uppercase letter are significantly different ($P < 0.05$).

Source : Elsaka et Elnaghy, « Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic », 2016.

2.2.1.3 Présentation des propriétés mécaniques de Suprinity

Tableau 13 : Présentation par la fabriquant des propriétés mécaniques de Celtra Duo

Technical data on Celtra® Duo

	Celtra Duo directly from the CEREC® MC XL and polished	Celtra Duo with glaze firing
CTE 500°C [$\cdot 10^{-6}$ 1/K]	approx. 11.8	
Intrinsic flexural strength ex works [MPa]	420	
Flexural strength [MPa]	210	370
E-modulus	approx. 70	
Crack resistance (SENVB) [MPa·m ^{0.5}]	2.0	
Hardness [HV]	approx. 700	
Chem. solubility [$\mu\text{g}/\text{cm}^2$]	< 40 (intrinsic)	< 20 (solubility glazing)
Crystallization temperature [°C]	already fully crystallized	
Softening temperature [°C]	approx. 800	
Transformation temperature [°C]	approx. 620	
Density [g/cm ³]	2.6	

Source : Dentsply-Sirona, « Celtra Duo Factfile », 2017.

2.2.2 Le module d'Young

2.2.2.1 Tests mécaniques

L'essai le plus fréquemment utilisé afin de déterminer le comportement mécanique d'un matériau est l'essai de traction.

Une force de traction doit être exercée sur un barreau de dimension standardisée, jusqu'à sa rupture, en suivant un processus de mise en charge à une vitesse de déformation constante. L'éprouvette d'essai est prélevée dans le matériau à caractériser et usinée à des dimensions normalisées, afin d'assurer une meilleure comparaison des essais effectués dans différents laboratoires. Pour chaque type de matériau, il existe un type d'éprouvette.

Il n'y a pas de différence statistiquement significative pour le module d'Young entre les céramiques SLZ et l'Emax.^{33 34}

Tableau 14 : Tableau du module d'Young de différentes céramiques

Table 1 – Evaluated materials, their class and elastic properties relevant for this study.				
Material	Manufacturer	Class	Young's modulus E (GPa) ^a	Poisson's Ratio ν^a
e.max ZirCAD	Ivoclar-Vivadent	3 mol% yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals (3Y-TZP)	205.2	0.243
e.max CAD	Ivoclar-Vivadent	Lithium disilicate (LS ₂) glass-ceramic	102.7	0.215
Celtra Duo	Dentsply DeTrey	Fully-sintered lithium silicate/Phosphate (LSP) glass-ceramic	107.9	0.222
Suprinity	VITA Zahnfabrik	Pre-sintered Lithium Silicate/phosphate (LSP) glass-ceramic	104.9	0.208
Vitablocs Mark II	VITA Zahnfabrik	Feldspar-reinforced aluminosilicate glass (FAG)	71.3	0.231
Empress CAD	Ivoclar-Vivadent	Leucite-based glass-ceramic (LG)	65.5	0.204
Enamic	VITA Zahnfabrik	Polymer-infiltrated particle-reinforced-glass network (PIRGN)	37.8	0.244
Lava Ultimate	3M ESPE	Nano-particulate pre-polymerized resin composite (RC)	12.7	0.45

^a Values of Elastic modulus and Poisson's ratio were obtained from Ref. [8] as the average of the values from the Resonant Beam Technique (RBT) and Resonant Ultrasound Spectroscopy (RUS). The exception was the values for Lava Ultimate, which were taken from the results of the RBT method, which were more reliable.

Source : Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials », 2016.

Effet de la taille de l'échantillon sur la résistance en flexion d'un matériau fragile :

Contrairement à la ténacité, une propriété qui en théorie est toujours la même quelle que soit la taille de l'échantillon et la méthode utilisée pour tester le matériau, la résistance du matériau dépend de sa taille. Cela a pour effet de faire varier la résistance en fonction de la taille de l'échantillon et de la contrainte appliquée (bi-axiale ou uni axiale). En mettant en relation ce principe avec la théorie de Weibull, un échantillon plus large a une plus grande probabilité de posséder des défauts limitant les

³³ Belli et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 1 : measurement of elastic constants and microstructural characterization ».

³⁴ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

propriétés mécaniques et de ce fait cela conduit à une moindre résistance d'un échantillon par rapport à un plus petit dans les mêmes conditions de test (même charge).

Pour pallier ce problème, il faut mettre en rapport les valeurs obtenues pour deux échantillons de tailles différentes en utilisant leurs volumes effectifs (V_{eff}) avec la relation

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{V_{eff2}}{V_{eff1}} \right)^{1/m}$$

suivante :

Où : **S1 et S2** : sont les résistances en flexion

Veff1 et Veff2 : représentent les volumes effectifs

m : le module de Weibull du matériau

2.2.3 La ténacité

2.2.3.1 Tests mécaniques

La ténacité, représentée par la valeur K_{Ic} , mesure la résistance d'un matériau à la propagation d'une fissure. Elle est mesurée en appliquant une charge sur un échantillon préparé pour être déjà fracturé (en surface ou non). La tension ou la charge à laquelle la fissure se propage est ensuite enregistrée. Puisque la ténacité caractérise la résistance d'un matériau contre la propagation des fissures (Cf. Partie 1), le matériau le plus fragile est le matériau avec la plus faible ténacité. Une grande variété de mécanismes différents peut être impliquée dans l'amélioration de la ténacité au sein de la microstructure (déviation des fissures, zones de protections, dispersion du stress au sein de la fissure) (cf. Figure 8).³⁵ Ce sont ces mécanismes qui sont responsables de la différence des propriétés mécaniques entre la phase pré-cristallisée et cristallisée.

Sachant que la ténacité de la dentine est de 3 Mpa $m^{1/2}$ un matériau qui possède une ténacité proche de cette valeur se comporte presque comme la dentine lorsqu'il est soumis aux forces masticatoires.³⁶

³⁵ Traini et al., « The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : lights and shadows of a new material ».

³⁶ Dentsply Sirona, « Technical monograph Celtra Duo ».

Figure 8 : Différence de propagation de fissures entre la phase cristallisée (haut) et la phase pré-cristallisée (bas)

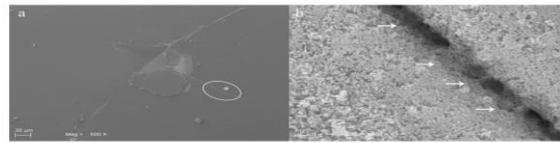


Fig. 4 SEM images of indentations in a fully crystallized specimen. In (a) the indentation test at $\times 500$ magnifications with in evidence (*) the area imaged in (b) at $\times 10,000$ magnifications. In (b) the material appear formed by Nano dimensioned grains (more or less 500 nm), which forms a bridged zones directly along the crack wall (with arrows).

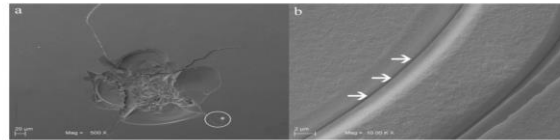


Fig. 5 SEM images of indentations in a partially crystallized specimen. In (a) the indentation test at $\times 500$ magnifications with in evidence (*) the area imaged in (b) at $\times 10,000$ magnifications. In (b) the material structure appear glassy (amorphous) and the crack walls were without bridged zones (with arrows).

Source : Traini et al., « The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : lights and shadows of a new material », 2016.

2.2.3.2 Suprinity

La ténacité de Suprinity est supérieure comparée à l'Emax.³⁷

En effet la matrice vitreuse est renforcée par les particules de zircone ce qui lui confère une meilleure ténacité.

2.2.3.3 Celtra Duo

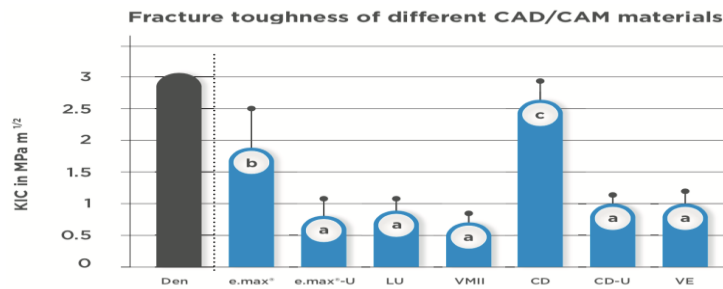
La ténacité de Celtra Duo cuite est d'environ $2,6 \text{ Mpa m}^{1/2}$ (cf. figure 9) et est meilleure que celle de l'Emax cristallisée ($1,8 \text{ Mpa m}^{1/2}$).^{38 39}

³⁷ Elsaka et Elnaghy, « Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic ».

³⁸ Badawy, El-Mowafy, et Tam, « Fracture toughness of chairside CAD/CAM materials - Alternative loading approach for compact tension test ».

³⁹ Taha et al., « Assessment of marginal adaptation and fracture resistance of endocrown restorations utilizing different machinable blocks subjected to thermomechanical aging ».

Figure 9 : Représentation de la ténacité de différents matériaux en comparaison de celle de la dentine



Emax U : Emax non cristallisé **CD U** : Celtra Duo Non cuit **VMII** : Vita Mark II **VE** : Vita Enamic **LU** : Lava Ultimate

Source : Dentsply Sirona, « Monographie technique celtra duo », 2016.

La différence entre Celtra Duo et Emax est probablement associée à leur différence de microstructure. Le fabricant a déclaré que les particules de zircono renforceront la structure de la céramique par interruption de la propagation des fissures. Cependant le nombre de cristaux (en volume) dans le matériau est un autre facteur qui affecte les propriétés mécaniques des céramiques. Celtra Duo possède moins de volume de cristaux (36 %) que l'Emax (70 % du volume).

Par ailleurs la ténacité de Celtra Duo est plus élevée après traitement thermique, qu'avant ce qui pourrait être dû à un processus de réparation de microfractures après traitement thermique même si ce phénomène n'est pas observé tout le temps.⁴⁰

2.2.4 La résistance en flexion

2.2.4.1 Tests mécaniques

La résistance en flexion est une donnée très importante pour évaluer la résistance d'un matériau fragile car les céramiques sont plus limitées en tension qu'en compression.

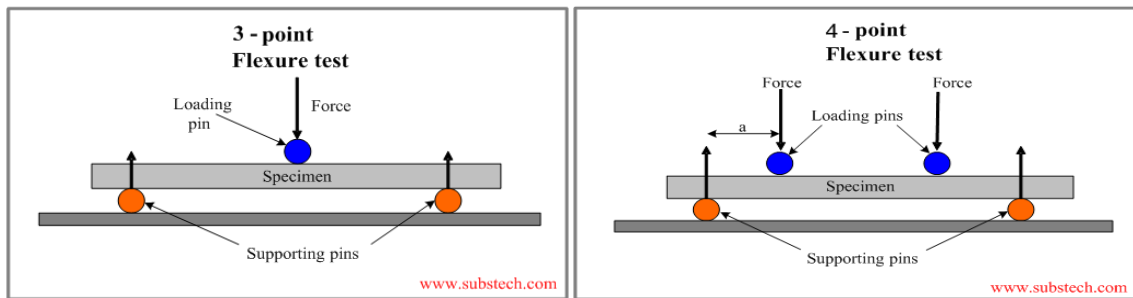
La résistance en flexion uni-axiale est évaluée grâce à un test de flexion 3 points.

Il existe d'autres types d'essais de flexion comme le test de flexion 4 points, similaire à l'essai de flexion 3 points avec l'avantage de ne pas positionner l'appui au niveau de la zone de rupture (cf. figure 10). Ceci est en effet une limitation du système à trois points où l'appui central peut endommager l'éprouvette et fausser ainsi les résultats en entraînant une rupture précoce de celle-ci.⁴¹

⁴⁰ Romanyk et al., « Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD-CAM ».

⁴¹ Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie ».

Figure 10 : Tests de flexion 3 points et tests de flexion 4 points



Source : Kopeliovich, 3-point and 4-point flexure test, 2012.

Dans ces tests les échantillons sont calibrés et préparés pour être standardisés.

Il n'y a pas de différence statistiquement significative entre la résistance en flexion de Celtra Duo et Suprinity.^{42 43}

Concernant les tests de flexion, il est nécessaire d'avoir une standardisation des échantillons car la forme des échantillons et leur taille peut influencer sur les résultats obtenus lors des tests mécaniques (cf. 2.2.2.1). Les défauts présents dans les matériaux peuvent être orientés différemment ce qui peut expliquer les valeurs plus faibles pour les tests uni-axiaux que les tests bi-axiaux.⁴⁴

2.2.4.2 Emax

La résistance en flexion de l'Emax est inférieure à Suprinity⁴⁵ et Celtra Duo⁴⁶ même si certains résultats semblent indiquer qu'il n'y a pas de différence statistiquement significative avec les valeurs trouvées pour l'Emax.⁴⁷

⁴² Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ».

⁴³ Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

⁴⁴ Belli et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 1 : measurement of elastic constants and microstructural characterization ».

⁴⁵ Elsaka et Elnaghy, « Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic ».

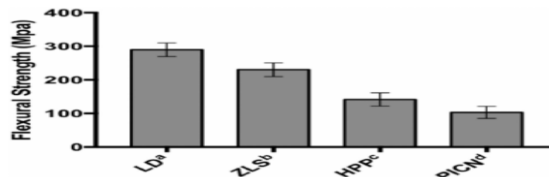
⁴⁶ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

⁴⁷ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ».

2.2.4.3 Suprinity

Malgré les résultats précédents la littérature montre également que la résistance en flexion et en fatigue de Suprinity peut être inférieure à celle de l'Emax.^{48 49 50}

Figure 11 : Résistance en flexion 3 points de différents matériaux



Source : Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations », 2019.

2.2.4.4 Charge de rupture Statique

Les SLZ possèdent une résistance satisfaisante même en fine épaisseur à condition de recevoir surtout des forces compressives axiales.⁵¹ La charge de rupture augmente avec l'épaisseur de la céramique. Il y a une contradiction entre de nombreux résultats concernant les tests de flexion, ce qui suggère que des études complémentaires sont nécessaires afin de pouvoir conclure quelle céramique possède la meilleure résistance en flexion entre Suprinity et Emax. Les différences observées pourraient provenir du fait que certains articles préparent les échantillons avec un isomètre^{52 53 54} tandis que d'autres préparent les échantillons en usinant les échantillons.⁵⁵

⁴⁸ Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ».

⁴⁹ Romanyk et al., « Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD-CAM ».

⁵⁰ Nishioka et al., « Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations ».

⁵¹ Abu-Izze et al., « Fatigue behavior of ultrafine tabletop ceramic restorations ».

⁵² Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

⁵³ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

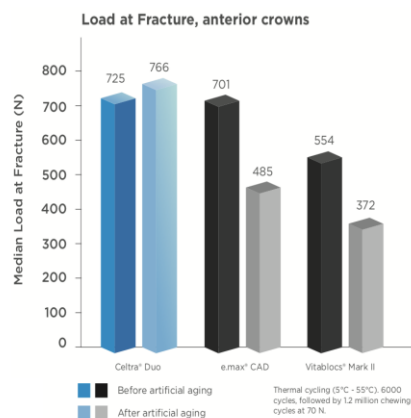
⁵⁴ Elsaka et Elnaghy, « Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic ».

⁵⁵ Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ».

2.2.4.5 Celtra Duo

Les données présentes dans la littérature doivent différencier les valeurs de la résistance en flexion et les valeurs de la résistance à la flexion après la réalisation d'un cycle de mastication artificielle. En effet concernant la résistance en flexion Celtra Duo possède une valeur plus importante que Suprinity⁵⁶ et Emax^{57 58} mais cette résistance dépend de l'épaisseur du matériau.⁵⁹

Figure 12 : Charge maximale (en Newton) supportée par Celtra Duo, Emax et Vita Mark II avant et après vieillissement artificiel



Source : Dentsply Sirona, « Monographie technique celtra duo », 2016.

Concernant la résistance à la fatigue, celle de Celtra Duo est légèrement inférieure à celle de Suprinity⁶⁰ mais cette résistance augmente avec l'épaisseur du matériau jusqu'à devenir plus importante que Suprinity (cf. annexe 6).

Ces résultats sont à mettre en lien avec d'autres données qui montrent également une résistance moindre de CD par rapport à Suprinity après un certain nombre de cycle de mastication artificielle (cf. figure 13).

⁵⁶ Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

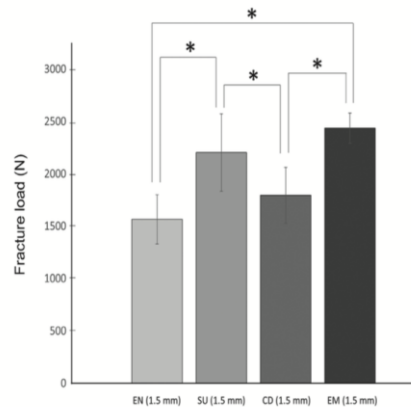
⁵⁷ Dentsply-Sirona, « Mode d'Emploi Celtra Duo ».

⁵⁸ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

⁵⁹ Dal Piva et al., « Monolithic ceramics : effect of finishing techniques on surface properties, bacterial adhesion and cell viability ».

⁶⁰ Matzinger et al., « Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials ».

Figure 13 : Représentation de la résistance à la fracture pour une même épaisseur de couronne pour Celtra Duo (CD), Suprinity (SU), Enamic (EN) et Emax (EM)



*Représente une différence statistiquement significative

Source : Matzinger et al., « Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials », 2019.

De manière générale l'épaisseur du matériau influence la résistance à la fracture.^{61 62 63} (cf. annexe 7).

En effet plus l'épaisseur est importante plus le matériau résiste.⁶³

Quelles que soient les valeurs obtenues dans les études il est à noter que la force de mastication au niveau molaire sont de 600 à 800 N, de ce fait toutes les céramiques au silicate de lithium avec une épaisseur de 1,5 mm peuvent être utilisées en clinique.^{61 63}

⁶¹ Dal Piva et al., « Monolithic ceramics : effect of finishing techniques on surface properties, bacterial adhesion and cell viability ».

⁶² Monteiro et al., « Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics : effect of ceramic thickness ».

⁶³ Matzinger et al., « Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials ».

2.2.5 Le module de Weibull

2.2.5.1 Test mécanique

Les résultats trouvés pour les tests de résistance en flexion sont à mettre en relation avec le module de Weibull.

En effet les critères de dimensionnement « classiques » utilisés pour les matériaux ductiles s'appliquent mal aux matériaux fragiles : ceux-ci rompent à une contrainte qui semble varier fortement d'un échantillon à l'autre. Cette dispersion est due à la présence de défauts en quantité variable, qui mettent à mal l'hypothèse classique d'homogénéité du comportement mécanique. Le module de Weibull permet de reproduire cette dispersion sans modéliser explicitement les défauts.⁶⁴

Le module de Weibull est issu de la loi de Weibull qui permet d'estimer la probabilité de rupture d'un échantillon donné. Un module de Weibull plus faible indique plus de défauts dans le matériau. A l'inverse un module plus élevé indique une plus grande fiabilité structurelle et un plus haut degré d'uniformité du matériau. Son évaluation permet d'augmenter la fiabilité des résultats obtenus lors des tests effectués. Le module de Weibull est déterminé grâce aux résultats de tests de résistance en flexion (uni-axiale ou biaxiale).

Un module de Weibull faible (env. 5,5) a été trouvé pour Suprinity et Celtra Duo ce qui suggère une limitation des propriétés mécaniques de ces céramiques du fait de la présence de défauts⁶⁵

(cf. tableau 15) et une moindre fiabilité des SLZ

Néanmoins certains résultats semblent indiquer des résultats opposés et pour lesquels le module de Weibull de Suprinity est de 13,41 ce qui est supérieur à la valeur 12,49 de l'Emax lors de tests effectués à partir de l'analyse d'un test en flexion 3 points.

En effet pour Suprinity il y a une forte variation dans les données retrouvées (elles varient entre 278 et 769 MPa) or du fait de la calibration des échantillons, ces défauts ne sont pas issus de la préparation des échantillons mais suggèrent une incompatibilité thermique entre les phases (3 phases cristallines et 1 phase vitreuse contenant du ZrO₂), ce qui aurait pour effet la présence de stress résiduel dans la microstructure qui conduirait à l'apparition de microfractures et donc aurait un impact sur les propriétés mécaniques (cf. figure 14).

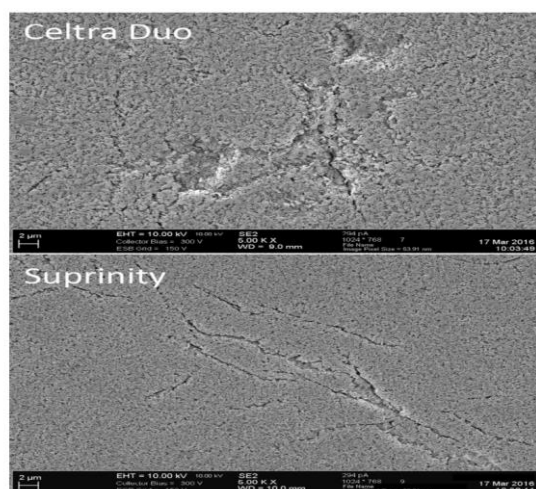
En partant de cette hypothèse, l'amélioration du processus de fabrication de ces céramiques pourrait conduire à une amélioration des propriétés mécaniques.⁶⁶

⁶⁴ Grange et Prensier, « Le Module de Weibull ».

⁶⁵ Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

⁶⁶ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ».

Figure 14 : Surface de fragments de Celtra Duo et Suprinity après traitement à l'acide fluorhydrique (0,5 % pendant 30 s). Les microfractures sont responsables d'un module de Weibull plus faible



Source: Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing », 2017.

Tableau 15 : Module de Weibull (m) et résistance en flexion (s₀) de différentes céramiques obtenues à partir de tests en flexion bi-axiale (B3B disc et Plate) et 4 points (4-PB)

Table 2 – Characteristic strength (σ_0) and Weibull modulus (m) and respective 90% confidence intervals for B3B-Disc, B3B-Plate and 4-PB.			
Material	Test geometry	σ_0 (MPa) [90% C.I.]	m [90% C.I.]
e.max Zir- CAD	B3B-Disc	1240.89 [1216.59–1265.94]	16.91 [12.66–20.62]
	B3B-Plate	1303.21 [1268.40–1339.38]	12.30 [9.20–15.10]
	4-PB	1030.30 [1004.40–1057.17]	13.10 [9.80–16.00]
e.max CAD	B3B-Disc	647.98 [635.69–660.65]	17.45 [13.07–21.29]
	B3B-Plate	609.80 [594.78–625.38]	13.40 [10.00–16.30]
	4-PB	462.06 [446.85–477.96]	10.00 [7.50–12.20]
Celtra Duo	B3B-Disc	626.84 [587.74–669.02]	5.19 [3.89–6.33]
	B3B-Plate	565.80 [534.02–599.86]	5.80 [4.30–7.10]
Suprinity	B3B-Disc	611.24 [573.80–651.58]	5.29 [3.96–6.45]
	B3B-Plate	537.03 [503.77–572.89]	5.20 [3.90–6.40]
Vitablocs Mark II	B3B-Disc	118.78 [116.67–120.94]	18.72 [14.02–22.83]
	B3B-Plate	118.65 [116.68–120.68]	19.90 [14.90–24.30]
	4-PB	110.93 [109.54–112.35]	26.50 [19.80–32.30]
Empress CAD	B3B-Disc	199.45 [195.70–203.31]	17.62 [13.20–21.48]
	B3B-Plate	187.77 [183.92–191.74]	16.10 [12.10–19.70]
Enamic	B3B-Disc	195.67 [192.31–199.13]	19.28 [14.44–23.51]
	B3B-Plate	193.45 [190.04–196.95]	18.80 [14.10–23.00]
Lava Ultimate	B3B-Plate	300.64 [291.52–310.15]	10.90 [8.10–13.20]

Source : Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 », 2017.

Le module de Weibull de Suprinity et Celtra Duo sont similaires et environ de 5 mais il est inférieur à celui de l'Emax qui est d'environ 17. Cela veut dire qu'il y a une moins grande fiabilité des échantillons de Celtra Duo et Suprinity par rapport à l'Emax mais que Suprinity et Celtra Duo possèdent une fiabilité similaire.^{67 68}

⁶⁷ Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

⁶⁸ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ».

2.2.6 La dureté

2.2.6.1 Test mécanique

La dureté est la résistance déployée par un corps solide pour empêcher la pénétration d'une autre substance plus dure (selon l'Institut Allemand de Physique et de technique).

C'est une mesure relative de la résistance aux sollicitations mécaniques à la surface du matériau.

L'usure d'un matériau s'étudie au travers de deux paramètres ; le premier est l'usure du matériau lui-même et l'autre est l'usure de la dent antagoniste.

Les tests d'usure permettent d'évaluer au travers d'une usure précoce et artificielle, le comportement du matériau en bouche lors des cycles de mastication.

De nombreuses études traitent de l'usure des céramiques SLZ et de la comparaison avec l'Emax. Elles montrent cependant des résultats parfois en opposition.

La valeur qui la représente est la Dureté Vickers généralement exprimée en GPa.

La signification de la mesure de la dureté des matériaux dentaires est qu'elle fait référence à l'abrasivité à laquelle sont soumises les dents antagonistes.

Les céramiques dentaires sont plus susceptibles que les autres matériaux dentaires d'user les dents antagonistes.⁶⁹

Plus un matériau est dur plus il peut user les dents antagonistes⁷⁰ mais il faut aussi prendre en compte l'abrasivité du matériau.

2.2.6.2 Emax

La dureté est à mettre en relation avec l'usure des matériaux qui varie en fonction de la dureté. En effet plus un matériau est dur moins il s'use, comme c'est le cas pour Celtra Duo⁷¹ et Suprinity⁷² qui sont plus dur et donc s'usent moins que l'Emax.

Par ailleurs Emax est plus rugueux que Suprinity et Celtra Duo⁷³ et donc use plus l'antagoniste⁷⁴ et cela est dû au fait que les cristaux présents dans l'Emax sont plus grands que ceux présents dans les SLZ malgré leur forme similaire (longitudinale).⁷⁵

⁶⁹ Matzinger et al., « Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials ».

⁷⁰ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ».

⁷¹ Wendler et al.

⁷² Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ».

⁷³ Matzinger et al., « Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials ».

⁷⁴ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

⁷⁵ Tribst et al., « Reinforced glass-ceramics : parametric inspection of three-Dimensional wear and volumetric loss after chewing simulation ».

Ainsi dureté et rugosité sont les deux paramètres qui vont influencer l'usure de la dent antagoniste et la différence de dureté entre les SLZ et Emax ne compense pas la différence de rugosité. C'est pour cela que Emax use plus la dent antagoniste que les SLZ.

2.2.6.3 Suprinity

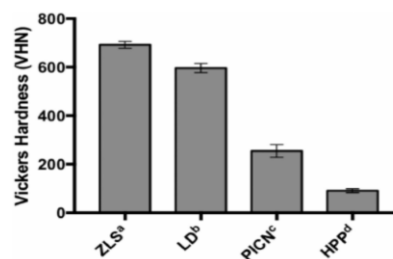
Abrasion

Malgré les résultats évoqués précédemment ⁷⁶ certains résultats montrent que Suprinity est plus rugueux qu'Emax et Celtra Duo. Des études complémentaires sur la rugosité de Suprinity sont nécessaires pour confirmer le fait qu'une rugosité plus élevée use plus l'antagoniste ⁷⁷ ce qui ne semble pas être retrouvé tout le temps. ⁷⁸

Dureté Vickers

La dureté Vickers de Suprinity est supérieure à l'Emax. ^{79 80}

Figure 15 : Dureté Vickers de différents matériaux. Les différentes lettres représentent des différences statistiquement significatives



Source : D'Arcangelo et al., « Wear properties of dental ceramics and porcelains compared with human enamel », 2016.

⁷⁶ Matzinger et al., « Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials ».

⁷⁷ Romanyk et al., « Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD-CAM ».

⁷⁸ D'Arcangelo et al., « Wear properties of dental ceramics and porcelains compared with human enamel ».

⁷⁹ Elsaka et Elnaghy, « Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic ».

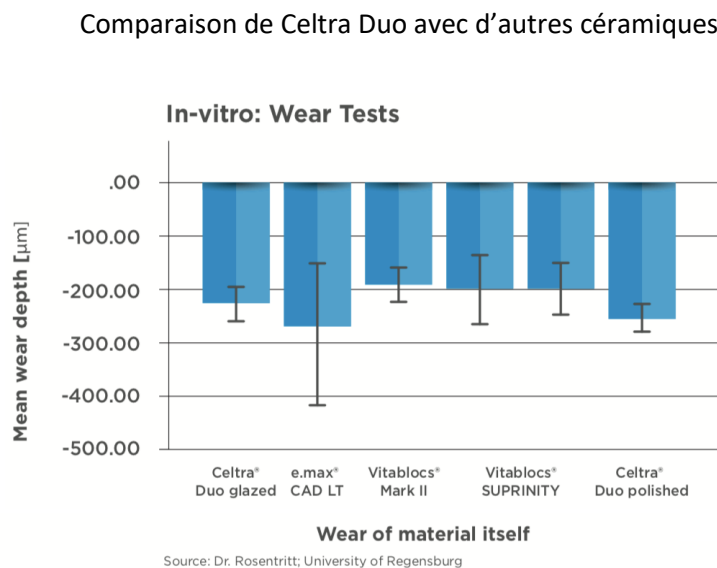
⁸⁰ D'Arcangelo et al., « Wear properties of dental ceramics and porcelains compared with human enamel ».

Par ailleurs la dureté Vickers de Suprinity est similaire à celle de Celtra Duo.⁸¹ Il y aurait de plus à l'échelle nanométrique une dureté supérieure (ainsi qu'un module d'élasticité supérieur). Cela serait dû au fait qu'il y a moins de destruction du matériau et moins d'altération à cette échelle.⁸²

2.2.6.4 Celtra Duo

Les données fournies par le fabricant tendent à montrer que l'usure de Celtra Duo cuite est similaire à celle de Suprinity et que Celtra Duo polie s'use plus mais moins que l'Emax (cf. figure 16) ce qui semble en adéquation avec certains résultats. D'autre part l'usure par Celtra Duo cuite de la dent antagoniste est similaire à celle de Suprinity.⁸³(cf. annexe 8)

Figure 16 : Représentation de la profondeur du matériau perdu lors d'un vieillissement accéléré.



Source : Dentsply Sirona, « Technical monograph celtra duo », 2016.

Il est nécessaire d'avoir plus de standardisation entre les articles et de réaliser des études complémentaires pour obtenir des résultats encore plus proches de la réalité clinique.

⁸¹ Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

⁸² Springall et Yin, « Nano-scale mechanical behavior of pre-crystallized CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic ».

⁸³ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

Dans des conditions in vitro, l'usure et la perte volumétrique de Celtra Duo glacée et cuite n'est pas significativement différente de l'émail humain alors que Celtra Duo simplement usinée puis polie présente des valeurs d'usure supérieures à l'émail et ainsi le glaçage puis la cuisson de Celtra Duo permet à la céramique de moins s'user^{84 85} mais également de moins user l'antagoniste.⁸⁶

Malgré des résultats divers il existe une tendance de ces résultats ainsi que le processus qui y conduit. Une microstructure plus fine des SLZ permet une moindre rugosité de surface lors de l'usure que l'Emax et cette moindre rugosité permet une usure plus faible de l'antagoniste. L'usure moindre des SLZ est à mettre en relation avec une dureté Vickers supérieure pour Suprinity par rapport à l'Emax^{87 88} et de Celtra Duo cuite par rapport à l'Emax.⁸⁹

2.2.7 L'indice de fragilité

Boccaccini a créé un paramètre pour estimer l'usinabilité des céramiques vitreuses obtenu par le ratio Dureté/Ténacité.⁹⁰

Il s'agit de l'indice de fragilité qui est représenté par la relation suivante :

$$B = H/K_{ic}$$

Où **H** est la dureté et **K_{ic}** est la ténacité

Il peut être mesuré quand le matériau est coupé mais factuellement il dépend de nombreux critères (usure des outils, rugosité de surface, et force employée).

Il a été démontré que plus l'indice est faible, plus l'usinabilité est meilleure. Pour une usinabilité optimale d'une céramique vitreuse, l'indice doit être inférieur à $4,3 \mu\text{m}^{-1/2}$.

L'application clinique directe de cet indice est que puisque l'indice de l'Emax est plus faible que celui de Suprinity et Celtra Duo (qui sont similaires) donc l'Emax est plus facilement usinable.^{91 92 93}

En effet les SLZ sont plus dures à usiner que l'Emax et il faut des forces tangentielles et axiales supérieures.

⁸⁴ Lawson, Bansal, et Burgess.

⁸⁵ D'Arcangelo et al., « Wear properties of dental ceramics and porcelains compared with human enamel ».

⁸⁶ Taha et al., « Assessment of marginal adaptation and fracture resistance of endocrown restorations utilizing different machinable blocks subjected to thermomechanical aging ».

⁸⁷ Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ».

⁸⁸ Tribst et al., « Reinforced glass-ceramics : parametric inspection of three-Dimensional wear and volumetric loss after chewing simulation ».

⁸⁹ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

⁹⁰ Elsaka et Elnaghy, « Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic ».

⁹¹ Elsaka et Elnaghy.

⁹² Chavali, Nejat, et Lawson, « Machinability of CAD-CAM materials ».

⁹³ Chen et al., « Machinability : zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic versus lithium disilicate glass ceramic ».

Pour les deux matériaux il existe un mécanisme de fracture fragile lors de l'usinage et il y a à la fois une déformation ductile et une fracture des matériaux et donc une altération de leur surface.

Mais à l'échelle de la microstructure il y a une dislocation partielle avec notamment la perte d'un certain nombre de particules pour l'Emax alors que pour les SLZ du microchipping et des microfractures plus irrégulières à la surface sont observés.

Au-delà de 1,8mm³/min/mm il y a une augmentation très importante des dommages causés.

Les SLZ ne subissent que légèrement moins de dommages que l'Emax ce qui met en évidence que le chipping provoqué avec la présence de bords irréguliers est toujours un challenge pour l'usinage des céramiques renforcées.⁹⁴

2.2.8 Le cycle de fatigue

Un paramètre à ne pas oublier lors des tests mécaniques est l'étude du cycle de fatigue des matériaux. En effet les matériaux devant être sollicités en bouche sur de longues périodes il est intéressant d'étudier leur capacité à résister à des cycles de sollicitations mécaniques.

Dans le cadre des vitrocéramiques la présence de nombreuses phases fragilise les matériaux. En effet la multiplicité des phases (les différentes phases cristallines et vitreuses) rend les matériaux plus sensibles aux cycles.

L'effet combiné de la corrosion assistée par l'eau et de la dégradation mécanique réduit le seuil d'intensité de stress pour l'initiation de fracture à des valeurs aussi basses que 40% de la résistance de rupture du matériau.

Même si les valeurs sont proches, néanmoins il faut ici associer également le module de Weibull à l'équation car les SLZ possèdent un module de Weibull plus faible que l'Emax. Cela a pour effet la moindre résistance de ces matériaux lors des cycles de fatigues. En effet lors de tests de fatigue, la résistance des SLZ reste plus faible que Emax. (cf. tableau 16)

Lors des tests de fatigue l'Emax est plus résistant que Suprinity et Celtra Duo et de plus, ayant un plus haut module de Weibull, cela en ferait un matériau plus fiable que les SLZ.

La présence de microfractures dans ces matériaux⁹⁵ est probablement la cause de la dispersion des valeurs trouvées à la fois pour la résistance et pour la résistance à la fatigue.⁹⁶

⁹⁴ Chen et al.

⁹⁵ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : flexural strength testing ».

⁹⁶ Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 3 : cyclic fatigue parameters and lifetime predictions ».

Tableau 16 : Valeur maximale de la résistance en flexion pour laquelle le matériau a 62,5% de risque de fracture lors de différents cycles de fatigue. Entre parenthèse est précisé le pourcentage par rapport à la valeur initiale trouvée.

Material	σ_0 or 1 cycle	1 day or 1.4×10^3 cycles	1 year or 5.1×10^5 cycles	5 years or 2.5×10^6 cycles	10 years or 5.1×10^6 cycles	50 years or 2.5×10^7 cycles
IPS e.max ZirCAD	1286.6	909.6 (71%)	762.5 (59%)	726.7 (56%)	711.8 (55%)	678.4 (53%)
IPS e.max CAD	609.8	380.0 (62%)	283.4 (46%)	261.6 (43%)	252.8 (41%)	233.4 (38%)
Suprinity PC	548.4	300.5 (54%)	205.5 (37%)	185.3 (34%)	177.2 (32%)	159.8 (29%)
Celtra Duo	565.8	333.2 (59%)	245.0 (43%)	225.3 (40%)	217.3 (38%)	199.8 (35%)
Vitablocs Mark II	118.6	81.6 (69%)	53.72 (45%)	47.9 (40%)	45.6 (38%)	40.7 (34%)
Empress CAD	188.8	137.7 (73%)	115.0 (61%)	109.5 (58%)	107.2 (57%)	102.2 (54%)
Enamic	193.4	137.9 (71%)	106.1 (55%)	98.8 (51%)	95.8 (50%)	89.3 (46%)
Lava Ultimate	300.6	238.9 (79%)	184.4 (61%)	171.8 (57%)	166.7 (55%)	155.4 (52%)

Source : Wendler et al., « Chairside CAD/CAM materials. Part 3 : cyclic fatigue parameters and lifetime predictions », 2018.

La résistance à la fatigue du matériau est liée à l'épaisseur de la restauration. En effet plus la SLZ est épaisse et plus la résistance à la fatigue sera importante et de plus la différence dans la microstructure influence cette résistance.⁹⁷

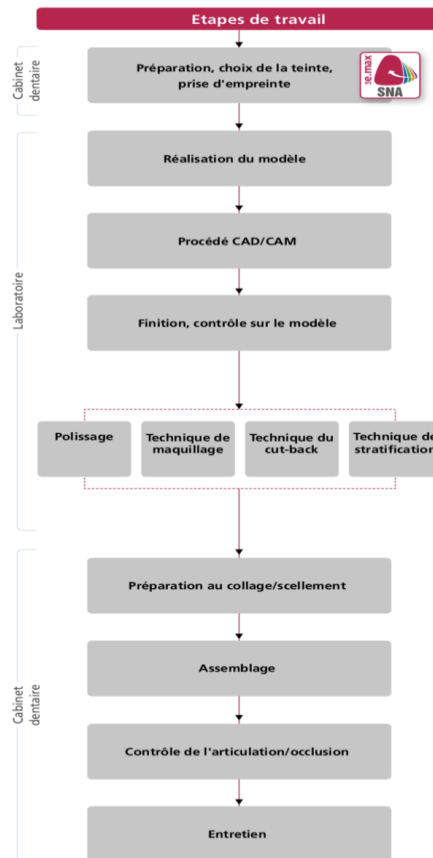
⁹⁷ Monteiro et al., « Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics : effect of ceramic thickness ».

2.3 Mise en œuvre des céramiques

2.3.1 Emax

2.3.1.1 Processus de fabrication de l'Emax CAD

Figure 17 : Vue d'ensemble des étapes cliniques et du processus de fabrication de l'Emax



Source : Ivoclar-Vivadent, « Mode d'emploi Emax », 2010.

La présentation des différents protocoles de préparation de la restauration avant collage est résumée dans l'annexe 9.

2.3.1.2 Assemblage

L'utilisateur a le choix du mode d'assemblage des restaurations IPS e.max. En fonction de l'indication, les restaurations peuvent être assemblées par collage adhésif, auto-adhésif ou scellement conventionnel. Une solidarisation appropriée est un facteur décisif pour le succès d'une restauration. Si la restauration doit être scellée de manière conventionnelle, il faut néanmoins réaliser une préparation rétentive appropriée (angle de préparation de 4 ° à 8 °, hauteur de préparation d'au moins

4 mm). Si cela n'est pas possible, préférer un collage adhésif, par ex. avec Variolink® Esthetic ou Multilink® Automix.⁹⁸

Tableau 17 : Types d'assemblages conseillés pour Emax CAD en fonction de la restauration





Possibilités d'assemblage en fonction de l'indication		Collage adhésif	Collage autoadhésif	Scellement conventionnel
IPS e.max CAD	Facettes occlusales, facettes pelliculaires, facettes	✓	—	—
	Inlays, onlays, couronnes partielles	✓	—	—
	Couronnes antérieures et postérieures peu invasives	✓	—	—
	Couronnes antérieures et postérieures	✓	✓	✓
	Bridges 3 éléments jusqu'à la 2 ^e prémolaire	✓	✓	✓

Source : Ivoclar-Vivadent, « Mode d'emploi Emax ».

2.3.2 Suprinity

2.3.2.1 Préparation

Tableau 18 : Épaisseurs minimales en mm nécessaires pour la réalisation de différentes techniques de mise en forme de Suprinity

Épaisseurs de couches minimales	Inlay / Onlay	Facette	Couronnes antérieures	Couronnes postérieures
				
Technique de maquillage incisal / occlusal	1,0	0,7	1,5	1,5
Technique de maquillage circulaire	1,0	0,6	1,2	1,5
Technique cut-back incisal/occlusal	-	0,4	0,8	1,3
Technique cut-back circulaire	-	0,6	1,2	1,3

Source : VITA, « Mode d'emploi Suprinity », 2013.

⁹⁸ Ivoclar-Vivadent, « Mode d'emploi Emax ».

2.3.2.2 Usinage

Malgré le fait que l'usinage provoque des microfissures à la surface des céramiques ⁹⁹ il y aurait un phénomène de réparation des fissures avec la cuisson et à l'échelle nanométrique une déformation plastique localisée sous la zone d'usinage. En effet des chercheurs ont montré l'existence d'une zone de déformation plastique sous la zone d'indentation et une zone adjacente avec une déformation élastique. La zone de déformation plastique empêche la pointe de générer trop de stress sur la céramique et selon eux des mini-charges appliquées sur de petites surfaces génèrent une distribution du stress équivalente à de plus grandes forces appliquées sur une plus grande surface. Pour gérer le stress appliqué, la céramique a un comportement hystérétique qui consiste en un comportement différent selon que le stress appliqué est augmenté ou diminué. Il faudrait cependant des études complémentaires sur le sujet pour confirmer ces résultats et savoir s'ils s'appliquent à Celtra Duo mais l'amélioration du processus d'usinage prenant en compte la déformation plastique de Suprinity permettrait d'éviter les fractures observées lors de l'usinage. ^{100 101}

2.3.2.3 Dégrossissage de la couronne

Restauration prête pour la cristallisation, dégrossie et ajustée sur le modèle. Dans cet état, la précision d'adaptation peut être contrôlée également en bouche.

2.3.2.4 Différentes possibilités pour les finitions de la restauration

Comme pour Celtra Duo il existe différentes possibilités de finition de la restauration (cf. annexe 10)

⁹⁹ Romanyk et al., « Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD-CAM ».

¹⁰⁰ Springall et Yin, « Nano-scale mechanical behavior of pre-crystallized CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic ».

¹⁰¹ Springall et Yin, « Response of pre-crystallized CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic to cyclic nanoindentation ».

2.3.2.5 Cristallisation et polissage

Les restaurations se cristallisent avec n'importe quel four dentaire sous vide et avec un refroidissement lent (cf. annexe 11).¹⁰²

Une cuisson plus longue permet de réduire le nombre de défauts à la surface de la céramique, d'améliorer la ténacité mais le changement de couleur occasionné à la SLZ n'est pas cliniquement acceptable du fait de l'altération probable des oxydes présent dans la phase vitreuse malgré l'absence de modification de la microstructure.¹⁰³

2.3.2.6 Résultat final / Scellement

La restauration terminée se scelle soit par collage soit par autocollage (recommandé uniquement pour les couronnes). Les matériaux à double mode de polymérisation (photo et chémo-polymérisation) sont surtout indiqués pour les restaurations à parois épaisses, les matériaux photopolymérisables pour les restaurations à parois minces. Le conditionnement s'effectue avec un gel d'acide fluorhydrique 20s et du silane.¹⁰⁴

2.3.3 Celtra Duo

2.3.3.1 Épaisseurs minimales requises

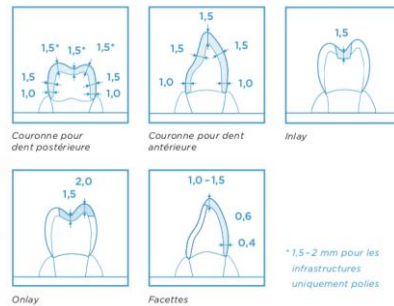
Afin que la restauration présente in situ une résistance, une teinte et une rétention optimales, il est indispensable de préparer la dent (antérieure ou postérieure) correctement, en la réduisant comme indiqué ci-dessous et en respectant la morphologie.

¹⁰² VITA, « Mode d'emploi Suprinity ».

¹⁰³ Aurélio, Dorneles, et May, « Extended glaze firing on ceramics for hard machining : crack healing, residual stresses, optical and microstructural aspects ».

¹⁰⁴ VITA, « Mode d'emploi Suprinity ».

Figure 18 : Préparations nécessaires préalablement à l'utilisation de Celtra Duo



Source : Dentsply Sirona, « Guide de mise en oeuvre celtra duo », 2014.

2.3.3.2 Étapes CFAO

La mise en œuvre de Celtra Duo peut concerner le système CFAO CEREC ou InLab (Non abordé dans cette thèse)

Le choix du paramètre d'usinage et des outils utilisés va influencer l'adaptation interne des couronnes.¹⁰⁵ Et généralement il y a une meilleure adaptation marginale lors de l'usinage par rapport à l'adaptation occlusale bien que cette adaptation soit moins bonne que celle obtenue avec des céramiques hybrides ou vitrocéramiques enrichies à la leucite.¹⁰⁶

2.3.3.3 Choix du procédé de mise en forme

Finition et Polissage

Après usinage il faut nettoyer la restauration dans une cuve à ultrason remplie d'eau, ou au jet de vapeur, puis la sécher délicatement au jet d'air.

Puis il faut procéder aux réglages occlusaux avec des instruments diamantés de (60um) selon le fabricant et effectuer le polissage avec un polissoir caoutchouc utilisé à basse vitesse de rotation et en appuyant à peine sur celui-ci.

Polissage puis cuisson

Maquillage, glaçage puis cuisson

La personnalisation chromatique des restaurations réalisées en Celtra Duo s'effectue avec des colorants et la glaçure Celtra et il faut appliquer les colorants avec le glaçage

¹⁰⁵ Zimmermann et al., « Influence of different CAM Strategies on the fit of partial crown restorations : a digital three-dimensional evaluation ».

¹⁰⁶ Zimmermann et al., « Three-dimensional digital evaluation of the fit of endocrowns fabricated from different CAD/CAM materials ».

Cuisson

Étant déjà entièrement cristallisé, Celtra Duo ne subit pas, lors de sa cuisson de glaçage, de variations dimensionnelles significatives.

Paramètres de cuisson (cf. annexe 12)

2.3.3.4 Etape finale

Nettoyer la couronne avec de l'eau puis mettre la pièce prothétique dans une cuve à ultrasons puis sécher la couronne

2.3.3.5 Ajustage

Lors de l'essayage, ajuster les contacts proximaux en utilisant une fine fraise diamantée sous spray puis régler l'occlusion après collage.¹⁰⁷

2.3.4 Adhésion de SLZ

Les vitrocéramiques sont plus susceptibles au mordantage que la zircone, or le taux de silice contenu dans la SLZ (56 à 64 %) est similaire à celui retrouvé dans les autres vitrocéramiques, et par ailleurs la présence d'une phase vitreuse la rend sensible aux attaques acides c'est pourquoi cette céramique est mordançable à l'inverse de la zircone.¹⁰⁸

Que ce soit pour Emax ou Celtra Duo il a été montré que le protocole de collage assurant la meilleure adhérence inclue un traitement de surface avec de l'acide fluorhydrique à 5 % et du Silane.¹⁰⁹

Néanmoins l'analyse des types d'échecs montrent que la rupture mixte est plus importante avec du silane ce qui semble montrer que l'apport de silane renforce l'adhérence à la fois pour l'Emax et pour Celtra Duo¹¹⁰ ce qui correspond aux recommandations des fabricants dans le protocole de collage.

De manière générale l'augmentation de la rugosité avec un traitement mécanique ne permet pas d'obtenir des valeurs d'adhérence aussi élevées qu'avec un traitement chimique.¹¹¹

¹⁰⁷ Dentsply Sirona, « Guide de mise en oeuvre Celtra Duo ».

¹⁰⁸ Ataol et Ergun, « Effects of surface treatments on repair bond strength of a new CAD/CAM ZLS glass ceramic and two different types of CAD/CAM ceramics ».

¹⁰⁹ Frankenberger et al., « Adhesive luting of new CAD/CAM materials ».

¹¹⁰ Peumans et al., « Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials ».

¹¹¹ Frankenberger et al., « Adhesive luting of new CAD/CAM materials ».

2.3.5 Protocole de collage Celtra Duo

- Mordançage de la dent (optionnel), rinçage et séchage
- Application de l'adhésif Prime and Bond Active sur la dent :
(Pendant 20s puis évaporer les solvant)
- Bien nettoyer la restauration aux ultrasons, à la vapeur ou à l'alcool après usinage
- Mordançage de l'intrados de la pièce prothétique (5 % d'acide fluorhydrique pendant 30s)
- Rincer abondamment puis sécher
- Application de silane en fine couche (Calibra Silane). Il est recommandé d'appliquer le silane dès que le mordançage est terminé
- Laisser agir 60 secondes, en remettant du silane si la couche n'est pas fluide. Ensuite sécher en envoyant un jet d'air puissant.

Pour des restaurations de plus de 2,5mm d'épaisseur, il faut polymériser l'adhésif avant la mise en place de la restauration.

L'évaluation in vitro des propriétés de liaison a montré une performance encourageante de liaison des couronnes de Celtra Duo lorsqu'elle est prétraitée comme recommandé par le fabricant (acide fluorhydrique), et suffisante pour résister aux forces intraorales de mastication.¹¹²

La polymérisation de l'adhésif avant collage augmente l'adhérence des restaurations.¹¹³

Tableau 19 : Types de scellement conseillés pour Celtra Duo par le fabricant en fonction des indications

	Scellement auto-adhésif	Scellement adhésif renforcé
Inlays	R	VR
Onlays	R	VR
Couronnes	R	VR
Facettes		VR

R = recommandé
HR = vivement recommandé

Source : Dentsply-Sirona, « Mode d'emploi celtra duo », 2018.

¹¹² Frankenberger et al.

¹¹³ Maenosono et al. « Clinical Evaluation of Chairside Fabricated Posterior Partial Crowns—24-months Results »

Les premiers articles qui évaluent les résultats cliniques de ce matériau montrent qu'il existe à 6 mois une bonne intégration esthétique de la restauration ¹¹⁴, que le taux de survie à 24 mois est de 98,8% ¹¹⁵ et que le taux de survie à 3 ans est de 99 %. ¹¹⁶

Par ailleurs il a été montré un taux de succès de 96,7 % pour Celtra Duo à la fois polie et Cuite après 12 mois. ¹¹⁷

Les SLZ apparaissent prometteuses en tant que matériau alternatif pour des restaurations avec CFAO au fauteuil, mais des études complémentaires à plus long termes sont nécessaires pour conclure.

Par ailleurs il a été montré que Celtra Duo possède une meilleure adhérence que l'Emax et qu'un traitement par acide fluorhydrique permet d'obtenir de meilleures valeurs d'adhérence que le sablage. ¹¹⁸

2.3.6 Impact du collage sur la céramique

2.2.6.1 Rappel de l'impact de l'acide fluorhydrique sur la céramique

Lors de l'utilisation d'acide fluorhydrique il y a la création de microcavités dans la matrice vitreuse et ces microcavités augmentent en largeur et en profondeur avec le temps d'application de l'acide ¹¹⁹ et l'exposition des cristaux après la dissolution de la phase vitreuse.

Cela crée une exposition de la silice et l'acide fluorhydrique augmente la rugosité de surface et permet également d'augmenter l'énergie de surface.

Ainsi le meilleur traitement de surface pour les céramiques et l'utilisation d'acide fluorhydrique et de silane. ¹²⁰

Dans le cas de la Celtra Duo un temps d'application supplémentaire de 10s pour un temps d'application total de 30s permet d'augmenter l'énergie de surface et les valeurs d'adhérences. ¹²¹

¹¹⁴ Maenosono et al., « Clinical perceptions of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : a case report and 6-month follow-up ».

¹¹⁵ Frankenberger et al., « Adhesive luting of new CAD/CAM materials ».

¹¹⁶ Maenosono et al. « Clinical Evaluation of Chairside Fabricated Posterior Partial Crowns—24-months Results »

¹¹⁷ Zimmermann et al., « Indirect zirconia-reinforced lithium silicate ceramic CAD/CAM restorations : preliminary clinical results after 12 months ».

¹¹⁸ Barchetta et al., « Strength of a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : acid-etching time and resin cement application effects ».

¹¹⁹ Ramakrishnaiah et al., « The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics ».

¹²⁰ Strasser et al., « Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment ».

¹²¹ Barchetta et al., « Strength of a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : acid-etching time and resin cement application effects ».

En effet l'augmentation de la rugosité permet d'augmenter la mouillabilité (du fait de la réduction de l'angle de contact) ce qui facilite le collage et augmente les valeurs d'adhérence.¹²²

Lors du traitement de surface de Celtra Duo et comme les résultats retrouvés pour les autres céramiques, le sablage est déconseillé car il provoque des microfractures et des fissures dans la céramique et il doit donc être évité.¹²³

2.3.6.2 Rappel de l'impact de l'impact du collage sur les propriétés mécaniques

Le type de scellement ou collage qu'il soit conventionnel, auto-adhésif ou adhésif n'a pas d'impact sur la résistance à la fracture de Celtra Duo même si une tendance oriente vers de plus grandes valeurs pour un scellement adhésif.

Le collage augmente la résistance en flexion de Celtra duo.¹²⁴

Le type de liaison utilisée n'a pas non plus d'influence sur les performances in vitro de la céramique ni sur son adaptation marginale.¹²⁵

Même s'il a été montré que la résistance en flexion de la céramique augmente avec le temps d'application de l'acide.¹²⁶

Un temps de mordantage trop long entraîne une diminution des propriétés mécaniques avec un risque accru de propagation des fissures.¹²⁷

¹²² Ramakrishnaiah et al., « The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics ».

¹²³ Strasser et al., « Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment ».

¹²⁴ Barchetta et al., « Strength of a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : acid-etching time and resin cement application effects ».

¹²⁵ Aboushelib et Sleem, « Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives ».

¹²⁶ Strasser et al., « Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment ».

¹²⁷ Barchetta et al., « Strength of a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : acid-etching time and resin cement application effects ».

3 : Tests mécaniques

3.1 Introduction

Les deux premières parties de cette thèse ont permis d'introduire les propriétés mécaniques des SLZ, après un bref rappel des propriétés mécaniques des céramiques, puis de la comparaison des SLZ avec l'Emax et entre elles (Suprinity et Celtra Duo).

L'étude suivante a pour objectif de comparer les propriétés mécaniques (résistance à la flexion et micro-dureté) de Emax, Suprinity et Celtra Duo ainsi que l'influence de l'usinage sur les propriétés mécaniques de ces céramiques et l'impact de la cuisson de Celtra Duo.

En effet très peu d'articles font une comparaison directe entre les 3 céramiques.

L'hypothèse de cette étude est que les propriétés mécaniques mesurées par flexion 3 points dépendent des conditions d'usinage. On suppose en particulier que les conditions d'usinage produisant une rugosité de surface plus élevée augmentent le risque de fracture et diminuent la résistance mécanique des échantillons.

3.2 Matériels et méthodes

3.2.1 Matériel utilisé

Le tableau suivant résume les trois matériaux étudiés ainsi que leur composition chimique.

Tableau 20 : Céramiques étudiées avec leur composition chimique

Matériaux	Fabricants	Compositions Chimiques (Cf. Partie 2)*
EMAX	Ivoclar-Vivadent	SiO ₂ , K ₂ O, CaO, Na ₂ O, F, P ₂ O ₅ , Al ₂ O ₃ , TiO ₂ , Pigments
SUPRINITY	Vita	SiO ₂ , Li ₂ O, K ₂ O, P ₂ O ₅ , Al ₂ O ₃ , ZrO ₂ , CeO ₂ , Pigments
CELTRA DUO	Dentsply-Sirona	SiO ₂ , Li ₂ O, P ₂ O ₅ , Al ₂ O ₃ , ZrO ₂ , CeO ₂ , Tb ₂ O ₃

Source : Auteur, 2021.

*Compositions chimiques fournies par les fabricants

3.2.2 Préparation des échantillons

Afin de réaliser les tests de flexion, 4 blocs CFAO d'Emax et Suprinity ainsi que 8 blocs de Celtra Duo ont été préparés, soit 16 blocs en tout.

Les blocs ont été séparés en 2 groupes (Usinés et non Usinés) selon la répartition suivante :
2 blocs Emax (EM), 2 blocs Emax Usinés (EMU), 2 blocs Suprinity (S), 2 blocs Suprinity usinés (SU), 2 blocs Celtra Duo Cuite (CDC), 2 blocs Celtra Duo non cuite (CD), 2 blocs Celtra Duo non cuite usinés (CDU) et 2 blocs Celtra Duo cuite usinés (CDCU).

En effet 8 blocs ont été découpés avec une tronçonneuse de précision (Isomet) et les 8 autres blocs ont été usinés.

Les échantillons de dimension souhaitée $3 \times 4 \times 14 \text{ mm}^3$ ont été préparés selon le protocole suivant :

Sans usinage

- Fixation des blocs sur un barreau avec de la cire
- Découpage des échantillons par l'Isomet aux dimensions (3mm x 4mm x 14mm)
- Polissage mécanique avec une feuille aux grains 800 puis 1200
- Biseautage des angles en longueur (Feuille avec grains 1200)
- Cuisson des échantillons selon les données des fabricants
- Mesure de la section des blocs au futur point d'appui

Avec usinage

- Usinage des blocs par une usineuse FAO
- Création d'une rugosité de surface après usinage (post-usinage calibré) : Création de rugosité sur les 2 faces principales (surface la plus grande) à l'aide d'une fraise conique à bout hémisphérique de diamètre 1,05 mm (Lyra) et de taille moyenne des grains $78 \mu\text{m}$
- Biseautage des angles (Feuille avec grains 1200)
- Cuisson des échantillons selon les données des fabricants
- Mesure de la section des blocs au futur point d'appui

Une fois les blocs préparés ils ont été mesurés et marqués au crayon afin d'être identifiés.

10 barrettes de chaque matériau ont été obtenues soit 80 barrettes.

Toutes les barrettes ont été mesurées et marquées au crayon pour être reconnues après les tests de flexion et récupérées.

3.2.3 Machines utilisées

Sans usinage

Plaque de chauffage de la cire
Machine à découper de précision (Isomet)
Polisseuse (Planopol 3)
Four Programat P300 (Ivoclar-Vivadent)
Machine de flexion 3 points (Shimatzu)
Microduremètre (Metkon)

Avec usinage

Usineuse Lyra (prototype industriel)
Four Programat P300 (Ivoclar-Vivadent)
Machine de flexion 3 points (Shimatzu)
Microduremètre (Metkon)

3.2.4 Test de flexion 3 points

Une fois les échantillons préparés, leurs dimensions ont été rentrées dans le logiciel TrapeziumX de la machine de test universel de flexion 3 points Shimatzu afin de calculer automatiquement la contrainte et la déformation appliquée dans la zone utile de l'échantillon.

Après calibrage de la machine, chaque échantillon a été placé au centre du dispositif de flexion sur deux supports cylindriques éloignés de ?? mm. Une force verticale est appliquée au centre de l'échantillon par l'intermédiaire d'un cylindre se déplaçant à une vitesse de 0,5mm/min jusqu'à rupture. La force a été enregistrée en Newton par une cellule de force de 5 kN, et la contrainte σ a été calculée en Mégapascals selon la formule suivante :

$$\sigma = (3Pl) / (2wb^2)$$

Où **P** est la charge appliquée en Newton (N), **l** est la distance entre les supports en (mm), **w** est la largeur de l'échantillon (mm) et **b** est l'épaisseur de l'échantillon (mm)

La déformation de l'échantillon (sans unité) a été calculée tout au long du test selon la formule suivante :

$$\varepsilon = (6bd) / (l^2)$$

Où **d** est la déflexion correspondant à la charge **P**

La résistance en flexion R_m de l'échantillon est la contrainte maximale mesurée au cours du test (lorsque la charge **P** est maximale). Le module d'Young est la pente à l'origine de la courbe contrainte-déformation. Ces deux paramètres ont été mesurés automatiquement à l'aide du logiciel TrapeziumX.

Néanmoins lors de la réalisation des tests la mesure de la compliance n'ayant pas été effectuée pour des raisons techniques la mesure des modules d'Young est faussée et n'a donc pas été rajoutée aux résultats.

3.2.5 Test de microdureté Vickers

Les échantillons fracturés en deux ont été récupérés afin de réaliser un test de microdureté.

Un échantillon de chaque groupe a été pris et poli avec une feuille de rugosité 800 en utilisant un microduremètre (Planopol 3, Struers, Kobenhavn, Danemark) puis métallisés.

Puis pour chaque échantillon (8) un test de microdureté a été effectué en utilisant une machine de test Mekton (MH-3, Metkon) avec un temps d'application de 20s avec une charge de 0,5kg. 5 points ont été mesurés sur chaque échantillon.

La dureté Vickers a été calculée avec la formule suivante en Gigapascals :

$$(HV)=0.1891F/d^2$$

Où **F** est la force appliquée (N) et **d** la longueur moyenne (mm) de la diagonale laissée par l'indenteur.

3.2.6 Étude par fractographie

D'autres fragments issus des tests de flexion ont été récupérés (8) afin d'effectuer une analyse par fractographie en analysant les zones de fracture.

Pour cela les échantillons ont été métallisés puis analysés par Microscopie électronique à balayage.

3.3 Résultats

3.3.1 Tests de flexion

Les résultats des tests de flexion (contrainte moyenne à la rupture) sont présentés dans le tableau ci-dessous. Il s'agit des moyennes sur les 10 échantillons de chaque groupe ainsi que les écart-types.

Tableau 21 : Présentation des résultats des tests de flexion et des modules d'Young calculés

Céramiques	EM	EMU	S	SU	CD	CDU	CDC	CDCU
Résistance Moyenne à la flexion (MPa)	292	320,6	259	228,3	162	167,6	237,4	239,8
Écart-Type (MPa)	85,5	29,4	29,4	33,5	40	21	32	42

Source : Auteur, 2021.

EM : Emax, **EMU** : Emax usiné, **S** : Suprinity, **SU** : Suprinity Usiné **CD** : Celtra Duo, **CDC** : Celtra Duo Cuite, **CDU** : Celtra Duo Usiné **CDC** : Celtra duo Cuite, **CDCU** : Celtra Duo Cuite Usinée

Les résultats montrent que la résistance en flexion de l'Emax (292 +/- 85,5 Mpa) est supérieure à celle de Suprinity (259 +/- 29,4 MPa) et Celtra Duo cuite (237,4 +/- 32 MPa). Par ailleurs la résistance est inférieure pour Celtra Duo non cuite (162 +/- 40 MPa) par rapport à Celtra Duo cuite (237,4 +/-32 MPa). L'usinage permet une meilleure résistance pour l'Emax et Celtra Duo mais inférieure pour Suprinity. Ces résultats sont semblables à certains résultats retrouvés dans la littérature ^{128 129 130} notamment concernant les échantillons usinés.¹³¹

¹²⁸ Lawson, Bansal, et Burgess, « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ».

¹²⁹ Romanyk et al., « Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD-CAM ».

¹³⁰ Nishioka et al., « Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations ».

¹³¹ Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ».

3.3.2 Test de microdureté

Les résultats des tests de dureté Vickers sont regroupés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 22 : Résultats des tests de microdureté

Céramique	EM	EMU	S	SU	CDC	CDCU	CD	CDU
Valeurs (HV)	565,2	655,8	612,7	612,7	638,7	1087,4	637,1	627,2
	554,3	688,4	637,2	627,2	638,7	1058,4	601,9	696
	539,7	707,5	715,4	715,4	671,8	872,4	627,2	684,7
	537,1	614,3	696	696	681	928,5	666,4	642,1
	562,5	523,5	688,4	688,4	681	928,5	606,5	657,6
Moyenne	557,76	637,9	669,94	667,94	662,24	925,04	627,82	661,52

EM : Emax, **EMU** : Emax Usinée, **S** : Suprinity, **SU** : Suprinity Usinée **CD** : Celtra Duo, **CDC** : Celtra Duo Cuite, **CDU** : Celtra Duo Usinée **CDC** : Celtra duo Cuite, **CDCU** : Celtra Duo Cuite Usinée

Source : Auteur, 2021.

Les résultats montrent que Emax non usinée est moins dure (557,76) que les autres groupes et que Celtra Duo cuite et usinée possède la dureté la plus élevée (925,04). Les autres valeurs sont similaires entre elles. La dureté de Suprinity (637,2) est similaire à celle de Celtra Duo cuite et non cuite qu'elle

soit usinée ou non (638,7) et Emax Usinée. Ces résultats sont similaires à ceux retrouvés dans la littérature.^{132 133}

3.3.3 Analyse par fractographie

L'analyse par fractographie avec une observation au microscope électronique à balayage a permis d'obtenir les images des surfaces fracturées avec un grossissement X20.

Figure 19 : Images des points de fracture observés au MEB

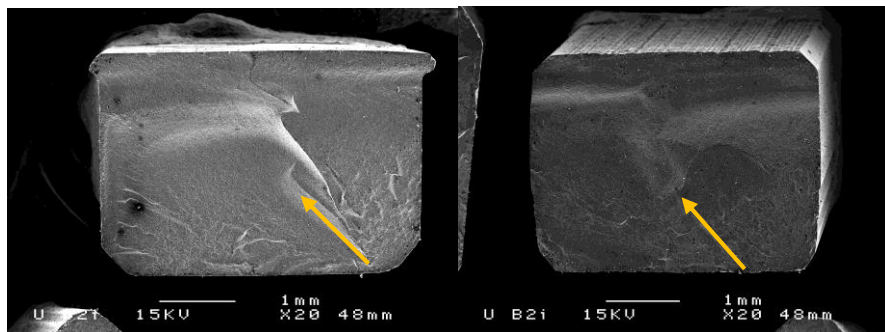


Image 1 : Emax

Image 2 : Emax usinée

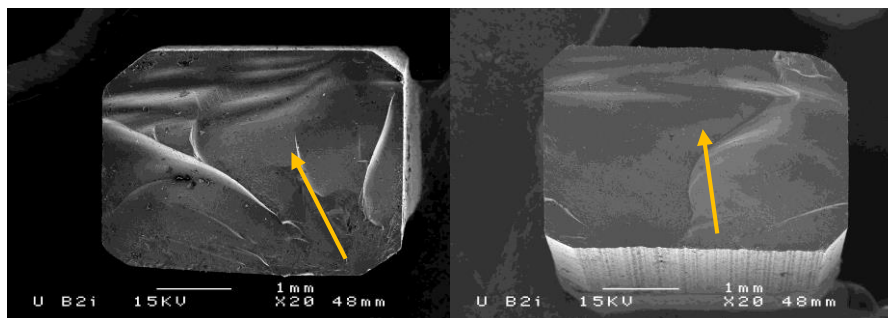


Image 3 : Suprinity

Image 4 : Suprinity usinée

¹³² Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

¹³³ Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ».

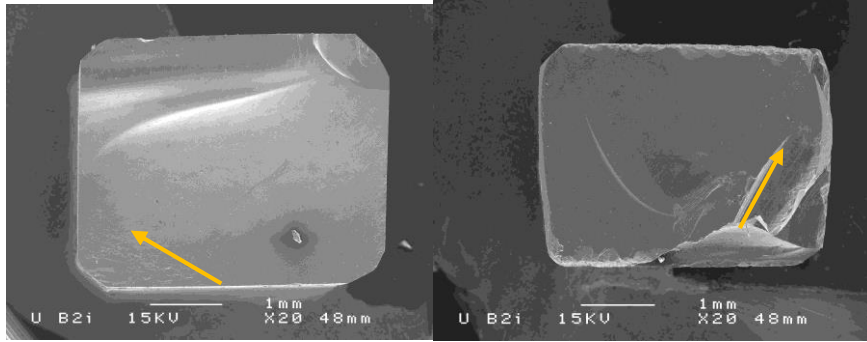


Image 5 : Celtra Duo

Image 6 : Celtra Duo usinée

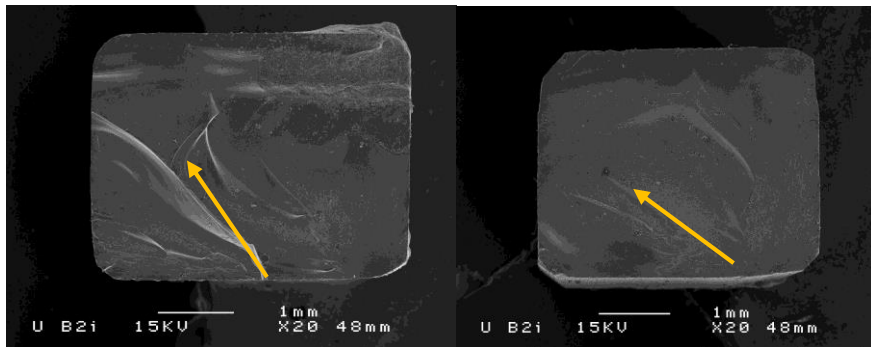


Image 7 : Celtra Duo cuite

Image 8 : Celtra Duo cuite et usinée

Source : Auteur, 2021.

Les flèches jaunes indiquent le sens de propagation des fissures.

Cette analyse permet de visualiser le point à partir duquel les fissures se développent avant d'aboutir à la fracture de l'échantillon. Cette zone est très bien visible sur les Images 1 et 3.

On observe que les points d'origine des fractures sont à l'opposé du point d'application des forces.

(cf. annexe 13).

La zone d'origine de la fracture a pu être observée mais un plus fort grossissement est nécessaire afin d'identifier le défaut à l'origine de la fracture.

3.4 Discussion

Les résultats des tests de flexion viennent se rajouter aux nombreux résultats détaillés dans la partie

2. La littérature montre des résultats contradictoires quant aux tests de flexion.

L'hypothèse de départ concernant l'usinage ne semble pas se vérifier avec les résultats trouvés. En effet ici, l'usinage des céramiques ne diminue pas les valeurs de la résistance en flexion. Et même si pour Suprinity et Celtra Duo les valeurs sont très proches (légèrement inférieures concernant Suprinity et légèrement supérieures pour Celtra Duo cuite) elles sont plus importantes pour l'Emax.

Les résultats concernant l'usinage sont donc plutôt étonnants concernant l'Emax.

Il est possible que les conditions d'usinage utilisées génèrent une rugosité plus faible (ou équivalente) que le polissage à 1200 sur l'Emax. Il faudrait réaliser en complément de ce travail de recherche une mesure de la rugosité des échantillons polis et usinés pour voir s'il y a une différence.

Celtra Duo non cuite possède la moins bonne résistance en flexion de toutes les céramiques étudiées avec des valeurs beaucoup plus basses ce qui vient confirmer le fait que la cuisson permet d'améliorer les propriétés mécaniques de Celtra Duo et la pertinence clinique de Celtra duo non cuite ne peut être démontrée.

Les résultats des tests de microdureté sont similaires à ceux retrouvés dans la littérature même s'ils sont moins nombreux et que des études complémentaires sont nécessaires pour conclure concernant ces tests.^{134 135}

¹³⁴ Riquieri et al., « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ».

¹³⁵ Furtado de Mendonca et al., « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ».

3.5 Conclusion

Les tests effectués sont cohérents avec une partie de la littérature, mais la littérature pouvant montrer des résultats contradictoires notamment concernant les tests de flexion, il est nécessaire d'obtenir une standardisation de la réalisation des tests pour plus de cohérence.

Plusieurs points peuvent ressortir de ces tests :

- L'usinage ne diminue pas les propriétés mécaniques des céramiques testées par rapport à une préparation par tronçonneuse de précision (Isomet) et possède même des valeurs supérieures concernant la résistance en flexion de l'Emax.
- La dureté Vickers est différente entre les différents types de céramiques, avec une valeur moins élevée pour l'Emax non usiné et les SLZ sont plus dures que Emax non usinée mais possèdent une dureté similaire avec Emax usinée et entre elles.
- La résistance en flexion est supérieure pour l'Emax usinée et non usinée comparée au SLZ qui ont une résistance similaire.
- Les résultats confirment par ailleurs le fait que les propriétés mécaniques de Celtra Duo non cuite sont beaucoup plus faibles que Celtra Duo Cuite.

Conclusion

Tout au long de cette thèse ont été abordées les propriétés mécaniques des céramiques SLZ et de l'Emax. Les résultats de la littérature sont parfois contradictoires ce qui ne permet pas de conclure aisément sur la supériorité d'une céramique par rapport à une autre. Mais les variations de résultats viennent d'une différence dans la préparation des échantillons puisque les échantillons peuvent être préparés par usinage ou avec un isomètre.

Néanmoins la réalisation de tests complémentaires pour cette thèse permet d'apporter des éléments de réponses complémentaires sur les tendances :

- La dureté de Celtra duo et de Suprinity sont similaires entre elles et supérieures à Emax.
- La résistance à la flexion de Celtra Duo est supérieure à celle de Emax et Suprinity.
- Celtra Duo non cuite possède des propriétés mécaniques inférieures à Celtra Duo cuite
- L'usinage ne diminue pas les propriétés mécaniques des céramiques

Malgré cette difficulté à conclure presque l'ensemble de la littérature sur le sujet a été abordé ce qui permet d'en apprendre davantage sur ces céramiques et de se faire son propre avis sur la valeur de chaque céramique.

L'apport complémentaire des tests réalisés et de cette thèse reste la comparaison directe entre échantillons usinés et non usinés. En effet il manquait dans la littérature une comparaison directe qui vient d'être réalisée. Malgré des résultats qui ne sont pas en cohérence avec les résultats attendus cela a permis de montrer la nécessité de plus de standardisation dans la réalisation des tests et la nécessité de plus de recherches concernant l'impact de l'usinage sur les propriétés mécaniques des céramiques Emax et SLZ et de plus de recherches comparant directement les trois céramiques en même temps.

Bibliographie

- Aboushelib, M. N., et D. Sleem. « Microtensile bond strength of lithium disilicate ceramics to resin adhesives ». *The journal of adhesive dentistry* 16, n° 6 (2014): 547-52.
<https://doi.org/10.3290/j.jad.a33249>.
- Abu-Izze, F. O., G. F. Ramos, A. L. S. Borges, L. C. Anami, et M. A. Bottino. « Fatigue behavior of ultrafine tabletop ceramic restorations ». *Dental materials* 34, n° 9 (2018): 1401-9.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.06.017>.
- Ataol, A. S., et G. Ergun. « Effects of surface treatments on repair bond strength of a new CAD/CAM ZLS glass ceramic and two different types of CAD/CAM ceramics ». *Journal of oral science* 60, n° 2 (2018): 201-11. <https://doi.org/10.2334/josnugd.17-0109>.
- Aurélio, I. L., L. S. Dorneles, et L. G. May. « Extended glaze firing on ceramics for hard machining : crack healing, residual stresses, optical and microstructural aspects ». *Dental materials* 33, n° 2 (2017): 226-40. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.12.002>.
- Badawy, R., O. El-Mowafy, et L. E. Tam. « Fracture toughness of chairside CAD/CAM materials - Alternative loading approach for compact tension test ». *Dental materials* 32, n° 7 (2016): 847-52. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.03.003>.
- Barchetta, N. F., M. Amaral, C. Prochnow, F. P. Rodrigues, M. A. Bottino, L. F. Valandro, et R. M. de Melo. « Strength of a zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : acid-etching time and resin cement application effects ». *The international journal of periodontics & restorative dentistry* 39, n° 3 (2019): 431-37. <https://doi.org/10.11607/prd.4117>.
- Belli, R., M. Wendler, D. de Ligny, M-R. Cicconi, A. Petschelt, H. Peterlik, et U. Lohbauer. « Chairside CAD/CAM materials. Part 1: measurement of elastic constants and microstructural characterization ». *Dental materials* 33, n° 1 (2017): 84-98.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.10.009>.
- Chavali, R., A. H. Nejat, et N. C. Lawson. « Machinability of CAD-CAM materials ». *The journal of prosthetic dentistry* 118, n° 2 (2017): 194-99. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2016.09.022>.
- Chen, X-P., Z-X. Xiang, X-F. Song, et L. Yin. « Machinability : zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic versus lithium disilicate glass ceramic ». *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 101 (2019): 103435. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103435>.
- Commission des dispositifs médicaux de l'association dentaire française. *Les céramo-céramiques*. 2e édition. Paris : Association dentaire française, 2011.
- Dal Piva, A., L. Contreras, F. C. Ribeiro, L. C. Anami, S. Camargo, A. Jorge, et M. A. Bottino. « Monolithic

- ceramics : effect of finishing techniques on surface properties, bacterial adhesion and cell viability ». *Operative dentistry* 43, n° 3 (2018): 315-25. <https://doi.org/10.2341/17-011-L>.
- D’Arcangelo, C., L. Vanini, G. D. Rondoni, et F. De Angelis. « Wear properties of dental ceramics and porcelains compared with human enamel ». *The journal of prosthetic dentistry* 115, n° 3 (2016): 350-55. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2015.09.010>.
- Dejou, J. « Les céramiques ». Société francophone de biomatériaux dentaires, 2009.
<http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap17/site/html/cours.pdf>.
- Dentsply Sirona. « Celtra Duo - Documentation technique », 2018.
<https://pdf.medicalexpo.fr/pdf/dentsply-sirona/celtra-duo/70662-222225.html>.
- . « Guide de mise en oeuvre Celtra Duo », 2014. <https://reunion-sante.com/wp-content/uploads/2016/03/2014-030-Actualites-Cabinet-Dentaire-Dentsply-Brochure-Celtra-Duo.pdf>.
- . « Technical monograph Celtra Duo », 2016.
<https://assets.dentsplysirona.com/dentsply/microsites/celtra/celtraduo-tech-monograph.pdf>.
- Dentsply-Sirona. « Celtra Duo Factfile », 2017.
https://assets.dentsplysirona.com/dentsply/pim/manufacture/Prosthetics/Fixed/High_strength_glass_ceramic/Celtra_Duo/BRO_Celtra_Duo_FactFile_EN_2017_02.pdf.
- . « Mode d’Emploi Celtra Duo », 2018. <http://websitesreunion-sante.com/03-Actualites/2014-031%20-%20Actualit%C3%A9s%20Cabinet%20Dentaire%20-%20Dentsply%20-%20Mode%20D%27emploi%20Celtra%20Duo.pdf>.
- Elsaka, S. E., et A.M. Elnaghy. « Mechanical properties of zirconia reinforced lithium silicate glass-ceramic ». *Dental materials* 32, n° 7 (2016): 908-14.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.03.013>.
- Frankenberger, R., V. E. Hartmann, M. Krech, N. Krämer, S. Reich, A. Braun, et M. Roggendorf. « Adhesive luting of new CAD/CAM materials ». *International journal of computerized dentistry* 18, n° 1 (2015): 9-20.
- Furtado de Mendonca, A., M. Shahmoradi, C. V. Gouvêa, G. M. De Souza, et A. Ellakwa. « Microstructural and mechanical characterization of CAD/CAM Materials for monolithic dental restorations ». *Journal of prosthodontics* 28, n° 2 (2019): 587-94.
<https://doi.org/10.1111/jopr.12964>.
- Grange, S., et J-L. Prensier. « Le Module de Weibull ». ENS Cachan, Université Paris-Saclay, 2006.
<https://eduscol.education.fr/sti/sites/eduscol.education.fr.sti/files/ressources/pedagogiques/7594/7594-le-modele-de-weibull-un-critere-de-rupture-probabiliste-ensps.pdf>.
- Helper, M. « Étude des matériaux de reconstruction prothétique odontologique en salive artificielle ». Thèse, Université de Lorraine, 2012. <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01749870>.

Ivoclar-Vivadent. « Mode d'emploi Emax », 2010.

<https://www.ivoclarvivadent.fr/zoolu-website/media/document/5463/IPS+e-max+Ceram>.

Jacquot, B. « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie ». Société francophone de biomatériaux dentaires, 2010.

<http://campus.cerimes.fr/odontologie/enseignement/chap4/site/html/cours.pdf>.

Kopeliovich, D. « 3 point and 4 point-flexure tests », 2012.

https://www.substech.com/dokuwiki/doku.php?id=flexural_strength_tests_of_ceramics.

Krüger, S., J. Deubener, C. Ritzberger, et W. Höland. « Nucleation kinetics of lithium metasilicate in ZrO₂-bearing lithium disilicate glasses for dental application ». *International journal of applied glass science* 4, n° 1 (2013): 9-19. <https://doi.org/10.1111/ijag.12011>.

Lawson, N. C., R. Bansal, et J. O. Burgess. « Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials ». *Dental materials* 32, n° 11 (2016): 275-83.

<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.08.222>.

Maenosono, R-M., L F. Brianezzi, S K. Ishikiriyama, et A. Y. Furuse. « Clinical perceptions of zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : a case report and 6-month follow-up ». *General dentistry* 67, n° 1 (2019): 47-50.

Matzinger, M., S. Hahnel, V. Preis, et M. Rosentritt. « Polishing effects and wear performance of chairside CAD/CAM materials ». *Clinical oral investigations* 23, n° 2 (2019): 725-37.

<https://doi.org/10.1007/s00784-018-2473-3>.

Monteiro, J. B., H. Riquieri, C. Prochnow, L. F. Guilardi, G. K. R. Pereira, A. L. S. Borges, R. M. de Melo, et L. F. Valandro. « Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics : effect of ceramic thickness ». *Dental materials* 34, n° 6 (2018): 891-900.

<https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.03.004>.

Nishioka, G., C. Prochnow, A. Firmino, M. Amaral, M. A. Bottino, L. F. Valandro, et M. Renata Marques de. « Fatigue strength of several dental ceramics indicated for CAD-CAM monolithic restorations ». *Brazilian oral research* 32 (2018): e53. <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2018.vol32.0053>.

Peumans, M., E. B. Valjakova, J. De Munck, C. B. Mishevskaya, et B. Van Meerbeek. « Bonding effectiveness of luting composites to different CAD/CAM materials ». *The journal of adhesive dentistry* 18, n° 4 (2016): 289-302. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a36155>.

Ramakrishnaiah, R., A. A. Alkheraif, D. D. Divakar, J. P. Matinlinna, et P. K. Vallittu. « The effect of hydrofluoric acid etching duration on the surface micromorphology, roughness, and wettability of dental ceramics ». *International journal of molecular sciences* 17, n° 6 (2016).

<https://doi.org/10.3390/ijms17060822>.

- Riquieri, H., J.B. Monteiro, D. J. Viegas, T. B. Campos, R. M. Melo, et G. de Siqueira Ferreira Anzaloni Saavedra. « Impact of crystallization firing process on the microstructure and flexural strength of zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics ». *Dental materials* 34, n° 10 (2018): 1483-91. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.06.010>.
- Rizo-Gorrita, M., I. Luna-Oliva, M-A. Serrera-Figallo, J. L. Gutiérrez-Pérez, et D. Torres-Lagares. « Comparison of cytomorphometry and early cell response of human gingival fibroblast (HGFs) between zirconium and new zirconia-reinforced lithium silicate ceramics (ZLS) ». *International journal of molecular sciences* 19, n° 9 (2018). <https://doi.org/10.3390/ijms19092718>.
- Romanyk, D. L., Y. T. Martinez, S. Veldhuis, N. Rae, Y. Guo, S. Sirovica, G. J. P. Fleming, et O. Addison. « Strength-limiting damage in lithium silicate glass-ceramics associated with CAD-CAM ». *Dental materials* 35, n° 1 (2019): 98-104. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.11.004>.
- Springall, G. A. C., et L. Yin. « Nano-scale mechanical behavior of pre-crystallized CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic ». *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 82 (2018): 35-44. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.03.010>.
- Springall, G. A.C., et L. Yin. « Response of pre-crystallized CAD/CAM zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic to cyclic nanoindentation ». *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials* 92 (2019): 58-70. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.01.004>.
- Strasser, T., V. Preis, M. Behr, et M. Rosentritt. « Roughness, surface energy, and superficial damages of CAD/CAM materials after surface treatment ». *Clinical oral investigations* 22, n° 8 (2018): 2787-97. <https://doi.org/10.1007/s00784-018-2365-6>.
- Taha, D., S. Spintzyk, A. Sabet, M. Wahsh, et T. Salah. « Assessment of marginal adaptation and fracture resistance of endocrown restorations utilizing different machinable blocks subjected to thermomechanical aging ». *Journal of esthetic and restorative dentistry* 30, n° 4 (2018): 319-28. <https://doi.org/10.1111/jerd.12396>.
- Traini, T., B. Sinjari, R. Pascetta, N. Serafini, G. Perfetti, P. Trisi, et S. Caputi. « The zirconia-reinforced lithium silicate ceramic : lights and shadows of a new material ». *Dental materials journal* 35, n° 5 (2016): 748-55. <https://doi.org/10.4012/dmj.2016-041>.
- Tribst, J., L. M. M. Alves, A. M. Piva, R. M. Melo, A. L. Borges, T. J. Paes-Junior, et M. A. Bottino. « Reinforced glass-ceramics : parametric inspection of three-Dimensional wear and volumetric loss after chewing simulation ». *Brazilian dental journal* 30, n° 5 (2019): 505-10. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201902699>.
- VITA. « Mode d'emploi Suprinity », 2013. https://mam.vitazahnfabrik.com/portal/ecms_mdb_download.php?id=73037&sprache=fr&fallback=&rechtsraum=&cls_session_id=&neuste_version=1.

- Wendler, M., R. Belli, A. Petschelt, D. Mevec, W. Harrer, T. Lube, R. Danzer, et U. Lohbauer. « Chairside CAD/CAM materials. Part 2 : Flexural strength testing ». *Dental materials* 33, n° 1 (2017): 99-109. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.10.008>.
- Wendler, M., R. Belli, D. Valladares, A. Petschelt, et U. Lohbauer. « Chairside CAD/CAM materials. Part 3 : cyclic fatigue parameters and lifetime predictions ». *Dental materials* 34, n° 6 (2018): 910-21. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.03.024>.
- Zarone, F., M. I. Di Mauro, P. Ausiello, G. Ruggiero, et R. Sorrentino. « Current status on lithium disilicate and zirconia : a narrative review ». *BMC oral health* 19, n° 1 (2019): 134. <https://doi.org/10.1186/s12903-019-0838-x>.
- Zimmermann, M., C. Koller, A. Mehl, et R. Hickel. « Indirect zirconia-reinforced lithium silicate ceramic CAD/CAM restorations : preliminary clinical results after 12 months ». *Quintessence international* 48, n° 1 (2017): 19-25. <https://doi.org/10.3290/j.qi.a37017>.
- Zimmermann, M., A. Valcanaia, G. Neiva, A. Mehl, et D. Fasbinder. « Digital evaluation of the fit of zirconia-reinforced lithium silicate crowns with a new three-dimensional approach ». *Quintessence international* 49, n° 1 (2018): 9-15. <https://doi.org/10.3290/j.qi.a39402>.
- . « Influence of different CAM Strategies on the fit of partial crown restorations : a digital three-dimensional evaluation ». *Operative dentistry* 43, n° 5 (2018): 530-38. <https://doi.org/10.2341/17-130-L>.
- . « Three-dimensional digital evaluation of the fit of endocrowns fabricated from different CAD/CAM materials ». *Journal of prosthodontics* 28, n° 2 (2019): e504-9. <https://doi.org/10.1111/jopr.12770>.

Table des figures

Figure 1 : Diagramme Contrainte/Déformation obtenu lors d'un test de traction	6
Figure 2 : Propagation d'une fissure dans la zircone.....	10
Figure 3 : Présentation des différentes céramiques	11
Figure 4 : Analyse par Diffraction aux Rayons X de la microstructure de Suprinity, Celtra Duo et Emax dans les états cristallisés et précristallisés (sauf pour Celtra Duo)	24
Figure 5 : Image au microscope électronique à balayage de la microstructure de Emax ZirCAD (zircone), Emax CAD (disilicate de lithium), Celtra Duo et Suprinity après traitement à 5% d'acide fluorhydrique pour Emax et 0,5 % pour Celtra Duo et Suprinity pour lesquels du fait de leur plus petite microstructure l'infiltration se fait plus facilement.	27
Figure 6 : Différence de microstructure entre l'état FC et PC au Microscope électronique à Balayage	28
Figure 7 : Comparaison de la microstructure de Emax (à gauche) et Celtra Duo (à droite)	29
Figure 8 : Différences de propagation de fissures entre la phase cristallisée (haut) et la phase précristallisée (bas).....	34
Figure 9 : Représentation de la ténacité de différents matériaux en comparaison de celle de la dentine	35
Figure 10 : Tests de flexion 3 points et tests de flexion 4 points	36
Figure 11 : Résistance en flexion 3 points de différents matériaux.	37
Figure 12 : Charge maximale (en Newton) supportée par Celtra Duo, Emax et Vita Mark II avant et après vieillissement artificiel	38
Figure 13 : Représentation de la résistance à la fracture pour une même épaisseur de couronne pour Celtra Duo (CD), Suprinity (SU), Enamic (EN) et Emax (EM).....	39
Figure 14 : Surface de fragments de Celtra Duo et Suprinity après traitement à l'acide fluorhydrique (0,5 % pendant 30s). Les microfractures sont responsables d'un module de Weibull plus faible	41
Figure 15 : Dureté Vickers de différents matériaux. Les différentes lettres représentent des différences statistiquement significatives.....	43
Figure 16 : Représentation de la profondeur du matériau perdu lors d'un vieillissement accéléré. Comparaison de Celtra Duo avec d'autres céramiques	44
Figure 17 : Vue d'ensemble des étapes cliniques et du processus de fabrication de l'Emax	48
Figure 18 : Préparations nécessaires préalablement à l'utilisation de Celtra Duo	52
Figure 19 : Images des points de fracture observés au MEB	63

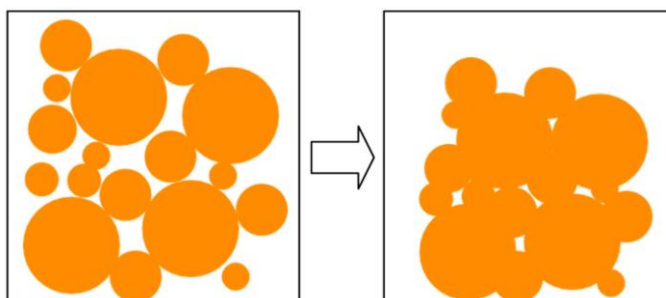
Table des tableaux

Tableau 1 : Propriété des céramiques d'infrastructure	8
Tableau 2 : Les différentes céramiques et leurs indications	12
Tableau 3 : Indications conseillées par le fabricant en fonction de la translucidité du matériau	17
Tableau 4 Valeur des résistances en flexion (bi-axiales et uni-axiales) fournies par le fabricant	20
Tableau 5 : Présentation des différentes propriétés mécaniques de Celtra Duo et Suprinity avant et après cuisson	21
Tableau 6 : Comparaison entre la résistance en flexion 3 points, le module d'Young et la dureté entre différents matériaux céramiques	21
Tableau 7 : Composition chimique de l'Emax.....	22
Tableau 8 : Composition chimique de Suprinity fournie par le constructeur	25
Tableau 9 : Composition chimique de Celtra Duo fournie par le fabricant	26
Tableau 10 : Présentation des propriétés mécaniques de l'Emax	30
Tableau 11 : Tableau résumant les différentes propriétés mécaniques et optiques fournies par le fabricant.....	30
Tableau 12 : Présentation de différentes propriétés de Suprinity comparées à l'Emax.....	31
Tableau 13 : Présentation par la fabricant des propriétés mécaniques de Celtra Duo.....	31
Tableau 14 : Tableau du module d'Young de différentes céramiques.....	32
Tableau 15 : Module de Weibull (m) et résistance en flexion (s0) de différentes céramiques obtenues à partir de tests en flexion bi-axiale (B3B disc et Plate) et 4 points (4-PB)	41
Tableau 16 : Valeur maximale de la résistance en flexion pour laquelle le matériau a 62,5% de risque de fracture lors de différents cycles de fatigue. Entre parenthèse est précisé le pourcentage par rapport à la valeur initiale trouvée.....	47
Tableau 17 : Types d'assemblages conseillés pour Emax CAD en fonction de la restauration.....	49
Tableau 18 : Épaisseurs minimales en mm nécessaires pour la réalisation de différentes techniques de mise en forme de Suprinity	49
Tableau 19 : Types de scellement conseillés pour Celtra Duo par le fabricant en fonction des indications	54
Tableau 20 : Céramiques étudiées avec leur composition chimique.....	57
Tableau 21 : Présentation des résultats des tests de flexion et des modules d'Young calculés.....	61

Tableau 22 : Résultats des tests de microdureté 62

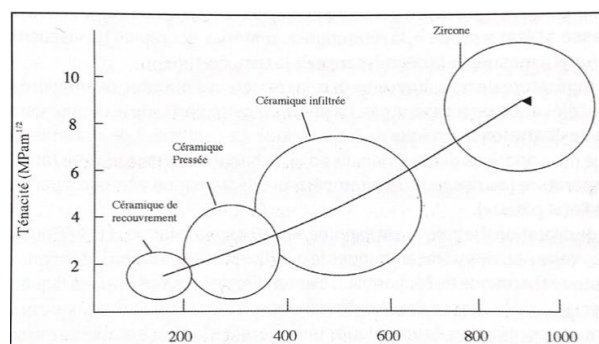
Annexes

Annexe 1 : Représentation de l'agglomération des particules au cours du frittage



Source : Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie », 2010.

Annexe 2 : Corrélation entre résistance mécanique et ténacité pour les différentes familles de matériaux céramiques



Source : Commission des dispositifs médicaux de l'association dentaire française, *Les céramo-céramiques*, 2^e édition, 2011.

Annexe 3 : Propriétés des céramiques cosmétiques

Type	Coefficient de dilatation thermique (10^{-6}C^{-1}) (entre 25 et 500°C)	Application	Résistance à la flexion (MPa)	Ténacité K1c (Mpa. $\text{m}^{1/2}$)	Module d'élasticité (GPa)	Solubilité chimique $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Température de frittage (°C)
Céramique vitreuse	9-10	Zircone	80-120	0,7-1	60-80	10-50	750-930
Céramique vitreuse très basse temp de frittage	13-14	Titane	100-135	0,7-1	60-80	10-50	650-670
Céramique vitreuse (riche en leucite)	11,6-14,7	Précieux, Non précieux	60-110	0,7-1	60-80	10-50	710-850
Céramique vitreuse «haute dilatation»	15-16	Haute teneur en or	90-110	0,7-1	60-80	10-50	710-850
Céramique vitreuse à base de fluoroapatite	9-10	Précieux, Non précieux	80-120	0,7-1	60-80	10-50	800-900

Source : Commission des dispositifs médicaux de l'association dentaire française, *Les céramo-céramiques*, 2^e édition, 2011.

Annexe 4 : Les différentes indications de l'Emax en fonction de la situation clinique préconisées selon le fabricant

Degré de translucidité	Technique de mise en œuvre					Indications									
	Technique de polissage	Technique de maquillage	Technique de cut-back	Technique de stratification	Technique CAD-on	Facette occlusale 1)	Facette péliculaire 1)	Facette	Inlay et Onlay	Couronne partielle	Couronne antérieure et postérieure	Bridge 3 éléments	Bridge + de 3 éléments	Pilier implantaire anatomique	Couronne transmise directement sur l'implant
HT High Translucency	✓	✓	✓		✓	✓	✓	✓	✓	✓		✓ CAD-on	✓ CAD-on	✓ CAD-on	
MT Medium Translucency	✓	✓	✓			✓	✓	✓		✓	✓			✓	✓
LT Low Translucency	✓	✓	✓					✓		✓	✓	✓ ²⁾		✓	✓
MO Medium Opacity				✓							✓ ³⁾			✓	
I mpulse	✓	✓	✓			✓	✓	✓							

Source : Ivoclar-Vivadent, « Mode d'emploi Emax », 2010.

Annexe 5 : Tableau résumant le protocole de cristallisation de la ZLS (Suprinity) et Emax

Table 1

Crystallization process parameters for pre-crystallized ZLS and LMGC materials based on the manufacturer recommendations.

	Pre-crystallized ZLS (Vita Suprinity)	Pre-crystallized LMGC (IPS e.max CAD)
Beginning chamber temperature (°C)	400	403
Time at the initial temperature (min)	4	6
Temperature rate increase (°C/min)	55	90
Crystallization temperature (°C/min)	840	820
Holding time (min)	8	1/6
Temperature rate increase (°C/min)	/	30
Crystallization temperature (°C/min)	/	840
Holding time (min)	/	7
Ending temperature (°C/min)	680	700

Source : Chen et al., « Machinability : Zirconia-reinforced lithium silicate glass ceramic versus lithium disilicate glass ceramic », 2019.

Annexe 6 : Tension maximale supportée avant rupture pour Celtra Duo et Suprinity en fonction de l'épaisseur de la restauration

Table 3 – Mean monotonic load-to-failure, initial load for fatigue test (~60% of monotonic mean load-to-failure), step size (5% of initial fatigue load). Fatigue failure load data: mean fatigue failure load (L_f), standard deviation (SD), and 95% confidence interval (CI) according to Dixon and Mood [30].

Groups	Mean monotonic load-to-failure (N)	Initial load for fatigue test (N)	Step size (N)	Fatigue failure load (N)	
				$L_f \pm SD^1$	95% CI
VS 1.0	1240.3	730	36	$716.5 \pm 95.5^{A**}$	654.92–778.08
VS 1.5	1529.9	900	45	$907.5 \pm 34.5^{B**}$	884.05–930.95
VS 2.0	1865.5	1097	55	$959.5 \pm 81.8^{BC**}$	908.21–1010.79
VS 2.5	1963.3	1155	58	1119.6 ± 241.7^C	974.29–1264.82
CD 1.0	885.8	521	26	$404.0 \pm 43.3^{a**}$	375.47–432.57
CD 1.5	1139.8	670	33.5	$628.1 \pm 79.6^{b**}$	576.83–679.42
CD 2.0	1333.0	784	39	$764.5 \pm 43.9^{c**}$	736.36–792.64
CD 2.5	1995.6	1174	59	1126.8 ± 80.2^d	1078.09–1175.51

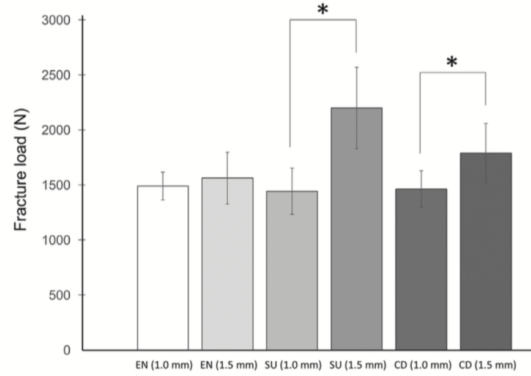
* Same letters indicate statistical equality comparing the thicknesses of each ceramic material separately.

** Double asterisk means statistical difference, comparing the different ceramic materials at same thickness (no difference only between ZLS ceramics for 2.5 mm).

Source : Monteiro et al., « Fatigue failure load of two resin-bonded zirconia-reinforced lithium silicate glass-ceramics : effect of ceramic thickness », 2018.

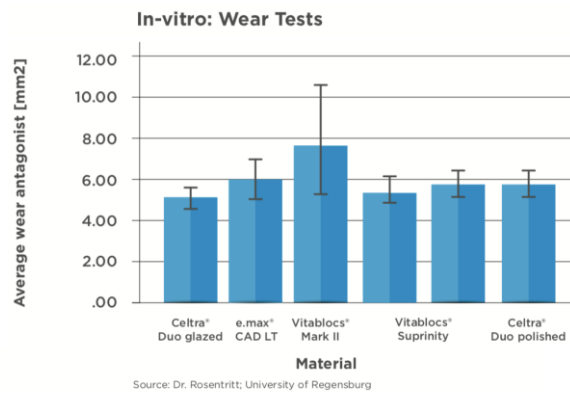
Annexe 7 : Représentation de la résistance à la fracture pour différentes épaisseurs pour Celtra Duo (CD), Suprinity (SU), Enamic (EN) et Emax (EM)

*Représente une différence statistiquement significative

















Source : Monteiro et al., 2018.

Annexe 8 : Représentation de la surface de la dent antagoniste perdue lors d'un vieillissement accéléré. Comparaison de Celtra Duo avec d'autres céramiques



Source : Dentsply Sirona, « Guide de mise en oeuvre Celtra Duo ».2014.

Annexe 9 : Présentation des différents protocoles de préparation d'une restauration en E.max avant collage

	Performance				Esthétique		
Technique	Technique de polissage	Technique de maquillage sur restauration "bleue"			Technique de maquillage sur restauration couleur dent	Technique du cut-back	Technique de stratification
Description	 <p>Polissage de la restauration "bleue", suivi d'une cristallisation sans glaçage.</p>	 <p>Variante A Glaçage avec IPS e.max CAD Crystall./Glaze Spray sur la restauration bleue et cuisson de Cristallisation Speed (Cristallisation Speed et glaçage en une étape).</p>	 <p>Variante B Maquillage et glaçage avec IPS e.max CAD Crystall./Glaze Paste/FLUO sur la restauration bleue et cuisson de Cristallisation et de maquillage/glaçage en une étape.</p>	 <p>Variante C Maquillage et glaçage avec IPS e.max CAD Crystall./Glaze Spray sur la restauration bleue et cuisson de Cristallisation et de maquillage/glaçage en une étape.</p>	 <p>Cristallisation sans application d'aucun matériau. Cuisson de maquillage/glaçage sur la restauration couleur dent avec IPS e.max CAD Crystall./ ou IPS Ivocolor</p>	 <p>Cristallisation sans application d'aucun matériau. Cuisson d'Incisal avec les matériaux IPS e.max Ceram. Cuisson de maquillage/glaçage avec les matériaux IPS Ivocolor.</p>	 <p>Cristallisation sans application d'aucun matériau. Cuisson de Dentin/Incisal avec les matériaux IPS e.max Ceram. Cuisson de maquillage/glaçage avec les matériaux IPS Ivocolor.</p>
Cycles et temps de cuisson	<p>Cristallisation Speed sans maquillage ni glaçage (max. 2 éléments) environ 14:55 min</p> <p>ou</p> <p>Cristallisation sans maquillage ni glaçage environ 25 min</p>	<p>Cristallisation Speed avec IPS e.max CAD Crystall./ Glaze Spray (max. 2 éléments) environ 14:55 min</p>	<p>Cristallisation avec IPS e.max CAD Crystall./ Shades, Stains and et Glaze Paste/FLUO environ 25 min</p>	<p>Cristallisation avec IPS e.max CAD Crystall./ Shades, Stains et Glaze spray environ 25 min</p>	<p>Cristallisation sans maquillage ni glaçage environ 25 min</p> <p>Cuisson de maquillage/glaçage avec IPS e.max CAD Crystall./ pendant environ 14:30 min ou IPS Ivocolor pendant environ 12 min</p>	<p>Cristallisation sans maquillage ni glaçage environ 25 min</p> <p>Cuisson de connexion avec les masses IPS e.max Ceram, environ 14 min ou IPS Ivocolor pendant environ. 12 min</p> <p>Cuisson d'Incisal avec les masses IPS e.max Ceram, environ 14 min</p> <p>Cuisson de maquillage/glaçage avec IPS Ivocolor environ 12 min</p>	<p>Cristallisation sans maquillage ni glaçage environ 35 min (MO, Impulse)</p> <p>Cuisson de connexion avec les masses IPS e.max Ceram, environ 14 min ou IPS Ivocolor pendant environ. 12 min</p> <p>1"/2' cuisson Dentin/Incisal avec les masses IPS e.max Ceram, 2x environ 14 min</p> <p>Cuisson de maquillage/glaçage avec IPS Ivocolor environ 12 min</p>
Temps de cuisson total	 <p>14:55 min ou 25:00 min</p>	 <p>14:55 min</p>	 <p>25:00 min</p>	 <p>25:00 min</p>	 <p>37:00 min</p>	 <p>63:00 min</p>	 <p>87:00 min</p>

Source : Ivoclar-Vivadent, « Mode d'emploi Emax », 2010.

Annexe 10 : Paramètres conseillés pour la cristallisation des restaurations Suprinity

VITA VACUMAT

Prés. °C	→ min	↗ min	↗ °C/min	T °C	→ min	Vide min	↘ °C *
400	4.00	8.00	55	840	8.00	8.00	680

* Avec un refroidissement lent, l'enceinte de chauffe doit être fermée.

Programat Ivoclar Vivadent

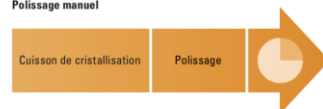
B [°C]	S [min]	t ↗ [°C/min]	T [°C]	H [min]	Vide 1 [°C]/ Vide 2 [°C]	L [°C]	tL *
400	4.00	55	840	8.00	410 / 839	680	0

* Avec un refroidissement lent, l'enceinte de chauffe doit être fermée.

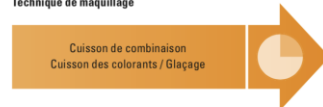
Source : VITA, « Mode d'emploi Suprinity ».

Annexe 11 : Les différentes options pour les finitions de la restauration

Polissage manuel



Technique de maquillage



Technique cut-back



Source : VITA.

Annexe 12 : Recommandations générales pour la cuisson de Celtra Duo

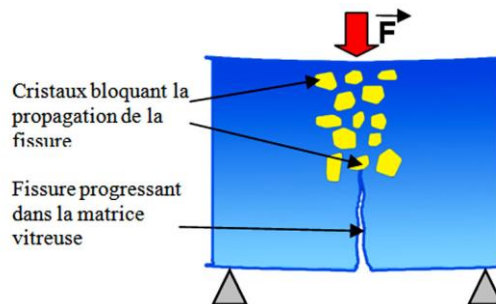
	1 ^{ère} cuisson de maquillage/glaçage	2 ^{ème} cuisson de maquillage/glaçage
Préséchage	2:00 min plus 2:00 min si vous utilisez du SuperPeg II	2:00 min plus 2:00 min si vous utilisez du SuperPeg II
Séchage (selon le type de four)	2:00 min	2:00 min
Préchauffage	2:00 min	2:00 min
Température initiale	500 °C	500 °C
Montée en température	55 °C/min	55 °C/min
Température finale	820 °C	770 °C
Vide	Sans/off	Sans/off
Temps de maintien	1:30 min	1:30 min
*Refroidissement	3:00 min	3:00 min

Source : Dentsply Sirona, « Guide de Mise en oeuvre Celtra Duo », 2014.

Annexe 13 : Effet des cristaux sur la propagation des fissures au seins d'une céramique

Pourquoi ?

La fracture d'un verre ou d'une céramique intervient par propagation de fissures. La présence de cristaux résistants dans la céramique, bloque la propagation, ou du moins ralentit la progression des fissures.



Source : Jacquot, « Propriétés mécaniques des biomatériaux utilisés en odontologie », 2010.

Vu, le Directeur de thèse

Vu, le Doyen de l'UFR d'Odontologie

Docteur Thibault DROUHET

Professeur Louis MAMAN

Vu, le Président d'Université de Paris

Professeur Christine CLERICI

Pour le Président et par délégation,

Le Doyen Louis MAMAN

Les céramiques au silicate de lithium renforcées à la zirconie (slz)

Yassine Ben Miled. Les céramiques au silicate de lithium renforcées à la Zirconie
2021. 82 p. : ill., graph., tabl. Réf. bibliographiques p.68-72.

Sous la direction de M. le Docteur Thibault Drouhet

Université de Paris
UFR d'Odontologie - Montrouge
1, rue Maurice Arnoux - 92120 Montrouge