



**HAL**  
open science

# Propriétés physico-chimiques et mécaniques des résines composites, cadre normatif, définitions et caractérisations

Bassem Ounissi

► **To cite this version:**

Bassem Ounissi. Propriétés physico-chimiques et mécaniques des résines composites, cadre normatif, définitions et caractérisations. Chirurgie. 2021. dumas-03699525

**HAL Id: dumas-03699525**

**<https://dumas.ccsd.cnrs.fr/dumas-03699525v1>**

Submitted on 20 Jun 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

## THESE

### **POUR OBTENIR LE DIPLOME D'ETAT DE DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE**

Présentée et publiquement soutenue devant

Aix-Marseille Université  
(Président : Monsieur le Professeur Éric BERTON)

Faculté des Sciences Médicales et Paramédicales  
(Doyen : Monsieur le Professeur Georges LEONETTI)

Ecole de Médecine Dentaire  
(Directeur : Monsieur le Professeur Bruno FOTI)

## ***Propriétés physico-chimiques et mécaniques des résines composites, cadre normatif, définitions et caractérisations***

Présentée par

**OUNISSI Bassem**

Né(e) le 19/11/1995

A Marseille

Thèse soutenue le **Lundi 13 décembre 2021**

Devant le jury composé  
de

Président : Professeur RASKIN Anne

Assesseurs : Docteur JACQUOT Bruno

Docteur GIRAUD Thomas

Docteur BALLESTER Benoit



## THESE

### **POUR OBTENIR LE DIPLOME D'ETAT DE DOCTEUR EN CHIRURGIE DENTAIRE**

Présentée et publiquement soutenue devant

Aix-Marseille Université  
(Président : Monsieur le Professeur Éric BERTON)

Faculté des Sciences Médicales et Paramédicales  
(Doyen : Monsieur le Professeur Georges LEONETTI)

Ecole de Médecine Dentaire  
(Directeur : Monsieur le Professeur Bruno FOTI)

## ***Propriétés physico-chimiques et mécaniques des résines composites, cadre normatif, définitions et caractérisations***

Présentée par

**OUNISSI Bassem**

Né(e) le 19/11/1995

A Marseille

Thèse soutenue le **Lundi 13 décembre 2021**

Devant le jury composé  
de

Président : Professeur RASKIN Anne

Assesseurs : Docteur JACQUOT Bruno

Docteur GIRAUD Thomas

Docteur BALLESTER Benoit

## ADMINISTRATION

### **Doyens Honoraires**

Professeur Henry ZATTARA  
Professeur André SALVADORI  
Professeur Jacques DEJOU

Professeur Raymond SANGIUOLO†

### **Directeur**

Professeur Bruno FOTI

### **Directeurs adjoints**

Professeur Michel RUQUET

Professeur Anne RASKIN

### **Chargés de missions**

Formation Initiale

Professeur Michel RUQUET

Recherche

Professeur Anne RASKIN

Formation Continue

Professeur Frédéric BUKIET

Relations Internationales

Professeur Hervé TASSERY

Internat et Diplômes d'études spécialisées

Professeur Virginie MONNET-CORTI

Affaires générales

Docteur Patrick TAVITIAN

### **Responsable Administrative**

Madame Katia LEONI

## PROMOTIONS

2019 Raymond SANGIUOLO

2020 Gaston BERGER

2021 Joseph MIGOZZI

## LISTE DES ENSEIGNANTS

### **PROFESSEURS DES UNIVERSITES – PRATICIENS HOSPITALIERS DES CSERD**

BUKIET Frédéric (58-01)

LE GALL Michel (56-01)

RASKIN Anne (58-01)

TARDIEU Corinne (56-01)

TASSERY Hervé (58-01)

FOTI Bruno (58-02)

MONNET-CORTI Virginie (57-01)

RUQUET Michel (58-01)

TARDIVO Delphine (56-02)

TERRER Elodie (58-01)

### **PROFESSEUR DES UNIVERSITES**

ABOUT Imad (65)

### **PROFESSEURS EMERITES**

DEJOU Jacques

HUE Olivier

### **MAITRES DE CONFERENCES DES UNIVERSITES – PRATICIENS HOSPITALIERS DES CSERD**

ABOUDHARAM Gérard (58-01)

BANDON Daniel (56-01)

BELLONI Didier (57-01)

BOHAR Jacques (56-01)

CAMOIN Ariane (56-01)

CAMPANA Fabrice (57-01)

CATHERINE Jean-Hugues (57-01)

GAUBERT Jacques (56-01)

GIRAUD Thomas (58-01)

GIRAUDEAU Anne (58-01)

GUIVARC'H Maud (58-01)

JACQUOT Bruno (58-01)

LABORDE Gilles (58-01)

LAN Romain (56-02)

LAURENT Michel (58-01)

LAURENT Patrick (57-01)

MAILLE Gérald (58-01)

PHILIP-ALLIEZ Camille (56-01)

POMMEL Ludovic (58-01)

PRECKEL Bernard-Éric (58-01)

RÉ Jean-Philippe (58-01)

ROCHE-POGGI Philippe (57-01)

STEPHAN Grégory (58-01)

TAVITIAN Patrick (58-01)

TERRER Elodie (58-01)

TOSELLO Alain (58-01)

## MAITRES DE CONFERENCES DES UNIVERSITES ASSOCIES

Angeline ANTEZACK (57-01)

BALLESTER Benoît (58-01)

BLANCHET Isabelle (58-01)

CASAZZA Estelle (58-01)

## ASSISTANTS HOSPITALIERS ET UNIVERSITAIRES

AL AZAWI Hala (56-01)

ARNIER Canelle (56-01)

BAUDINET Thomas (58-01)

BRINCAT Arthur (57-01)

BROS Agnès (56-01)

CHIARINI Thomas (58-01)

DUMAS Cathy (57-01)

DUPRAT Florence (56-01)

FAURE-BRAC Mathias (57-01)

FERRE Enzo (58-01)

FOUQUES Agathe (56-01)

LAURENT Camille (58-01)

LIOTARD Alicia (58-01)

MADENIAN Pauline (58-01)

MANSUY Charlotte (58-01)

MARCHAL Paul (58-01)

MARTIN William (56-01)

ONGHENA Tom (56-01)

PASCHEL Laura (58-01)

PILLIOL Virginie (58-01)

RAYNAUD Camille (58-01)

ROMAO Vincent (57-01)

VEILLARD Pierre (56-01)

## ASSISTANT DES UNIVERSITES ASSOCIE

GRINE Ghilès (57-01)

**Intitulés des sections CNU :**

**56<sup>ème</sup> section : Développement, croissance et prévention**

56-01 Odontologie pédiatrique et orthopédie dentofaciale

56-02 : Prévention – Epidémiologie – Economie de la santé – Odontologie légale

**57<sup>ème</sup> section : Chirurgie orale ; Parodontologie ; Biologie Orale**

57-01 : Chirurgie orale – Parodontologie – Biologie orale

**58<sup>ème</sup> section : Réhabilitation orale**

58-01 : Dentisterie restauratrice – Endodontie – Prothèses – Fonction-Dysfonction – Imagerie – Biomatériaux

L'auteur s'engage à respecter les droits des tiers, et notamment les droits de propriété intellectuelle. Dans l'hypothèse où la thèse comporterait des éléments protégés par un droit quelconque, l'auteur doit solliciter les autorisations nécessaires à leur utilisation, leur reproduction et leur représentation auprès du ou des titulaires des droits. L'auteur est responsable du contenu de sa thèse. Il garantit l'Université contre tout recours. Elle ne pourra en aucun cas être tenue responsable de l'atteinte aux droits d'un tiers

## ***REMERCIEMENTS***

A la présidente de thèse

Madame Le Professeur Anne RASKIN

Je vous remercie d'avoir accepté de faire partie du jury et de présider cette thèse. Je voudrais également vous remercier de nous avoir tant appris au cours de notre 6ème année dans la vacation des soins spécifiques "IGH" où votre savoir, votre gentillesse et vos bons conseils ont été un atout clé.

Ces vacations ont sans aucun doute été les meilleurs moments de ma scolarité et je garderais toujours ces merveilleux souvenirs de ce groupe de travail qui prenait les gouters avant de commencer et qui s'est entraîné tout au long de l'année. Je vous souhaite beaucoup de réussite et vous fait part de ma plus grande admiration.



A mon directeur de thèse

Monsieur le Docteur Thomas GIRAUD

Docteur, merci d'avoir accepté de faire ce travail avec moi. J'ai toujours trouvé en vous de l'attention, de l'aide, des conseils et beaucoup de disponibilité. Votre rigueur, votre sérieux et votre connaissance très poussée dans le domaine des biomatériaux nous ont permis d'achever ce travail qui sans vous n'aurait clairement pas été possible.

Je voudrais encore vous remercier pour tout ce temps passé et vous faire part de ma plus profonde gratitude pour avoir été toujours au soutien. Je vous souhaite mes meilleurs vœux pour la suite et je ne peux que recommander les futurs étudiants de travailler avec vous.

A monsieur le Docteur Bruno JACQUOT

Cher docteur, je tiens à vous remercier d'avoir accepté de faire partie du jury. Je tiens également à vous remercier pour nous avoir guidé dans l'élaboration d'un sujet aussi vaste que les résines composites, cela grâce à votre maîtrise parfaite et vos connaissances dans ce domaine et de manière plus large dans la discipline de l'odontologie restauratrice.

Je tiens également à vous remercier de nous avoir encouragé durant nos années d'études à la recherche et à la lecture de revues scientifiques car la discipline qui est la nôtre ne peut se limiter au côté pratique.

A monsieur le Dr Benoit BALLESTER

Cher docteur, déjà je voudrais vous remercier d'avoir accepté de faire partie du jury.

Vous avez été une des personnes avec qui j'ai travaillé durant mes vacances hospitalières et je ne peux que louer vos qualités dans tous les domaines de l'odontologie que ce soit aux urgences ou en odontologie restauratrice/endodontie. Bien sur vos qualités ne se limitent pas qu'en science puisque vous avez été un élément fondamental dans le développement informatique notamment par la création de l'environnement collaboratif hospitalo-universitaire pour l'odontologie. Enfin je voudrais vous exprimer mon plus grand respect pour la personne que vous êtes et vous souhaite beaucoup de succès dans tout ce que vous entreprendrez.

## SOMMAIRE

Introduction.....	1
I. Cadre normatif.....	1
II) Propriétés mécaniques, définitions et caractérisations.....	6
1) Résistances.....	6
a) Résistance en flexion.....	6
b) Résistance en traction.....	9
c) Résistance en compression.....	11
d) Résistance à l'impact.....	12
e) Résistance en cisaillement, adhésion.....	12
2) Ténacité.....	13
3) Fatigue.....	16
4) Module d'élasticité- Module de Young.....	18
5) Dureté.....	26
6) Résistance à l'usure.....	24
III) Propriétés physico-chimiques, définitions et caractérisations.....	27
A) Propriétés en rapport avec la manipulation de la résine composite.....	29
1) Adhérence aux instruments.....	29
2) Résistance à l'affaissement.....	30
3) La viscosité.....	32
4) La radio opacité.....	33
5) La porosité.....	35
6) Sensibilité à la lumière ambiante.....	38
B) Propriétés en lien avec la polymérisation.....	38
1) Le degré de conversion- cinétique de polymérisation.....	38
2) Profondeur de prise.....	42
C) Propriétés relatives à la stabilité dimensionnelle et visuelle des résines composites.....	43
1) Rétraction de polymérisation.....	43
2) Contraintes de polymérisation.....	47

<b>3) Absorption d'eau et solubilité.....</b>	<b>51</b>
<b>4)L'expansion thermique.....</b>	<b>53</b>
<b>5) Stabilité de teinte.....</b>	<b>54</b>
<b>Conclusion.....</b>	<b>55</b>



## **Introduction**

Les formulations actuelles de résines composites permettent aujourd'hui aux praticiens d'élargir les indications de ce type de biomatériau, en rendant leurs protocoles d'utilisation plus simples et reproductibles. En effet, depuis leur avènement il y a une soixantaine d'années, et avec les avancées en dentisterie restauratrice, les formulations n'ont cessé d'évoluer, grâce aux évolutions techniques du monde de l'industrie, en améliorant leurs principales propriétés physico-chimiques et mécaniques.

Tous les biomatériaux peuvent être caractérisés par un nombre important de propriétés au niveau physico-chimique et mécanique (et biologique) ; cependant, ces propriétés se révéleront être plus ou moins critiques en fonction du biomatériau étudié. Ainsi, qu'en est-il pour des biomatériaux de restaurations de type résines composites ?

Le but de ce travail est de présenter, de la manière la plus large possible, les différentes propriétés physico-chimiques et mécaniques qui sont retrouvées dans l'étude et le développement des résines composites, majoritairement sous leur forme photo-polymérisable. Il sera ainsi distingué par l'intermédiaire de ce travail, les propriétés concernées spécifiquement au niveau normatif pour cette classe de biomatériau, en comparaison de l'ensemble des propriétés étudiées.

Ainsi, après une présentation du cadre normatif relatif aux résines composites, les principales propriétés physico-chimiques et mécaniques seront étudiées. Afin de permettre au mieux leur compréhension, elles seront définies, leurs modes de caractérisations seront détaillés et représentés de manière schématique, et illustrés par des résultats issus de la littérature.

### **I) Cadre normatif**

En odontologie, comme dans les autres spécialités médicales, les biomatériaux sont considérés comme des dispositifs médicaux, et doivent de ce fait satisfaire un certain nombre d'exigences pour être commercialisés. Ces exigences sont liées à des normes plus ou moins spécifiques au dispositif médical, auxquelles ce dernier doit répondre. Ces normes sont élaborées par l'organisation internationale de normalisation ISO (International Standardisation Organisation). Cette organisation créée en 1947, basée à Genève en Suisse, compte aujourd'hui 165 membres, correspondant en réalité à des organismes nationaux, participant (pour les membres à part entière) à l'élaboration des différentes normes et pouvant

les adapter au niveau national par l'intermédiaire de comités et de sous-comités. C'est le cas par exemple de l'Association Française de Normalisation (AFNOR) en France, de la British Standards Institution (BSI) au Royaume Uni, ou encore de l'American National Standards Institute (ANSI) / ASTM (American Society for Testing and Materials) aux Etats-Unis [1].

Les résines composites, et plus spécifiquement leurs propriétés propres et leurs caractérisations, sont encadrées par la norme ISO 4049. Cette norme, initialement élaborée en 1978 intitulée « produits d'obturation dentaire à base de résine synthétique » est aujourd'hui à sa 5<sup>ème</sup> édition (révisée en 2019) et est actuellement intitulée **ISO 4049 :2019 « Médecine bucco-dentaire - Produits de restauration à base de polymères »**.

La norme ISO 4049, élaborée par le comité technique « *Médecine bucco-dentaire* », et sous-comité « *Produits pour obturation et restauration* », va spécifier les exigences relatives aux biomatériaux de restaurations « à base de polymères fournis sous une forme convenant pour le mélange mécanique, manuel, ou à polymérisation intrabuccale et extrabuccale par énergie externe, et prévus en premier lieu pour être utilisés pour des restaurations directes ou indirectes des dents et pour des scellements ». Il est à noter que cette norme ne concerne pas diverses autres formulations telles que les biomatériaux à base de polymères présentant un composant adhésif (ISO/TS 16506 :2017), destinées à la prévention, aux scellements de sillons (ISO 6874 :2015) ou encore celles utilisées pour le revêtement des bases en métal (ISO 10477 :2020)[a].

Par ailleurs, parmi les formulations concernées par la norme, une classification est proposée et va permettre de répertorier différents biomatériaux, en deux types et trois classes ; le type étant relatif à l'indication d'utilisation de la formulation, alors que la classe va concerner le mode de polymérisation :

- Le type 1 correspond aux biomatériaux de restaurations à base de polymères, définis par le fabricant comme utilisables pour des techniques restauratrices incluant les surfaces occlusales de la dent.
- Le type 2 correspond aux autres produits de restaurations et de scellement à base de polymères, incluant les biomatériaux d'assemblage.

Au sein de ces types on va pouvoir définir :

- La classe 1 correspond aux formulations auto-polymérisables obtenues par mélange entre un initiateur et un activateur.



- La classe 2 correspond aux produits à polymérisation par énergie externe qui peut être intra-orale (lumière, groupe 1) ou extra-orale (chaleur, groupe 2).
- La classe 3 correspond aux produits dont la polymérisation est dite « duale » c'est à dire présentant une prise par énergie externe, complétée par une auto-polymérisation.

Ainsi, un biomatériau de type **résine composite de restauration en technique directe photo-polymérisable**, sujet de ce travail, va être défini comme de type 1 classe 2 groupe 1. Pour l'ensemble des biomatériaux concernés par la norme, en fonction de leur classification, les formulations devront être soumises à des tests afin de répondre aux exigences énoncées (en fonction de leur classification) pour bénéficier de la norme **ISO 4049**, en présentant des valeurs équivalentes à celles décrites. Les propriétés physico-chimiques et mécaniques retrouvées sont nombreuses ; temps de prise, temps de travail, sensibilité à la lumière, profondeur de polymérisation, résistance à la flexion, absorption d'eau, solubilité et radio-opacité.

Deux points importants peuvent être relevés ; premièrement cette norme ne prend pas en compte le versant biologique puisque celle-ci indique de se référer à d'autres normes ISO, plus générales et non spécifiques aux résines composites à l'inverse de la norme 4049, à savoir les normes ISO 10993-1 :2018 « Évaluation biologique des dispositifs médicaux - Partie 1: Évaluation et essais au sein d'un processus de gestion du risque » et ISO 7405 :2018 « Médecine bucco-dentaire - Évaluation de la biocompatibilité des dispositifs médicaux utilisés en médecine bucco-dentaire ». En second lieu, d'autres propriétés concernant les propriétés physico-chimiques et mécaniques des biomatériaux de type résines composites seront présentées. Ces dernières pouvant être rattachées à d'autres normes non spécifiquement élaborées pour les résines composites, ou étant fréquemment étudiées au sein de la communauté scientifique et dans les travaux publiés, pouvant influencer l'utilisation clinique des différentes formulations disponibles actuellement. C'est le cas par exemple au niveau physico-chimique de l'évaluation du degré de conversion, du taux de rétraction ou d'expansion thermique ou encore au niveau mécanique de l'évaluation de la dureté ou du module d'élasticité.

Afin de présenter ces différentes propriétés et leur caractérisation, ce travail s'appuiera principalement sur deux articles de type « review », faisant recommandations pour la caractérisation de ce type de biomatériaux, émanant de l'Academy of Dental Materials (ADM) [2 ; 3]. Ces deux travaux présentent les principales propriétés étudiées pour les résines

composites et les tests associés qui peuvent être retrouvés au niveau normatif mais aussi par des organisations nationales et/ou universitaires. Ces travaux complètent donc les exigences relatives à la norme 4049 (qui y sont d'ailleurs présentées). Les auteurs y proposent un niveau de qualification des propriétés étudiées, en fonction de leur importance clinique, mais évaluent aussi les différents essais retrouvés en fonction de leur corrélation avec les conditions cliniques d'utilisation.

## **II) Propriétés mécaniques, définitions et caractérisations**

Les propriétés mécaniques d'un matériau, quel qu'il soit, vont être définies par le comportement d'un échantillon de matériau consécutivement à une sollicitation (force) qui va générer en son sein des contraintes. Concernant les matériaux de type résines composites, il est évident qu'ils doivent, en tant que biomatériau de restauration, redonner la fonction de la dent par l'intermédiaire de la restauration mise en place par le clinicien. Les sollicitations, notamment au niveau masticatoires sont nombreuses et ce, dans plusieurs sens de l'espace. D'autres part, de nombreux paramètres sont liés aussi bien à la pérennité de la restauration (qualité de mise en œuvre, respect du protocole clinique, salive) qu'à sa réponse mécanique aux sollicitations (présence du ligament alvéolo-dentaire, denture adjacente, interfaces dents-résine composite). Ainsi, une résine composite, et par extension tout biomatériau de restauration va être caractérisée par ses propriétés mécaniques de type résistance à différentes sollicitations (traction, flexion ...), sa ténacité ou encore sa dureté mais aussi par sa résistance à l'usure. Les propriétés qui peuvent être retrouvées sont présentées d'après Ilie et al 2017 [2] dans la figure 1. Les essais correspondants sont également listés, puisque les propriétés présentées vont être propres à l'essai réalisé. Ces essais sont spécifiques ou non aux résines composites, pouvant être adaptés de matériaux de classes chimiques différentes.

Clinical issue/ requirement	Properties	Property rank	Method	Test rank	
Fracture and deformation resistance	Strength	1	3-Point bending (ISO 4049)	1	
			4-Point bending	2	
			Biaxial flexural (ASTM F394-78)	2	
			Compression (ASTM D695)	3	
			Tensile (ASTM D638)	1	
			Diametral tensile (ANSI/ADA Spec 27)	4	
			Impact (ISO 179/1961)	2	
			Transverse impact (DIN 53 453)	2	
			Shear	4	
			Shear punch ASTM D732-46)	2	
	Toughness	2	Calculated from strength test	1	
			Impact (ISO 179/1961)	2	
			Transverse impact (DIN 53 453)	2	
	Fracture toughnesszr	1	Double torsion	2	
			Indentation—Vickers	3	
			Chevron notched specimens (ASTM E1304-97)	2	
			Single-edge notched beam (ASTM E399-12)	1	
			Compact tension (ASTM E399-12)	2	
	Edge strength—chipping	2	CK10 instrument (with acoustic emission)	1	
			Fatigue strength—Staircase	2	
	Fatigue	1	Fatigue resistance—uniaxial loading (ASTM E606/E606M-12)	2	
	Elastic Modulus	1	3-Point bending (ISO 4049)	2	
4-Point bending			1		
Biaxial flexural strength (ASTM F394-78)			3		
Compression (ASTM D695)			3		
Tensile			1		
Diametral tensile (ANSI/ADA Spec 27)			4		
Indentation(ISO/FDIS 14577-1)			1		
Indentation Hardness			1	Martens (universal) (E DIN 50359)	1
				Vickers (ISO 6507-1)	3
				Knoop (ISO 6507-1)	3
	Rockwell (ISO 2039-2)	3			
		Brinell (ISO 6506-1:200)	3		
Wear resistance	Wear—abrasion/three body	1	OHSU abrasion (ISO TS No. 14569-2)	1	
			Alabama generalized (ISO TS No. 14569-2)	2	
			ACTA(ISO TS No. 14569-2)	3	
	Wear—attrition/contact/two body	1	OHSU attrition(ISO TS No. 14569-2)	2	
			Alabama localized (ISO TS No. 14569-2)	3	
			Ivoclar-Willytec simulator	2	
			Munich-Willytec simulator	2	
	Wear—toothbrush	3	Toothbrush/toothpaste(ISO TS No. 14569-2)	3	

Figure 1: Tableau récapitulant les principales propriétés mécaniques étudiées et leurs essais relatifs [2].

Les essais principaux seront présentés par la suite, mais ils impliquent de réaliser un échantillon de matériau pour leur réalisation, la spécificité des résines composites étant que de par leur mise en œuvre, la réalisation de l'éprouvette s'avère une étape relativement importante, puisque les propriétés vont être étudiées sur le matériau dans sa forme la plus stable mécaniquement (polymérisation), à l'aide d'essais relativement sensibles. A titre d'exemple, la norme ISO 4049 recommande d'une part de réaliser les échantillons à une température ambiante donnée ( $23 \pm 1^\circ\text{C}$ ) mais également recommande une pièce exempte de lumière naturelle et dont les lumières artificielles sont pourvues de filtres, évitant l'activation et donc la polymérisation des formulations concernées. D'autre part, il est précisé également l'importance de la qualité des échantillons, notamment pour les formulations les plus délicates

à mettre en place (viscosité importante) dans les différents moules requis, afin d'éviter au maximum les imperfections de l'échantillon ou l'inclusion de bulles d'air [a].

## 1) Résistances

### a) *Résistance en flexion*

La résistance d'un matériau envers une sollicitation va se caractériser en fonction de la direction de celle-ci. La résistance en flexion peut être représentée comme l'action d'une force perpendiculairement à un corps, entraînant schématiquement sa « courbure ».

La résistance à la flexion est une des rares propriétés mécaniques décrite dans la norme ISO 4049 permettant de mesurer la résistance à la rupture de la résine composite, et est relativement simple à mettre en œuvre, cet essai est de type **flexion transverse 3 points**.

L'échantillon, celui-ci est réalisé à l'aide d'un moule en acier inoxydable de forme rectangulaire ( $2 \pm 0,1$  mm par  $25 \pm 2$  mm) de  $2 \pm 0,1$  mm d'épaisseur, recouvert de plaques métalliques ou d'une lame de verre afin de pouvoir photo-polymériser de manière rigoureuse l'échantillon (exposition des différentes faces et temps adéquat). A la fin de la polymérisation, l'échantillon est régularisé à l'aide d'un papier abrasif (320), et placé dans de l'eau ( $37 \pm 1$  °C) pendant 24 heures.

L'échantillon sera ensuite placé dans un dispositif de flexion 3 points. Ce dispositif doit permettre d'exercer une charge à vitesse constante de  $0,75 \pm 0,25$  mm/min ou un taux de chargement de  $50 \pm 16$  N/min. Des points supports vont permettre le positionnement de l'échantillon et un point de chargement de 2mm va entraîner la contrainte en son sein. La charge maximale appliquée soit à la rupture soit à la limite élastique va permettre de déterminer la résistance en flexion de l'échantillon (par l'intermédiaire de la force appliquée et des dimensions de l'échantillon) généralement exprimée en MPa (Fig. 2).

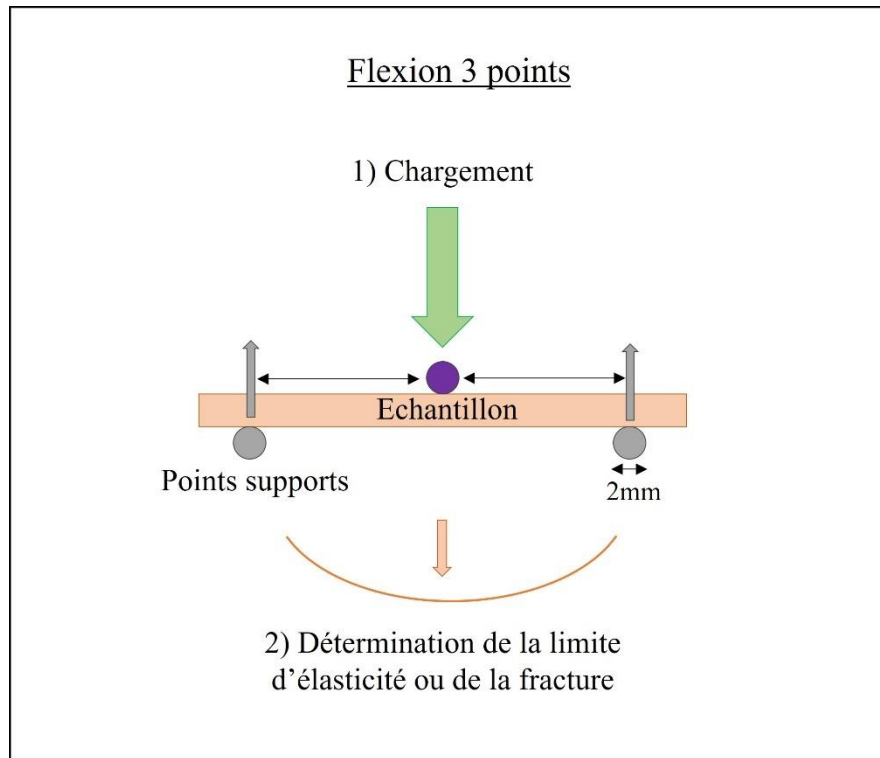


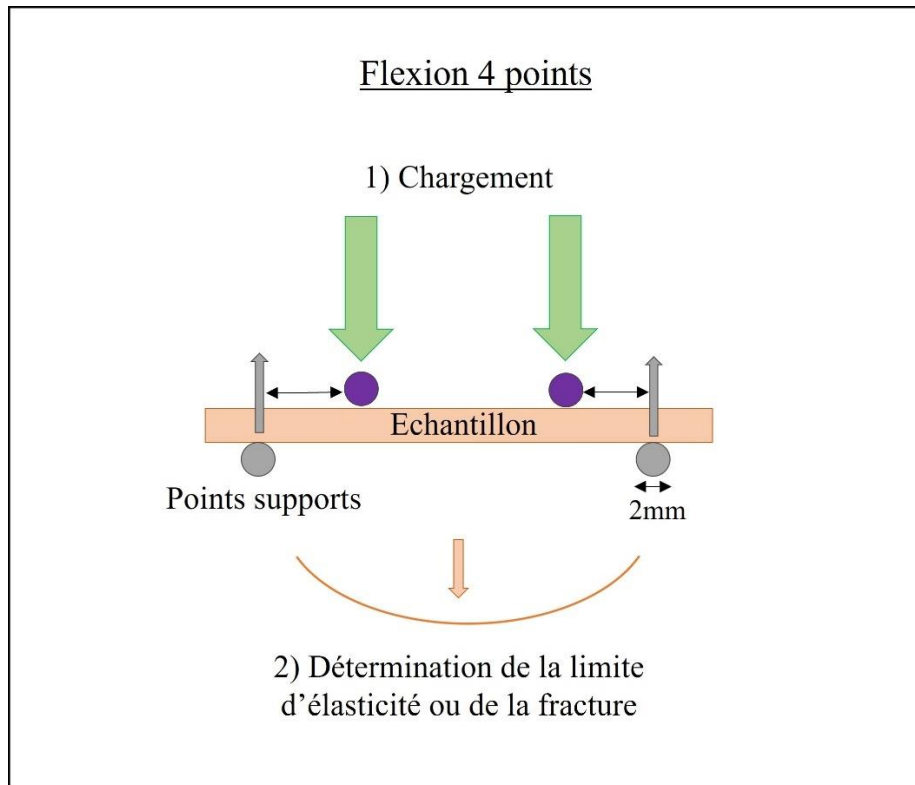
Figure 2: Flexion 3 points d'après la norme ISO 4049 d'après [a].

La norme propose des exigences en termes de valeur de résistance en flexion, présentés dans la figure ci-dessous (Fig. 3).

Restorative materials		Flexural strength MPa minimum
Type 1	Class 1	80
	Class 2, Group 1	80
	Class 2, Group 2	100
	Class 3	80
Type 2 (including luting materials)	Class 1	50
	Class 2, Group 1	50
	Class 3	50

Figure 3: Tableau des exigences concernant la résistance en flexion d'après la norme ISO 4049 [a]

Une variante de cet essai dit essai **flexion 4 points** est également décrit, qui a comme bénéfice de ne pas appliquer la force uniquement en son centre mais concentrant ainsi la contrainte sur une surface plus importante (Fig. 4).



*Figure 4: Flexion 4 points d'après [2]*

A l'inverse de ces sollicitations transverses de type uni-axiales, des essais sont également décrits pour de la **flexion bi-axiale**. Cet essai initialement développé par l'ASTM (ASTM F394) est décrit dans la norme ISO 6872 :2015 [b] aux matériaux dits « céramiques » car cet essai est plus adapté aux matériaux dits fragiles. En effet, l'étude du comportement mécanique des céramiques utilisées en odontologie utilise fréquemment ce type d'essai de flexion [4] [5]. La version dite piston-3billes est schématisée ci-après, l'échantillon, cette fois en forme de disque, est maintenu par 3 billes, et la charge est assurée par un piston en son centre (Fig.5). Des variantes sont également développées, avec par exemple un anneau pour assurer la charge sur l'échantillon et son maintien dit « anneau sur anneau » ou encore une version « bille sur anneau ». Ces essais sont relativement peu utilisés pour l'étude du comportement des résines composites mais des travaux ont tout de même été réalisés indiquant des résultats proches entre des sollicitations axiales ou biaxiales. Cependant, des travaux récents sur des formulations de résines composites en bloc pour CFAO ont notamment décrits des résultats qui pouvaient varier en fonction des essais et des formulations étudiées [6].

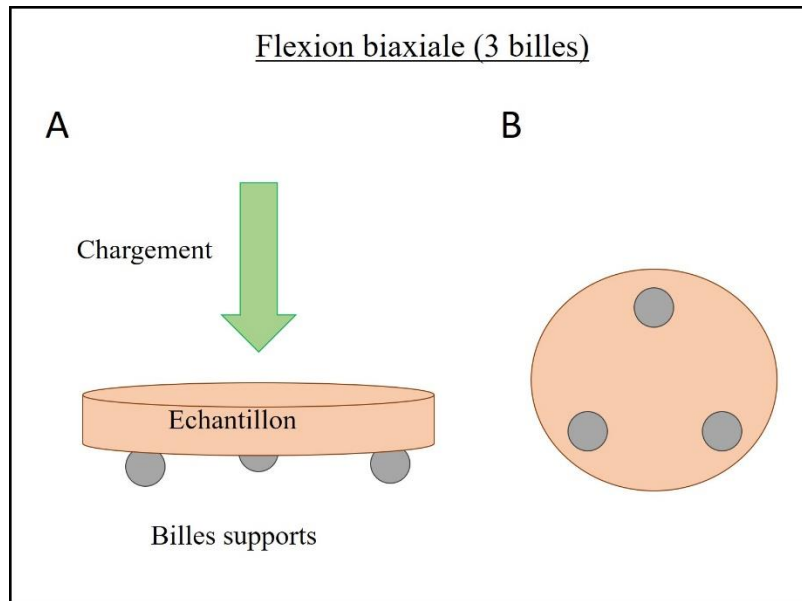


Figure 5: (A) Représentation schématique de l'essai de flexion bi-axiale de type piston-3 billes. (B) Vue de dessous de l'échantillon de matériau d'après [b]

#### **b) Résistance en traction**

Les essais de traction sont aussi largement utilisés dans l'étude mécanique de certains matériaux. Ils sont nombreux et peuvent être retrouvés dans diverses normes élaborées pour des matériaux métalliques ou plastiques telles que l'ASTM D638 l'ASTM E8, l'ISO 6892 ou encore l'ISO 537. Ils vont consister, de la même manière que la résistance en flexion, à un chargement de type uni-axial. Ainsi le principal essai est l'essai de **traction uni-axial** qui va être réalisé sur une éprouvette de matériau présentant des caractéristiques spécifiques en fonction des essais choisis. Les éprouvettes pourront ainsi présenter une forme d'« haltère » à section plane ou ronde, constituée de deux parties enserrées qui resteront fixes et d'une portion centrale réduite, au sein de laquelle une jauge est identifiée. L'ensemble de ces éléments constituant l'éprouvette présentent des dimensions précises et spécifiées en fonction du matériau et de l'essai (Fig .6). Les contraintes vont se concentrer au niveau de cette jauge et les déplacements associés y seront déterminés. Ils sont cependant peu adaptés à des biomatériaux tels que les résines composites, en effet la réalisation de l'échantillon et le contrôle des paramètres de l'essai s'avèrent délicats [2].

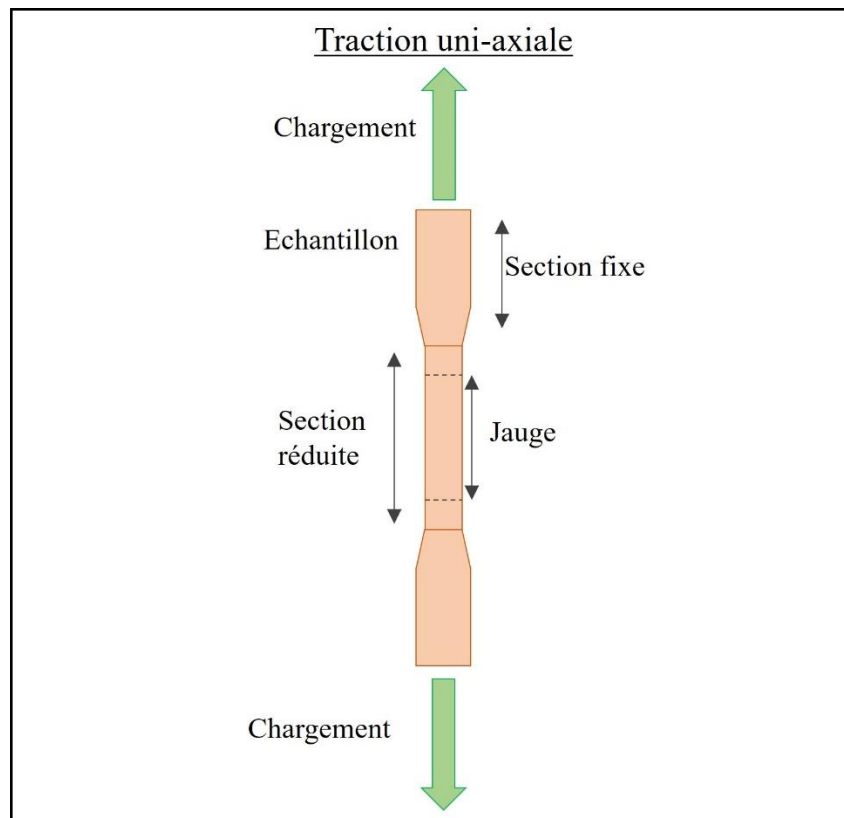


Figure 6: Représentation schématique d'un essai de traction uni-axiale. Les différentes parties de l'échantillon sont à respecter, la partie "jauge" va concentrer la zone de déplacement sous le chargement.

De ce fait, il est possible de réaliser un essai dit de **traction diamétrale** (Fig. 7). Une force est appliquée sur un échantillon en forme de disque reposant sur sa tranche, maintenu à l'opposé sur un support. Au sein de l'échantillon, des contraintes en traction se développent, et l'essai se poursuit jusqu'à la rupture de l'échantillon. Bien que des travaux soient réalisés sur les résines composites en utilisant ce test, les auteurs insistent sur la difficulté de la réalisation de ce type d'échantillon en résine composite, et de l'importance des conditions d'essais pour garantir un chargement uni-axial, ces deux paramètres pouvant influencer la validité des résultats obtenus [2].



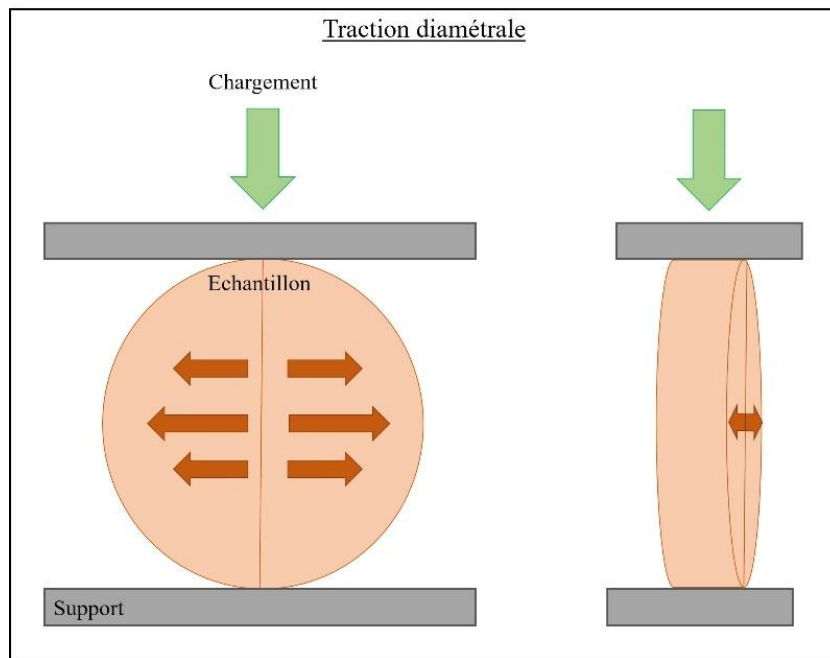


Figure 7: Représentation schématique du test de traction diamétrale, vue de face, et vue de profil, d'après [2]

### c) Résistance en compression

De même que l'essai de traction simple, l'**essai en compression** va être réalisé de manière uni-axiale sur un échantillon placé dans la longueur de l'axe de chargement. Il n'existe pas de normes spécifiques aux résines composites dentaires mais des protocoles pour des matériaux de type plastique rigide issus des normes ASTM D695 ou ISO 604 :2002. Dans le cas de la norme ASTM D695 l'échantillon consiste en un cylindre ou un prisme dont la longueur sera le double de son diamètre/profondeur ; dans le cas d'un échantillon de faible épaisseur (3,2mm), la forme ressemblera davantage à celle de l'essai de traction avec la présence de base à chaque extrémité. Le chargement s'effectue à une vitesse de  $1,3 \pm 0,3$  mm/min, en général jusqu'à la rupture [7]. Bien que la compression semble être la sollicitation principale au niveau clinique des résines composites, il en résulte en réalité des contraintes plus complexes au sein de matériau aboutissant à sa détérioration. De plus ces derniers présentent en général des valeurs plus importantes de résistance qu'avec d'autres types d'essais, dont la corrélation avec les fractures cliniques n'est pas mise en évidence [2]. Cependant, on peut noter que bien que s'éloignant des essais standardisés, l'application d'une force en compression est fréquemment utilisée dans la littérature et peut sembler adaptée lors de l'étude de la comparaison de restaurations réalisées sur des cavités sur dents naturelles [8][9]

Lors de la réalisation des différents essais présentés, les données obtenues peuvent également être matérialisés sous la forme d'une courbe contrainte-déformation (voir ci-après).

#### **d) Résistance à l'impact**

Il est également possible d'évaluer la résistance à l'impact d'un matériau. A l'inverse des précédents essais, pour lesquels un chargement constant est appliqué au cours du temps jusqu'à la rupture de l'échantillon, les essais de résistance à l'impact vont mettre en jeu l'application d'une force brève et unique, pour laquelle l'échantillon va résister ou non. Un des essais fréquemment retrouvé est l'essai de Charpy, adapté de la norme ISO 179-1 :2010. La résistance de l'échantillon est déterminée en fonction de la force nécessaire à la fracture, et les dimensions de l'éprouvette du biomatériau. Très peu de travaux sont concernés par l'étude de la résistance à l'impact, mais des auteurs l'utilisent tout de même pour évaluer différentes formulations expérimentales de résines composites [10].

#### **e) Résistance en cisaillement, adhésion**

Bien qu'il soit également possible de caractériser un matériau par sa résistance en cisaillement, à un niveau propre au matériau étudié, l'application d'une contrainte en cisaillement peut présenter un intérêt dans l'étude et la comparaison du potentiel d'adhésion. Concernant les résines composites, les différentes formulations n'adhèrent pas spontanément aux tissus dentaires et nécessitent l'application d'un système adhésif, essentiel à la procédure de collage (Fig. 8).

Il est ainsi possible de réaliser un test de type « **essai de cisaillement – force d'adhérence** », décrit par la norme ISO 29022 :2013 [c]. Cette norme est évidemment relative aux systèmes adhésifs mais permet tout de même l'évaluation indirecte de l'adhérence globale d'une restauration en technique directe.

D'une manière générale, le test va consister à évaluer l'adhérence d'une résine composite à un substrat (tissus dentaires) par l'intermédiaire d'un système adhésif. Ainsi la première étape est la réalisation d'échantillons de tissus dentaires avec l'inclusion en bloc de résines de dents extraites, ces dernières étant découpées pour obtenir une surface parfaitement plane. Ces échantillons seront conservés dans de l'eau distillée (37°C). Par la suite la séquence adhésive et du de mise en place de l'échantillon de biomatériau est réalisée ; le système adhésif choisi est utilisé dans le respect du protocole du fabricant, et un échantillon cylindrique de résine composite est réalisé à l'aide d'un guide/moule (2,38mm de diamètre).

Après une phase de vieillissement artificiel, la résistance au cisaillement jusqu'à la séparation de l'échantillon au substrat est quantifiée (en MPa), par l'intermédiaire du chargement d'une plaque présentant une encoche de la forme de l'échantillon de résine composite, placée de manière parallèle la surface dentaire, à une vitesse de chargement de 1,0 +/-0,1 mm/min (Fig. 8) [c].

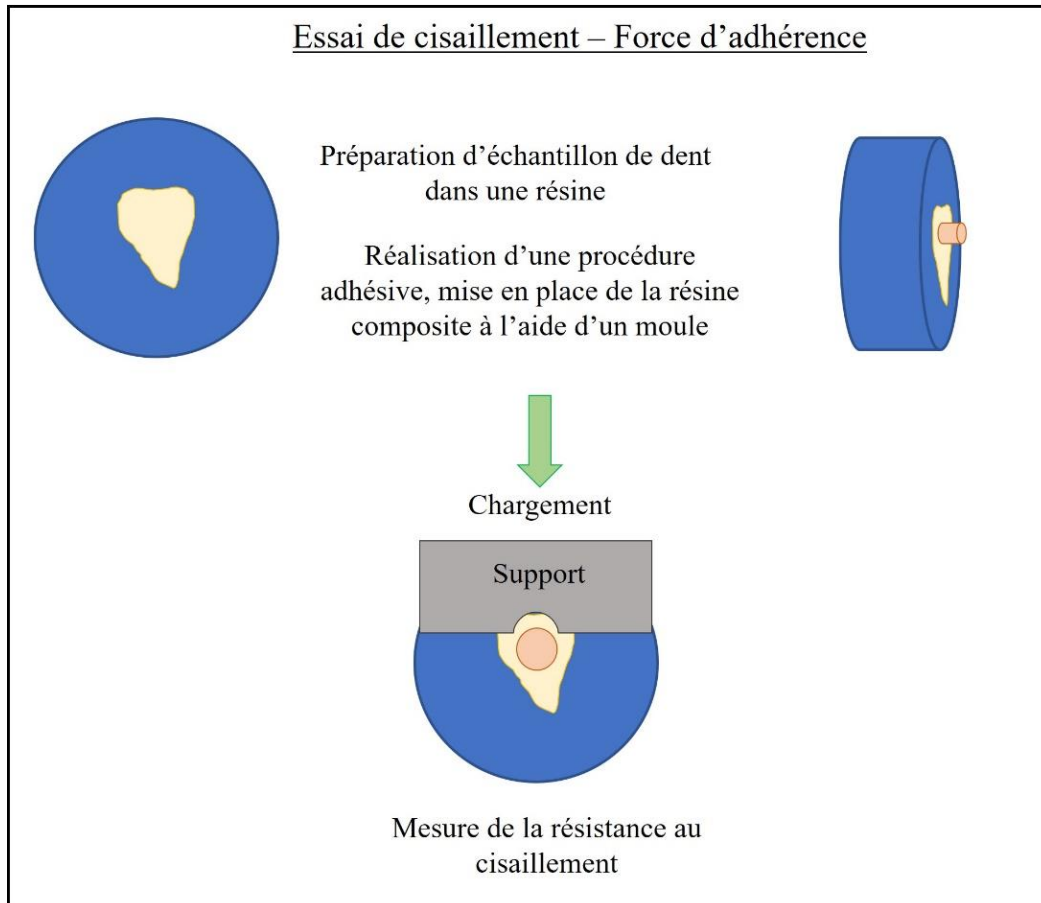


Figure 8: Test de résistance au cisaillement de type "shear bond test" d'après [c].

Outre la comparaison directe de différents systèmes adhésifs/résines composites, des variantes de ce test sont fréquemment retrouvées dans la littérature, permettant, d'évaluer l'influence d'étapes du protocole clinique sur la résistance au cisaillement, ou encore d'autres situations cliniques. Ainsi on peut par exemple citer des études comparant le potentiel d'adhésion des résines composites versus d'autres types de biomatériaux (ciments verres ionomères, silicates de calcium) [11] ou encore l'adhésion des résines composites sur d'autres types de substrats, tels que des biomatériaux de coiffage pulpaire [12].

## 2) Ténacité

La ténacité va caractériser la résistance à la rupture d'un matériau en présence d'un défaut (fissure) présent, en réalité sa résistance à la propagation de celui-ci. A la différence des résistances présentées précédemment, la ténacité est une propriété inhérente au matériau, indépendante de la modalité d'essai ou de la géométrie de l'échantillon. Cependant les défauts qui peuvent être présents au sein d'un matériau sont difficiles à caractériser, ainsi les essais de ténacité sont en général menés sur des échantillons présentant un défaut réalisé de manière précise par l'opérateur. Concernant les composites dentaires, ce défaut peut être produit par l'intermédiaire de la forme du moule dans lequel le matériau sera photo-polymérisé ou réalisé à posteriori dans un échantillon déjà polymérisé, bien que la méthode idéale serait de réaliser l'essai sur un échantillon présentant un défaut lié à un essai de fatigue (cf Fatigue) [2].

Il n'existe pas d'essais spécifiques aux résines composites pour déterminer leur ténacité ; des essais sont retrouvés liés à l'étude de matériaux plastiques (ASTM D5045-14/ISO 13586 :2018), de matériaux céramiques (ASTM C1421-10) ou encore métalliques (ASTM E1304-97) ; pourtant des études ont mis en évidence un lien plus ou moins fort entre la ténacité des résines composites, leur fracture, leur usure et leur adaptation marginale [2].

Ainsi, sont définis par les normes ASTM D5045-14/ISO 13586 :2018 concernant les matériaux plastiques, les essais d'entaille unique **en flexion 3** et les **essais en traction de spécimen compact**. Concernant l'essai en flexion, la sollicitation va se faire au niveau de l'encoche (-3 points) ou de part et d'autre (pour la variante -4 points également retrouvée) et le défaut se propagera (ou la fracture) dans l'épaisseur du matériau (Fig. 9)

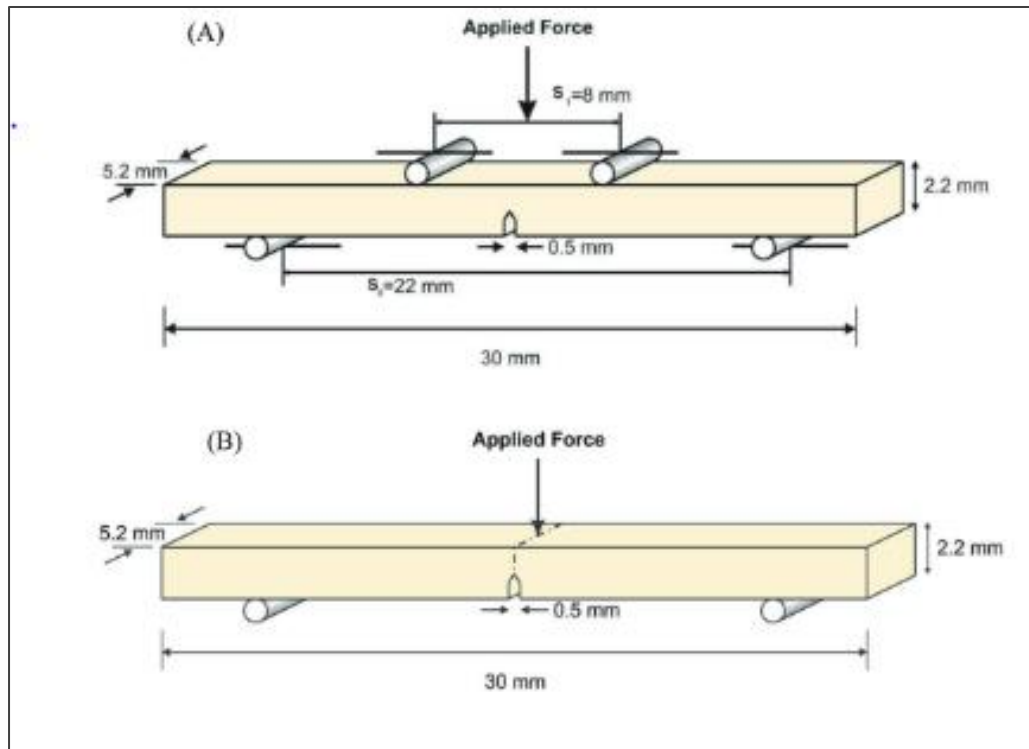


Figure 9: Représentation schématique de la détermination de la ténacité d'un matériau en flexion 4 (A) et 3 points (B) [13].

Concernant l'essai en traction, la force sera exercée sur le spécimen de part de manière à « écarter » le défaut initialement créé (de part et d'autre de celui-ci) (Fig. 10). L'utilisation d'un dispositif de type extensomètre permet une analyse plus précise, et donne ainsi plus d'information que l'essai en flexion [2].

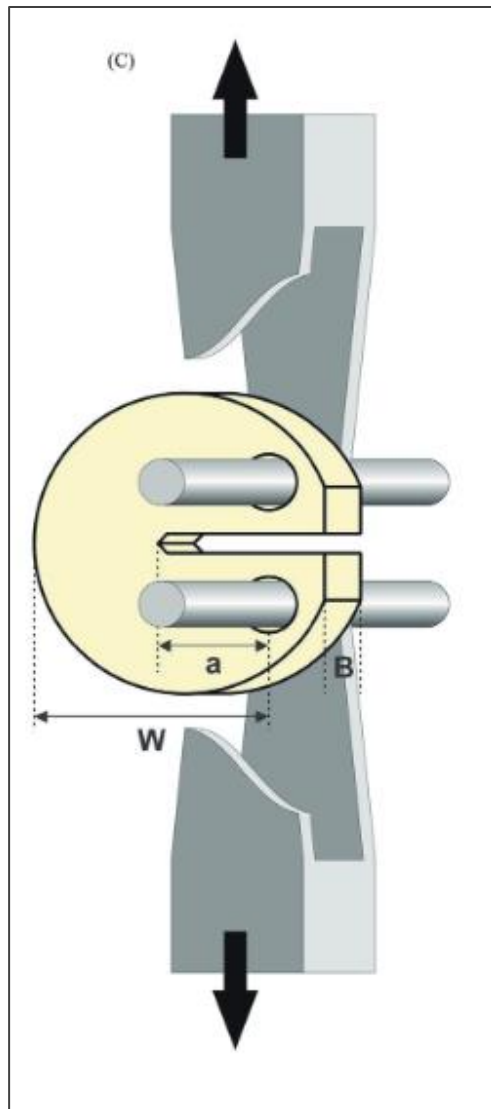


Figure 10: Représentation schématique de la détermination de la ténacité d'un matériau en traction [13].

Enfin, l'essai en double torsion (ASTM C1421-10, céramiques) est également utilisables et procure également des résultats proches. Cependant alors que les essais de type **encoche en chevrons** (ASTM E1304-97, matériaux métalliques) ont été décrits comme donnant des valeurs plus élevées que les autres essais, les essais de type **indentation** ne semble eux pas adaptés aux biomatériaux de type résines composites [2].

### 3) Fatigue

A l'inverse de nombreuses propriétés, notamment définies précédemment, la rupture en fatigue va résulter d'une accumulation de sollicitations, d'intensités inférieures à celle entraînant normalement la rupture du matériau. Cliniquement, elle va résulter des charges

masticatoires et à l'accumulation au cours de temps de dommages liés au caractère cyclique. Le phénomène de fatigue est complexe et de nombreux facteurs entrent en jeu [2].

L'évaluation de la résistance en fatigue d'un biomatériau peut être définie par l'intermédiaire d'**essai en flexion** ou **en traction** (cf Résistances), en utilisant des modes de chargement cyclique. Le nombre de cycles devra idéalement correspondre à l'utilisation réelle du matériau. La différence est que la contrainte appliquée va être inférieure à la valeur définie à la rupture. Des valeurs proches de cette dernière sont d'abord testées, et l'on va enregistrer le nombre de cycles nécessaires à la rupture du matériau, définie par la valeur de chargement (S) et le nombre de cycles (N). Les essais sont répétés (avec un nouvel échantillon), pour des sollicitations inférieures, jusqu'à la rupture à nouveau de l'échantillon. Des courbes peuvent ainsi être tracées. Théoriquement, en diminuant la sollicitation, la rupture ne devrait plus survenir et il serait possible de déterminer la résistance en fatigue du matériau. Pour un usage en odontologie (avec des sollicitations de l'ordre de 60 à 120 mastications par minute), le nombre de cycle s'avère très important et ainsi, cumulé au nombre d'échantillons, ce type d'essai s'avère très long ; ainsi des auteurs ont proposé de limiter les évaluations sur un maximum de cycles plus faible, ou l'utilisation d'autres méthodes [2].

C'est le cas de la méthode dite **de l'escalier**. Celle-ci, réalisé en essai de flexion 3 ou 4 points, consiste, à l'inverse des méthodes décrites précédemment, à ne pas forcément aller jusqu'à la rupture de chaque échantillon dont le nombre sera déterminé initialement. En effet, pour un certain nombre de cycles donné (relativement réduit, 5000 à 10000), le devenir de l'échantillon sera analysé. La sollicitation initiale est inférieure à celle de rupture (diminuée de moitié). Si l'échantillon résiste, la sollicitation sera augmentée de 5% pour l'échantillon suivant, ou diminué de 5% s'il échoue. Le même raisonnement est appliqué pour l'ensemble des échantillons, et une courbe est ainsi obtenue (Fig. 11). Ainsi, le temps d'essai global est réduit de manière importante, et il est tout de même possible de déterminer (par calcul statistique), une résistance moyenne à la fatigue du biomatériau [2].

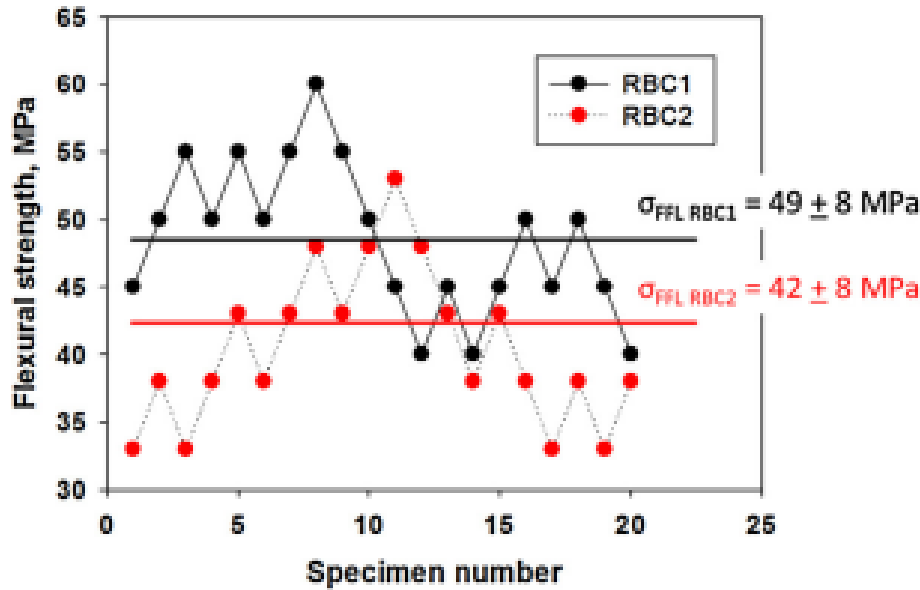


Figure 11: Exemple de courbe de détermination de la résistance en fatigue d'après la méthode de l'escalier [2]

#### 4) Module d'élasticité – Module de Young

Le module d'élasticité peut être défini comme le rapport entre une contrainte appliquée à un échantillon-matériau et la déformation consécutive à cette application dans son domaine élastique. Il permet de caractériser sa résistance à se déformer de manière élastique à l'application d'une force qui lui est soumise et donc de caractériser la rigidité du matériau. Cette propriété est liée au type d'application de la force liée à la contrainte générée (traction, flexion, compression, cisaillement...). Classiquement lorsqu'il est déterminé par l'intermédiaire d'essais de traction, il est caractérisé comme le **module de Young** défini par l'équation  $E = \sigma / \epsilon$ , généralement exprimé en GPa. En effet, en fonction des matériaux étudiés, les modules obtenus en flexion, en compression ou en cisaillement diffèrent.

D'un point de vue général, et par définition, la détermination du module d'élasticité d'un biomatériau par l'intermédiaire d'essai de traction uni-axiale est largement retrouvée. Cependant, pour les mêmes raisons que l'analyse de la résistance en traction des résines composites (notamment la réalisation de l'éprouvette, contrôle des conditions de l'essai), d'autres essais sont utilisés pour la détermination du module d'élasticité des biomatériaux de type résines composites, et doivent donc être précisés [2]



Ainsi, pour les biomatériaux dentaires, et d'autant plus pour les résines composites, la détermination du module d'élasticité est souvent réalisée par l'intermédiaire d'autres essais de résistance tels que des essais de flexion décrits précédemment, que ce soit **en flexion 3 ou 4 points** (cf essai de flexion). En effet, l'analyse des courbes contrainte-déformation obtenues permet d'établir la pente de la tangente à la courbe initiale, correspondant à la déformation élastique de l'échantillon (Fig. 12). Les autres types d'essais mécaniques décrits précédemment peuvent également être utilisés pour déterminer le module d'élasticité d'un échantillon, avec cependant les mêmes limites ou précautions qui leur sont attribuées et présentées précédemment

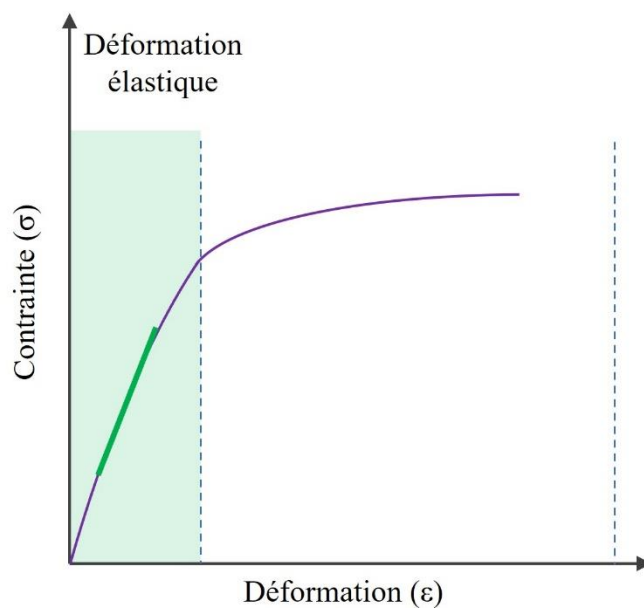


Figure 12: Représentation d'une courbe contrainte-déformation, le module d'élasticité sera déterminé en fonction de la pente de la courbe dans le domaine élastique (en vert).

L'étude du module d'élasticité est également possible par l'intermédiaire d'essais en indentation, ces derniers pouvant être réalisés à des échelles de taille très différentes en fonction du type de matériau ou tissu étudié (pico, nano, macro-indentation). Le module d'élasticité peut être ainsi caractérisé de **module d'élasticité d'indentation**. A la différence des essais mécaniques précédemment utilisés, qui prennent en considération une zone plus ou moins importante de l'échantillon de matériau dans laquelle vont se concentrer les contraintes, les essais d'indentation (utilisés pour déterminer la dureté d'un matériau, cf « dureté ») vont pouvoir être concentrés sur des zones bien plus restreintes en fonction de la technique utilisée [14]. Ces essais peuvent être réalisés de manière statique ou dynamique, permettant une évaluation précise de la résistance du matériau à la déformation (par l'analyse de la

dynamique de création des indentations) mais nécessitent des équipements plus complexes et une préparation des échantillons rigoureuse [2].

En ce qui concerne les résines composites, une corrélation des résultats entre les différents moyens de détermination du module d'élasticité a été décrite (en flexion et en indentation statique et/ou dynamique) ; de plus, une corrélation entre le module d'élasticité établi et le poids/volume des charges présentes dans les formulations étudiées a été démontrée [15] [16]. En effet, les formulations de type fluides présentent souvent des modules d'élasticité parmi les plus faibles, à l'inverse de formulations hautement chargées, présentant un module d'élasticité proche de la dentine (18,5 GPa) [15]. Il apparaît cependant évident que les formulations n'auront pas les mêmes indications cliniques en fonction de leur module d'élasticité puisque les sollicitations vont s'avérer mécaniquement différentes en fonction du type de restaurations. Il a d'ailleurs été démontré qu'un module d'élasticité proche de celui de la dentine entraînait une diminution des hiatus dans le cas de restaurations de type mésio-occluso-distale mais pouvait augmenter les fractures amélaire au niveau du joint de la restauration [17]. Les auteurs insistent sur le fait que des variations importantes sont tout de même retrouvées au sein de formulations de résines composites proches, le facteur déterminant étant bien la quantité de charge, plutôt en volume [16].

Il est d'autre part important de rappeler l'importance de réaliser les essais permettant de déterminer le module d'élasticité des différents matériaux à tester dans des conditions définies, et que la comparaison est possible entre deux matériaux seulement si les conditions sont les mêmes. Outre les nombreux facteurs inhérents aux résines composites (type, temps et conditions d'expositions) pouvant grandement influencer les résultats des essais, il est également important de conserver les échantillons et de réaliser les essais dans des conditions de température (37°C) et d'humidité (eau distillée) adéquates, (Fig. 13) [18].

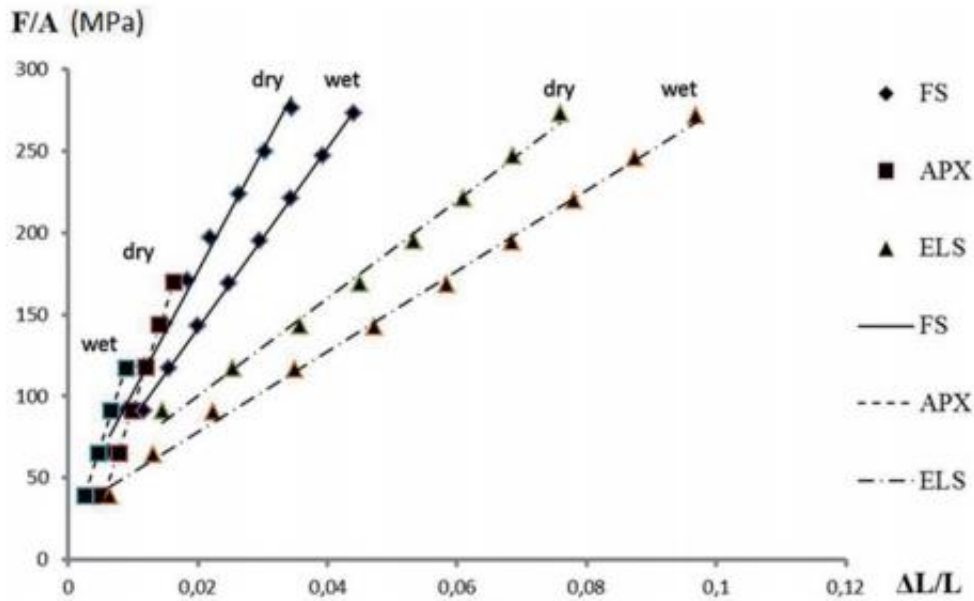


Figure 13: Courbe contrainte-déformation, réalisé par test de compression, en fonction des conditions de conservation des échantillons, permettant l'évaluation du module de Young des différentes formulations [18].

## 5) Dureté

La dureté peut être définie comme la résistance qu'un corps oppose à une déformation locale, sous l'application d'une contrainte. Cette déformation, étudiée dans le domaine plastique du matériau (pour les essais classiques) va être définie quantitativement selon différents essais avec des indenteurs, des temps et des forces de chargement spécifiques. Pour l'ensemble des essais, un indenteur est utilisé sur un échantillon de matériau, sous l'application d'une contrainte liée à une force appliquée définie en fonction de l'essai pendant un temps donné. A l'issue de l'essai, la dureté sera déterminée en fonction de l'indentation laissée sur l'échantillon de matériau. Les principaux essais sont schématisés dans la figure 14, il s'agit des essais de Vickers, Knoop, Rockwell ou encore Brinell. Ils varient principalement par la force appliquée, la forme de l'indenteur et ainsi la caractérisation de l'indentation, mais aussi par le mode de calcul de la dureté.

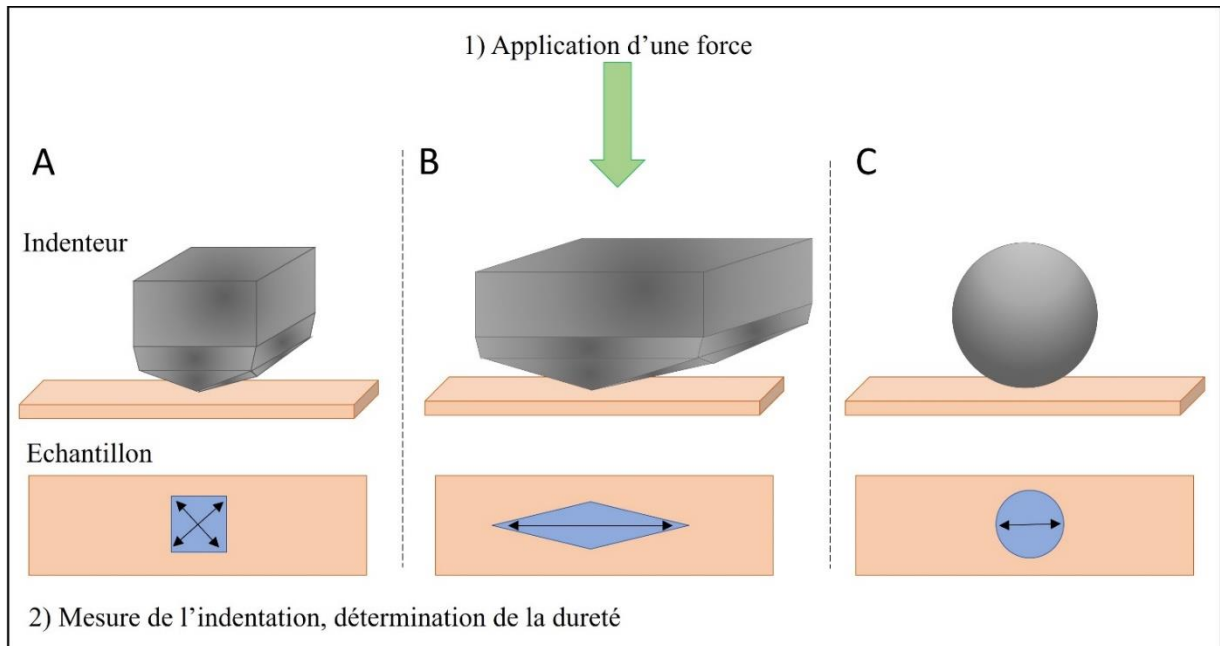


Figure 14: Représentation schématique des différents essais permettant la détermination de la dureté d'un matériau. (A) Dureté Vickers ; (B) Dureté Knoop ; (C) Dureté Rockwell/Brinell

Cette propriété n'est pas caractérisée par la norme ISO 4049, les différents types/essais concernés sont en général caractérisés à l'aide de normes ISO concernant des matériaux de type métalliques [2].

Concernant les résines composites, la dureté Vickers est la plus fréquemment utilisée ; elle consiste en l'application d'un chargement, perpendiculaire à l'échantillon (dont la surface doit être lisse) comprise entre 1gf et 100 kgf, appliquée en général pendant 10 à 15 secondes. L'indentation obtenue à la fin de l'essai (statique) est déterminée par la mesure des diagonales ( $d_1$  et  $d_2$ ), par microscopie ; la valeur de dureté est obtenue par le quotient du chargement sur la surface obtenue, exprimée en VHN (Vickers Hardness Number) (Fig. 15 et 16).

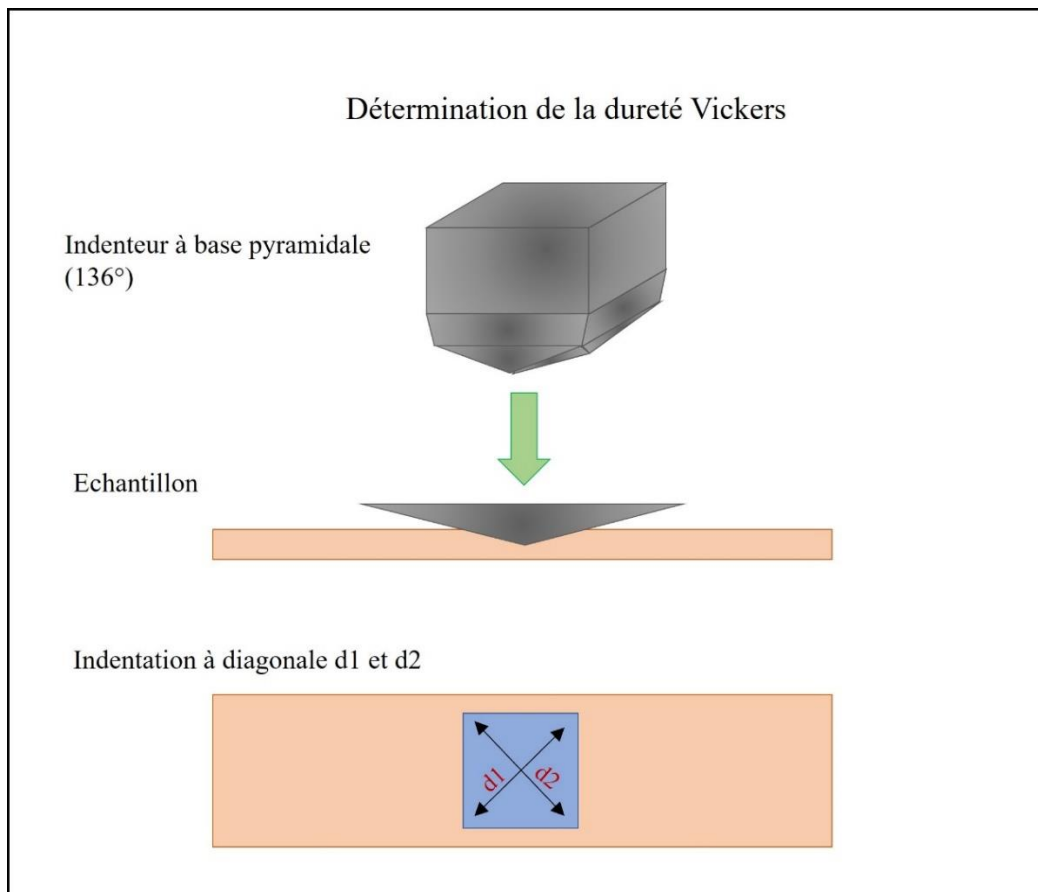


Figure 15: Illustration schématique de l'essai de caractérisation de la dureté Vickers

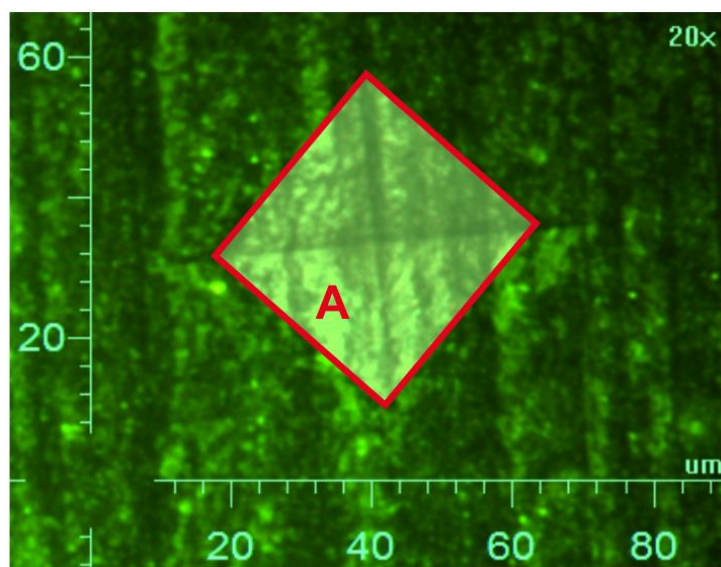


Figure 16: Exemple de visualisation microscopique de l'indentation créée par un indenteur de type Vickers et la détermination de la surface (A) [19].

Il est important de différencier les essais en statique et en dynamique. La mesure de la dureté de l'échantillon en statique (par l'intermédiaire de l'indentation créée) va principalement concerner son caractère de déformation « plastique ». Les analyses en

dynamique, permettant d'évaluer le caractère « élastique » également d'un échantillon de matériau, adapté ainsi à des biomatériaux tels que les résines composites [2].

Ainsi, l'analyse en dynamique va consister en l'enregistrement et l'évaluation des cycles de chargement en contrôlant la profondeur et la force d'indentation ; ce type d'essai est notamment encadré par la norme ISO 14577-1. Des données supplémentaires sont obtenues telles que la force, la profondeur et le temps (dynamique). Cette méthode, dite instrumentée, permet de déterminer la dureté d'indentation et la dureté Martens de l'échantillon [2].

## **6) Résistance à l'usure**

Comme tout biomatériau les résines composites sont soumises avec le temps à un phénomène d'usure. On distingue plusieurs types d'usure :

L'usure entre 2 corps appelée attrition fait référence au moment où les dents sont en contact sans présence d'aliments.

L'usure à 3 corps ou usure abrasive désigne le contact entre la surface dentaire, une brosse à dent et un dentifrice.

L'usure adhésive peut également se produire sous l'effet de la pression entre deux surfaces solides lors du glissement, une perte de substance provenant du matériau est transférée sur la surface occlusale ou proximale de la dent opposée. On parle de perte de substance par adhésion.

L'usure par fatigue correspondant à l'usure d'une surface solide causée par une fracture résultant de la fatigue du matériau. [h]

L'usure corrosive dans laquelle les réactions chimiques ou électrochimiques avec l'environnement jouent un rôle significatif

Usure tribochimique ou érosive

Pour étudier la résistance à l'usure des résines composites, l'organisation internationale de normalisation ISO a mis au point différentes méthodes d'essais parue en 2001. Certaines de ces méthodes sont intégrées dans la norme ISO TS No. 14569.2 sous l'appellation "Usure par contact entre deux et/ou trois corps"[i]

La méthode d'essai ALABAMA développée au Centre de Recherche sur la Santé Orale à l'université de Creighton utilise 3 simulateurs d'usure Leinfedler-Suzuki et intervient sur deux notions, l'étude concernant l'usure généralisée d'un matériau et l'autre sur l'usure localisée. La première comprend un stylet en acier inoxydable dont la surface est plane et la deuxième d'un roulement à billes qui vont effectuer des mouvements de glissement et impacter le matériau qui aura été immergé dans une solution aqueuse contenant des billes de PMMA dont la taille moyenne est de 44 microns. L'échantillon est ensuite scanné en surface à l'aide d'un profilomètre sans contact de type Proscan 2000 et d'un capteur possédant une profondeur de champ de l'ordre de 300microns.

La méthode OHSU étudie l'usure par attrition OHSUATT l'usure par abrasion OHSUABR. Le stylet monté dans le simulateur d'usure correspond à l'émail humain provenant de molaires maxillaires qui vont s'affronter au milieu d'une surface alimentaire contenant un mélange de pavot. La surface de ces cuspidés a été obtenue de sorte à lui donner une forme sphérique d'environ 10 mm de diamètre. Ce stylet nécessite avant usage un polissage avec une pâte de carbure de silicium et d'oxyde d'aluminium et d'un nettoyage aux ultrasons pendant 1 min. Une immersion à 37°C pendant 24h est également nécessaire avant utilisation. Le simulateur va reproduire 100 000 cycles à la fréquence de 1Hz pour une seule séquence d'essai, les mouvements sont dits unidirectionnels avec à la fin de chaque trajet l'application d'une charge statique de 80N. La mesure s'effectue là aussi par profilométrie avec 10 pistes de lecture, les pistes de 4 à 6 correspondent à l'usure par abrasion et les pistes de 8 à 9 correspondent à l'usure par attrition.[21]

La méthode ACTA utilise deux roues en métal tournant dans des directions opposées et dont la vitesse diffère de 15%. La simulation d'usure se fait à 50 000 cycles, puis à 100 000 et enfin à 200 000 cycles permettant à la fin d'analyser par profilométrie l'usure ou perte verticale maximale résultant de cette simulation.[20]

La méthode IVOCLAR-WILLYTEC fait appel à un simulateur de mastication commercialisé par Willytec et dont les antagonistes sont préparés à 870°C et composés de céramique pressée (IPS Empress). L'antagoniste a une hauteur de 600 microns et un diamètre de 2,36mm. Lors de la simulation les échantillons/antagonistes vont effectuer 120 000 cycles à une fréquence de 1,6 Hz avec comme pour la méthode OHSU des mouvements unidirectionnels. Après avoir effectué le test d'usure, un moulage en plâtre de consistance dure est obtenu et ces répliques

seront analysées par scan laser de chez Willytec et d'un logiciel approprié afin de quantifier la perte verticale maximale. [20]

La méthode MUNICH-WILLYTEC utilise le même simulateur que celui proposé dans la méthode IVOCLAR-WILLYTEC à la différence que les mouvements sont ici bidirectionnels (d'avant en arrière). La méthode propose l'utilisation de 8 échantillons de matériaux différents disposés dans les 8 compartiments du simulateur en contact avec un objet sphérique de chez DEGUSIT fait d'oxyde d'aluminium et dont le diamètre est de 5mm. Les échantillons sont préalablement conservés dans une solution de NaCl à température ambiante pendant 7 jours. Ensuite des répliques en plâtre de chez GC Fuji superhard Rock sont réalisés à 10, 30 et 50 000 cycles bidirectionnels et également analysé par scan laser 3D pour en apprécier la perte verticale maximale.[20]

L'usure au brossage est également mentionnée dans la norme ISO/TR 14569 dans la "Part 1 : Wear by toothbrushing" [h]en utilisant un simulateur de brossage permettant de recréer les différents mouvements du brossage dentaire sur la surface dentaire avec un cycle de brossage prédéfini.



## **II) Propriétés physico-chimiques, définitions et caractérisations**

Le second volet de l'évaluation des propriétés d'une résine composite va concerner les propriétés physico-chimiques. De la même manière que pour les propriétés mécaniques, les différentes propriétés seront définies et caractérisées en partie à l'aide de la partie II de l'article de l'American Dental Materials [3]. Ces propriétés sont présentées en trois parties distinctes, celles liées à leur utilisation, à la réaction de polymérisation et enfin relatives à leur stabilité, principalement dimensionnelle (Fig. 17).

Clinical issue/ requirement	Properties	Property rank	Method	Test rank
Technique sensitivity: handling — placement	Stickiness	2	Unplugging force, unplugging work	1
			Measure length/area of withdrawn composite	2
	Slump resistance	2	Extrude and cure	1
			Imprint and cure (slump resistance index-SRI)	1
	Viscosity	2	Rheology (with Viscometer)	1
			Pressing under standard load and measure size	2
	Porosity	1	Section — assess under magnification	1
3D micro-tomography			2	
Archimedes method, ASTM D3171-11			2	
X-ray			2	
Radiopacity	1	ISO 4049 (vs. aluminum step wedge) and ISO13116	1	
Sensitivity to ambient light	1	ISO 4049 (Xenon light box)	1	
Polymerization	Degree of conversion	1	FTIR (Fourier transform infrared) spectroscopy	1
			Near IR	1
			FT-Raman	2
			DSC (differential scanning calorimetry)	2
			NMR	4
	Polymerization kinetics — rate	1	FT-IR, NIR, Raman	1
			DSC	1
			Shrinkage/dilatometry	2
			Optical — interferometry, fluorescent probes	2
			Elastic modulus — DMA, rheometer	3
			Acoustic	2
	Depth of cure	1	DEA	2
			ISO 4049 — scraping	2
Microhardness vs. depth			1	
Chemical vs. depth (FTIR, NIR, Raman)			1	
Penetrometer			2	
Dimensional stability	Polymerization shrinkage	1	Solvent dissolution	3
			Transition in translucency	3
			Bonded disk	1
			SSA = stress-strain analyser	1
			Linometer	2
			Dilatometer (e.g. Hg)	2
			Pyknometer	2
			Archimedes method — ISO (17304)	1
			AccuVol camera imaging	2
			Strain gage	2
Digital image correlation	2			
Polymerization shrinkage rate/kinetics & gel point	1	e.g. from bonded disk or SSA	1	
Polymerization stress	1	via UTM = universal testing machine	1	
		Bioman method	1	
		Tensilometer (cantilever beam)	1	
		SSA = stress-strain analyser	1	
		Photoelastic method	2	
		Thin ring	2	
		Indentation crack analysis	3	
Hygro (swelling) expansion	1	Laser scanning of disk — stored for 3 months or more in water or other solvent.	1	
		Calipers or dial gage	2	
		Measuring microscope	2	
Thermal expansion	3	Displacement measured over a temperature range	2	

Figure 17: Tableau récapitulant les principales propriétés physico-chimiques étudiées et leurs essais relatifs [3]

## **A) Propriétés en rapport avec la manipulation de la résine composite**

### **1) Adhérence aux instruments**

L'adhérence fait référence à la propension d'une résine composite à être retenue sur un instrument lors de sa mise en place dans une cavité. Cette propriété est importante puisque le matériau doit être manipulable, mais ne doit pas être arraché des parois de la cavité ou déformé lorsque l'instrument est retiré. Il est difficile de déterminer une adhérence aux instruments idéale [3].

Diverses méthodes sont retrouvées. D'une manière générale, il s'agit d'utiliser un instrument (de type fouloir, sonde) au contact d'un échantillon de matériau non polymérisé. Cet instrument sera appliqué sur le matériau à une vitesse et force déterminée ; puis l'instrument est retiré en application une force dans le sens opposé. A ce moment donné, soit la résine est immédiatement photo-polymérisée et la dimension/surface de la forme laissée par sa rupture au contact de l'instrument est analysée, soit la force requise pour cette séparation est déterminée [3].

Cette propriété d'adhérence aux instruments, peut être modifiée par de nombreux facteurs expérimentaux et notamment la température ; qui peut être augmentée cliniquement pour favoriser la mise en place de la résine composite (« pre-heating »). Ainsi des auteurs ont évalué l'effet de la température sur l'adhérence (notamment pour une formulation dédiée au pré-heating), et sur la polymérisation du matériau (étude degré de conversion). Un dispositif a été utilisé permettant l'analyse de ces propriétés de mise en œuvre tout en contrôlant la température de l'échantillon (Fig. 18). Il comprend, une cavité pour la mise en place du matériau avec un système de contrôle de la température ainsi qu'un système d'enregistrement pour l'utilisation de l'instrument (sonde) au contact de l'échantillon [21].

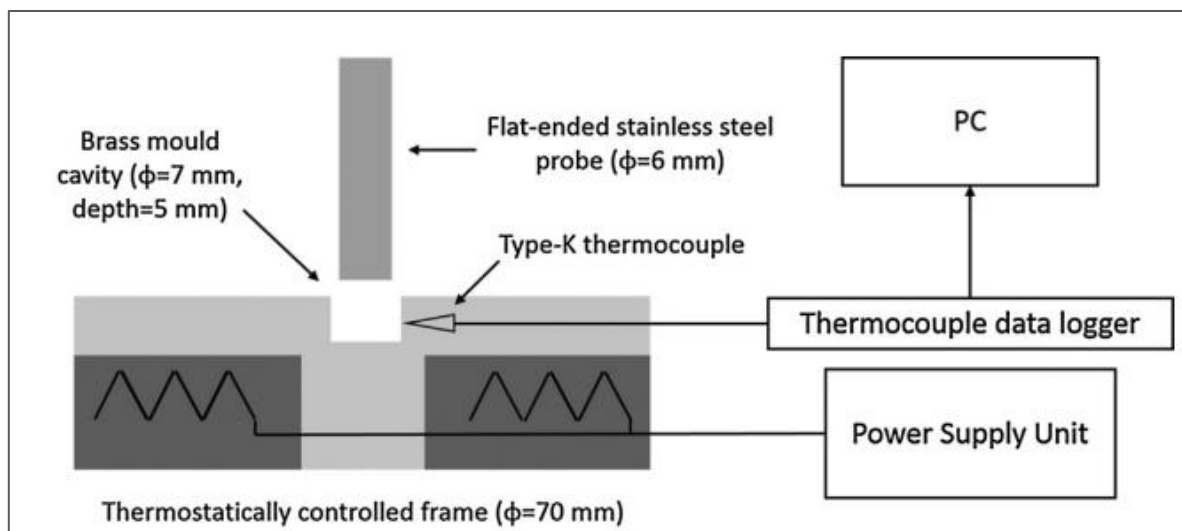


Figure 18: Exemple de dispositif retrouvé, d'après [21].

Il a été montré que pour l'ensemble des résines composites étudiées, l'augmentation de température n'avait pas d'influence négative au niveau clinique, et que le préchauffage a été bénéfique pour la mise en place de la formulation dédiée [21].

## 2) Résistance à l'affaissement

La résistance à l'affaissement est la capacité d'un matériau à maintenir sa forme après placement, avant sa polymérisation. Cette propriété est importante d'un point de vue clinique notamment en fonction du type de restauration envisagé. C'est le cas de l'ensemble des restaurations étendues, recréant l'anatomie occlusale en secteur postérieur avec la reconstruction des sillons, cuspides ou des crêtes marginales, tout comme en secteur antérieur pour des restaurations esthétiques. A l'inverse, d'autres types de restaurations peuvent nécessiter un comportement du matériau différent. De ce fait, en fonction de la viscosité de la résine composite utilisée (cf viscosité), différents tests peuvent être envisagés [3].

Un essai par balayage laser 3D est utilisé pour évaluer le changement dimensionnel d'un échantillon de résine composite préformé, à des intervalles de temps donné (1 minute), pendant une durée correspondante à un acte clinique. La comparaison des images par l'analyse dans l'axe vertical va permettre d'évaluer l'affaissement du matériau. L'avantage est que cette technique peut être utilisée sur des échantillons en forme de dents ; en revanche cette technique est limitée par le système optique d'analyse (résolution, angulation maximale) et la longueur d'onde de ce dernier pour éviter la polymérisation de l'échantillon [3]

D'autre part, pour les composites de plus haute viscosité, un second type d'essai peut être utilisé. Il va consister en la comparaison des dimensions de deux échantillons de résine composite (disque de 2mm de hauteur) après leur mise en place dans un moule en aluminium présentant un profil d'impression de coupe transversale de forme carré, circulaire ou triangulaire. Ces profils permettent de simuler les différents instruments utilisables lors de la manipulation des résines composites (Fig. 19). Un des échantillons (référence) va être polymérisé avant le retrait du moule, alors que le second échantillon sera photo-polymérisé 2 minutes après le retrait, pour ainsi évaluer son affaissement [22].

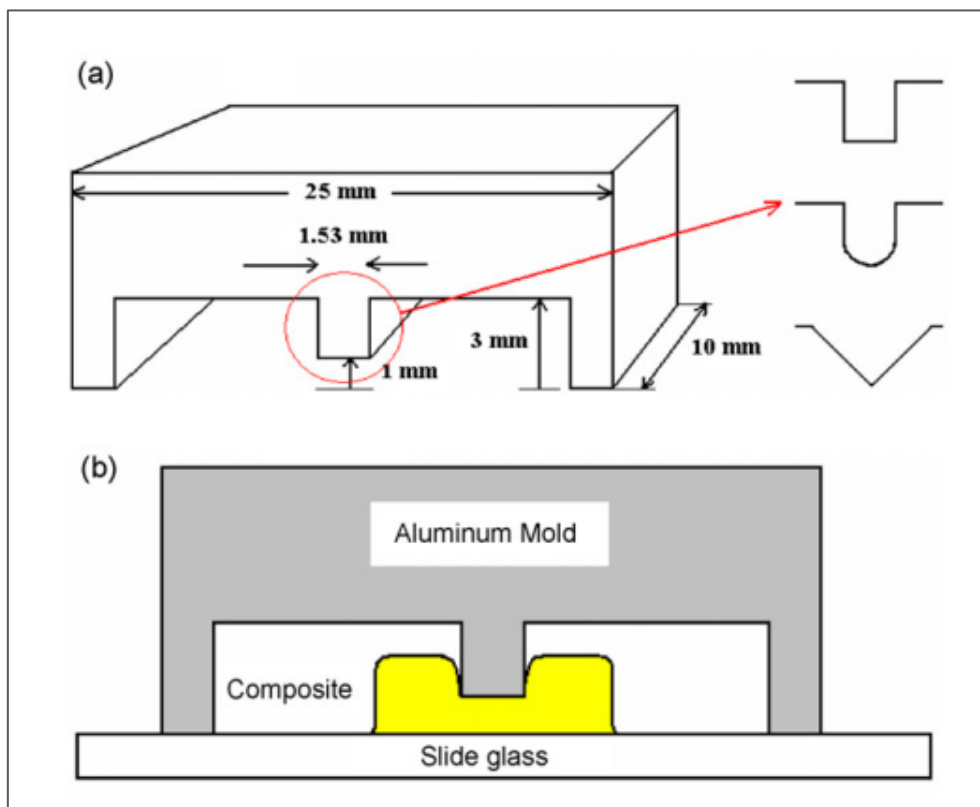


Figure 19: Représentation schématique du dispositif pour l'évaluation de la résistance à l'affaissement, d'après [22].

Par la suite une réplique en plâtre est réalisée pour tous les échantillons, à l'aide d'un matériau à empreinte. Enfin par l'analyse des variations de dimensions des deux types d'échantillons à l'aide d'un profilomètre laser 3D, un indice de résistance à l'affaissement est calculé (Fig. 20).

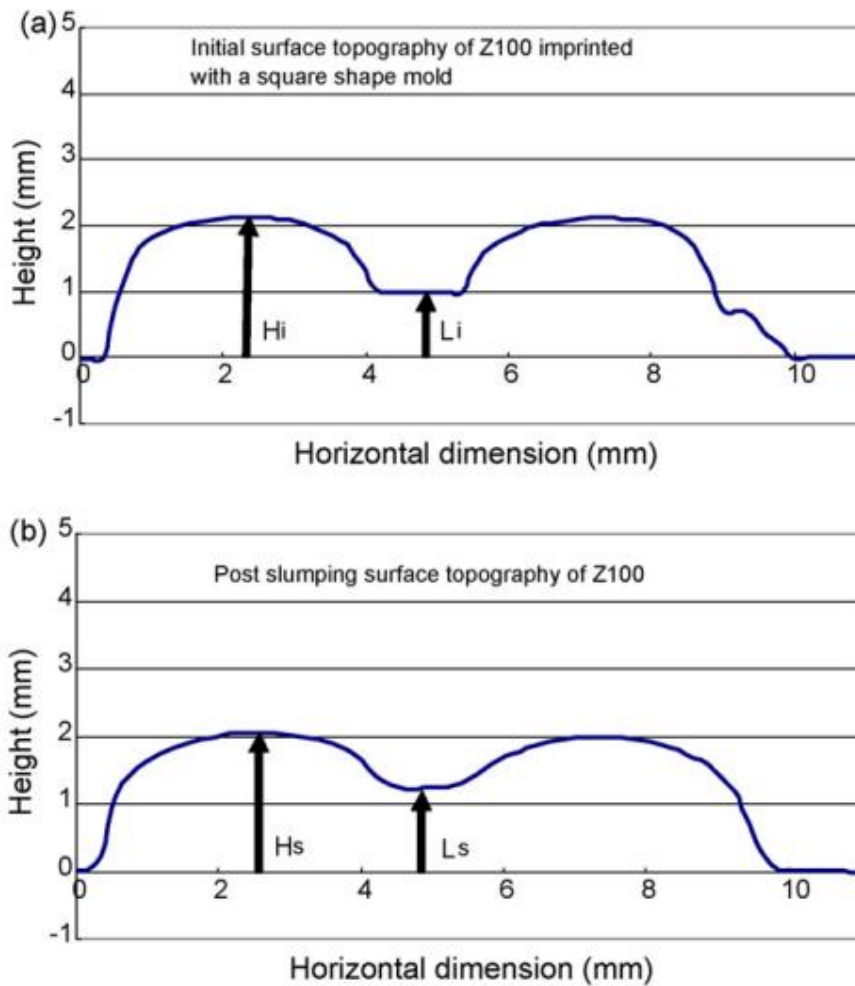


Figure 20: Exemple de valeurs obtenues lors de l'essai. A l'aides des valeurs  $H_i$ ,  $H_s$ ,  $L_i$  et  $L_s$ , correspondant aux deux différents échantillons, un indice de résistance à l'affaissement est calculé [22].

### 3) La viscosité

La viscosité se définit au sens large comme la résistance d'un fluide au glissement d'une couche par rapport à une autre ; elle peut également être définie comme l'ensemble des phénomènes de résistance au mouvement d'un fluide pour un écoulement. La viscosité dépend de la composition mais aussi des liaisons intermoléculaires, la température peut donc influencer sur la viscosité. Concernant les résines composites, cette propriété va être liée à la résistance à l'affaissement précédemment décrite. Les résines composites sont des matériaux viscoélastiques ; comme présenté par les auteurs, l'étude de la viscosité est un phénomène complexe, d'autant plus de par la composition de la résine étudiée (taux de charge notamment) [3]. En effet la viscosité va être dépendante de la fraction organique (monomères) et conditionner la quantité de charges et donc les propriétés mécaniques. En fonctions des

paramètres que l'on souhaite étudier, mais aussi du type de formulation considérée, sa détermination se fait par l'utilisation de viscosimètre ou de rhéomètre [23].

Pour les résines composites, un rhéomètre à plaques parallèles ou à cône et à plaques est utilisable pour effectuer un essai de cisaillement rotationnel à une vitesse de rotation spécifique ou sur une plage de fréquences (oscillation, dynamique) (Fig 21). L'utilisation d'un système à plaques parallèles est plus adaptée à l'étude des résines composites chargées et très visqueuses, car avec le système à cône, la pointe du celui-ci peut se retrouver à ne pas être en contact avec la plaque. De plus l'utilisation en mode dynamique (oscillation, fréquence  $\omega$ ) permet une évaluation des propriétés rhéologiques complètes, permettant l'étude de la viscoélasticité, mais est plus complexe [3].

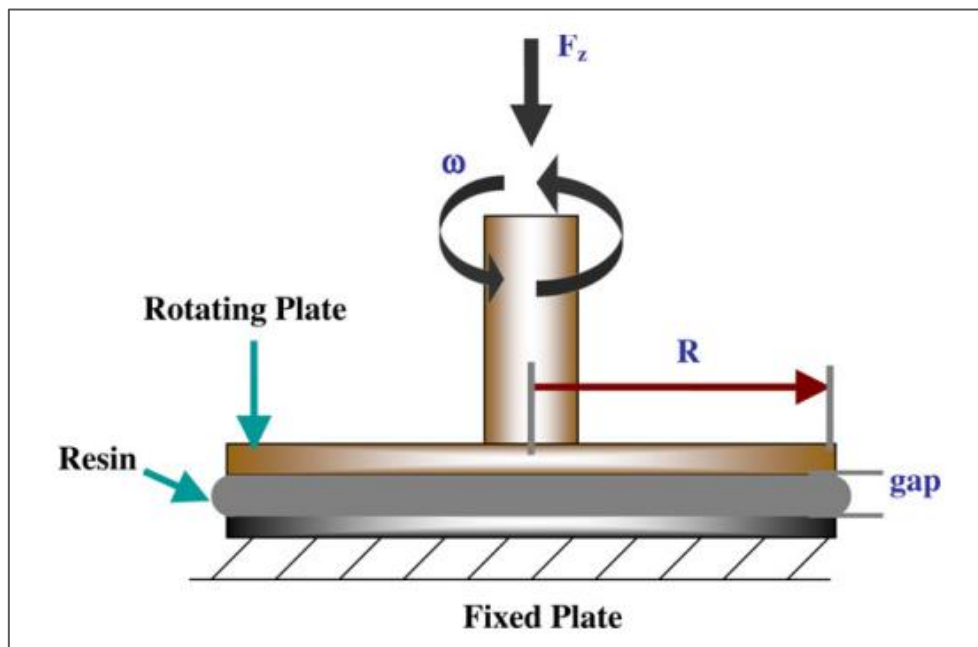


Figure 21: Représentation schématique d'un rhéomètre à plaques parallèle en mode dynamique, où  $F_z$  est la force appliquée et  $\omega$  la fréquence d'après [24]

Ferracane et al mettent en avant l'intérêt d'une méthode issue de l'analyse des matériaux à base d'élastomères, utilisée par certains auteurs pour les résines composites. Cette méthode, en générant une contrainte sur un échantillon de matériau à l'aide d'une masse pendant un temps donné, complété par sa photo-polymérisation, permet d'évaluer d'une manière simplifiée le comportement du matériau ; celle-ci peut s'avérer, bien que donnant des informations moins complètes, utile et plus facile à mettre en œuvre en nécessitant moins de matériel de rhéologie [24].

#### 4) La radio-opacité

La radio-opacité est une propriété essentielle pour nombre de biomatériaux utilisés en odontologie et notamment en tant que biomatériau de restauration. Les tissus dentaires étant des tissus minéralisés et la pathologie carieuse liée à des phénomènes de déminéralisation, l'analyse radiographique est une part importante, en complément de l'inspection visuelle, du diagnostic de cette pathologie [25]. Pour de nombreux biomatériaux, l'ajout de radio-opacifiants aux formulations va permettre l'obtention d'une radio-opacité initialement absente. Ainsi, la visualisation radiographique d'une résine composite sera possible, et va permettre, en complément de son évaluation au niveau clinique, d'évaluer la qualité d'une restauration déjà présente ou réalisée. Il sera possible notamment d'apprécier son intégrité, l'absence de vide ou encore son adaptation marginale ; celle-ci permettra également la détection éventuelle de lésions carieuses secondaires en tenant compte de l'absence de radio-opacité des systèmes adhésifs.

La norme ISO 4049, en accord avec la norme ISO 13116 :2014 « Médecine bucco-dentaire - Méthodes de détermination de la radio opacité des matériaux », spécifie que le biomatériau doit avoir, pour une même épaisseur, la même radio-opacité que la dentine, celle-ci étant équivalente à la radio-opacité de l'aluminium. Par ailleurs, la radio-opacité de la formulation étudiée ne doit pas être inférieure au-delà de 0,5 mm par rapport à toute valeur revendiquée par le fabricant. D'autre part, la radio-opacité doit notamment être évaluée sur un échantillon d'une formulation de teinte « universelle » [a].

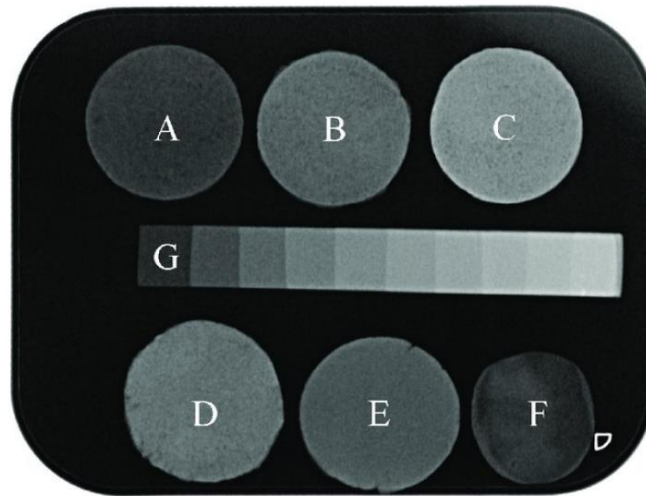
Ainsi, l'essai selon la norme ISO implique l'utilisation d'échantillons cylindriques de biomatériaux de  $1 (\pm 0,1)$  mm d'épaisseur, celle-ci sera mesurée lors de l'essai avec une précision de plus ou moins 0,01 mm à l'aide d'un micromètre. En parallèle une réglette en forme d'escalier d'Aluminium pur (98%) est utilisée dont l'épaisseur varie de 0,5 à 5mm par incrément de  $0,5 (\pm 0,01)$  mm et un système radiographique afin de permettre la réalisation de clichés.

En fonction du type de radiographie, la densité optique ou les niveaux de gris sont mesurés et utilisés afin de convertir la radio-opacité de l'échantillon du biomatériau en une radio-opacité correspondante à celle de l'aluminium et ainsi déterminer si l'échantillon présente la radio-opacité minimale requise par la norme [a]. La présence de vides peut être également mise en évidence lors de l'essai.

Il est intéressant de noter, que, comme présenté par les auteurs, des études réalisées suggèrent que la radio-opacité devrait être équivalente ou supérieure à celle de l'émail pour



mieux évaluer la restauration et apprécier l'apparition de lésions secondaires. D'autre part, il est évoqué l'intérêt de l'ajout d'un échantillon de dentine ou d'émail lors des essais [3].



*Figure 22: Exemple de représentation radiographique dans l'évaluation de la radio-opacité selon ISO 4049. A, B, C, D sont des échantillons de biomatériaux expérimentaux, E est un ciment verre-ionomère et F un échantillon de dentine. G correspond à la réglette d'aluminium présentant différentes épaisseurs d'après [26].*

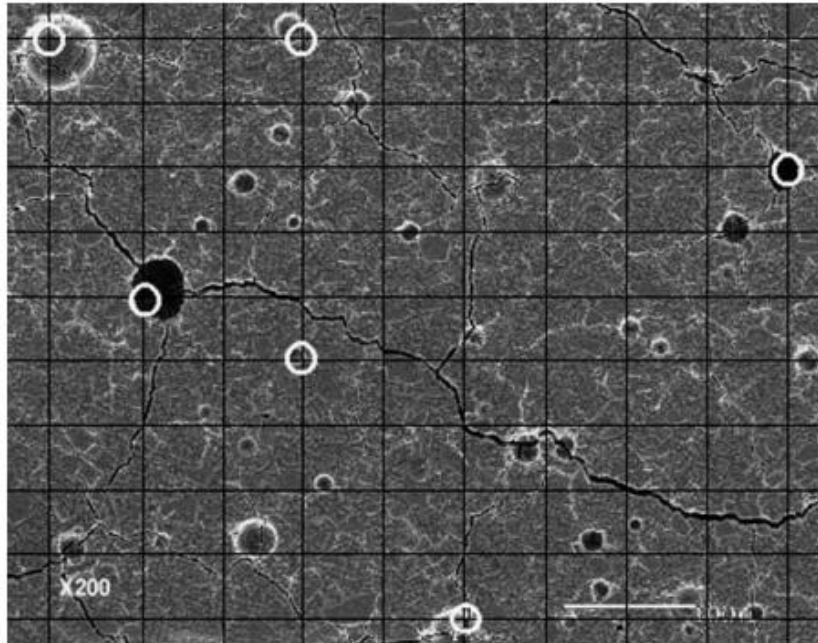
## **5) La porosité**

La porosité d'un matériau solide, peut d'une manière générale être définie comme la quantité de pores (ou de vides) en son sein, et peut être exprimée en pourcentage ou en valeur absolue (0 à 100%, 0 à 1). Concernant les biomatériaux de types résines composites, elle est caractérisée par la présence de vides créés d'une part soit au moment de leur fabrication soit lors de leur utilisation clinique [3].

En fonction de leur origine, ces derniers peuvent être présents à la surface du composite, à l'interface entre le matériau et les tissus, soit de manière intrinsèque au biomatériau. Un vide peut être assimilé à un défaut, et peut théoriquement entraîner une altération des propriétés mécaniques d'un échantillon en fonction de la quantité de porosité, mais aussi au niveau physico-chimique, augmentant les phénomènes d'absorption hydrique ou encore de dégradation [27].

Différentes méthodes sont retrouvées afin de déterminer la porosité d'un échantillon de résine composite. Ces méthodes quantitatives sont principalement visuelles ou radiographiques.

L'analyse visuelle va consister à réaliser des sections d'un échantillon de matériau, et les analyser par microscopie, en général par microscopie électronique à balayage (MEB), couplé à des logiciels informatiques. Ce type de méthode s'avère coûteuse et souvent chronophage. De plus, les analyses restent en 2 dimensions pour un corps analysé tridimensionnel [3]. Cependant, les techniques stéréologiques qui analysent un nombre très important d'images, permettent d'obtenir une interprétation fiable d'un volume 3D [28].



*Figure 23: Exemple d'évaluation de la porosité d'un matériau après réalisation de coupe par MEB d'après [28].*

Concernant l'analyse radiographique 2D, des vides peuvent être observés, cependant, ce type de méthode s'avère peu précis, du fait des superpositions possibles et de la résolution insuffisante de ce type d'analyse. A l'inverse, l'utilisation de techniques radiologiques en 3 dimensions vont permettre d'évaluer la porosité d'un échantillon de manière bien plus complète.

En effet, la tomographie à rayons X est fréquemment utilisée pour l'analyse de caractéristiques physiques d'échantillons de matériaux, telle que la porosité. Cette technique va permettre, après traitement de l'ensemble des images acquises, l'analyse tridimensionnelle de l'échantillon de matériau. Elle est de plus une méthode non destructive. Il est ainsi possible d'évaluer de nombreux paramètres liés à la porosité, à savoir le pourcentage de porosité, mais aussi la localisation des vides ou encore leur répartition en fonction de leurs tailles [27].

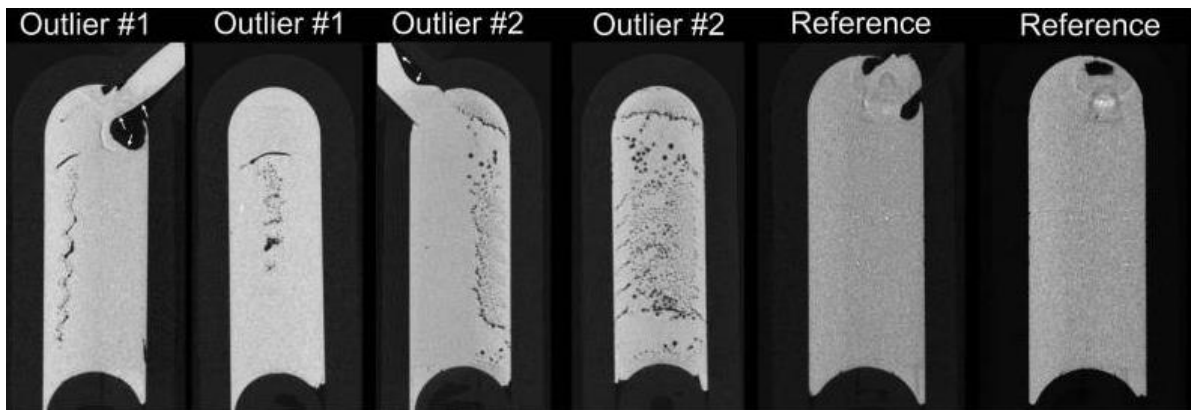


Figure 24: Exemple de visualisation de porosité par Microtomographie aux rayons X. Illustration d'échantillons présentant des valeurs de porosité aberrantes (1 et 2) en comparaison à des échantillons références d'après [27].

Des travaux sont également retrouvés exploitant les avancées technologiques de l'imagerie, et des auteurs ont présenté des travaux comparant l'utilisation de nano- et de micro-tomographie [29]. Logiquement, davantage de vides sont mis en évidence lorsque la résolution augmente (Fig. 25).

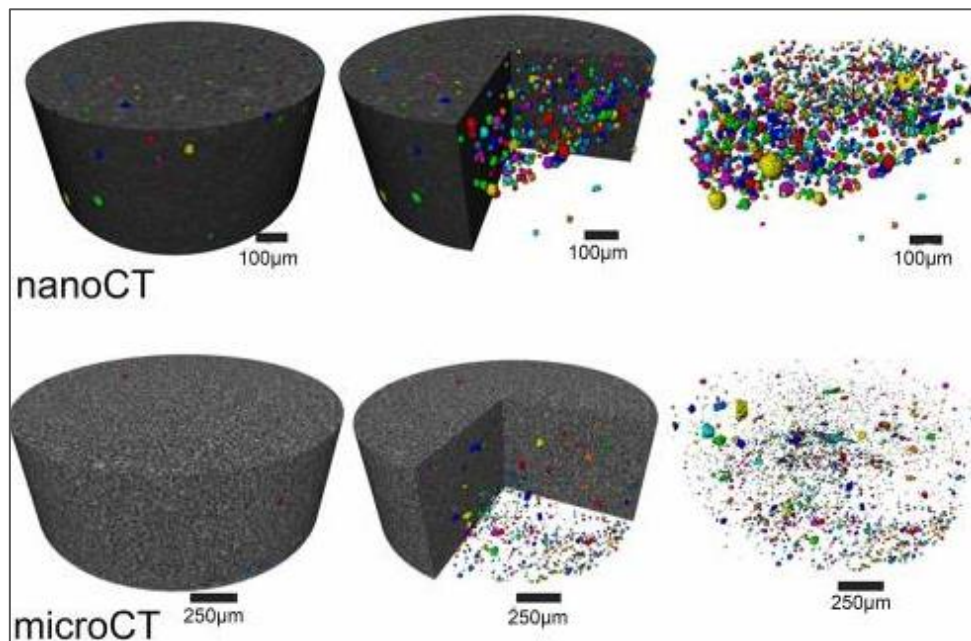


Figure 25: Comparaison de la mise en évidence de vide après traitement, en fonction de la technique utilisée (nano- et micro-tomographie) d'après Haugen et al [29].

D'autres techniques sont décrites pour évaluer la porosité d'un matériau, c'est le cas de la porosimétrie par intrusion de mercure, cependant cette technique s'avère être bien plus décrite et utilisée pour d'autres classes chimiques de biomatériaux.

## **6) Sensibilité à la lumière ambiante**

Les différentes formulations de résines composites, lorsqu'elles sont dites photo-polymérisables, peuvent voir leur prise initiée par la lumière ambiante (lumière blanche) ou des sources lumineuses artificielles présentent dans un cabinet/centre de soin. En effet, l'initiation de la polymérisation va être assurée par la présence de photoamorceurs/sensibilisateurs puis par l'intermédiaire d'activateurs (photons). Ainsi, la grande majorité des résines composites photo-polymérisables peuvent être sujettes à ce phénomène, pouvant ainsi altérer les propriétés initiales du biomatériau lors de sa mise en place si celui-ci s'avère trop sensible.

La sensibilité à la lumière ambiante est encadrée par la norme ISO 4049. Elle stipule l'utilisation, dans une chambre noire, d'une lampe à xénon ou d'un système équivalent, munie d'un filtre UV, d'une puissance de 8,000( $\pm$ 1000) lux, vérifiée par un système de détermination de l'intensité lumineuse. Un échantillon sphérique d'environ 30mg de résine composite de forme sphérique est utilisé et placé sur une lame de microscope. L'échantillon est soumis à l'exposition pendant 60( $\pm$  5) secondes. A la fin du temps d'exposition, une deuxième lame est appliquée en cisaillement pour obtenir un fin film d'échantillon. Une inspection visuelle de l'échantillon va permettre de déterminer si l'échantillon reste physiquement homogène, en effet, la visualisation d'irrégularités ou de vides signera la pré-polymérisation de l'échantillon, celui-ci pouvant être comparé à un autre échantillon non exposé. L'essai doit être réalisé 3 fois.

Peu de travaux sont retrouvés concernant cette propriété, on notera les travaux de Dionysopoulos et de Lane et al qui ont notamment évalué la puissance lumineuse qui serait la plus adéquate pour la validité de ce test, celle-ci ayant évolué au cours des différentes versions de la norme [30 ;31].

## **B) Propriétés en lien avec la polymérisation**

### **1) Le degré de conversion - Cinétique de polymérisation**

La formation du réseau polymère lors de la prise des composites résineux est une réaction complexe qui se produit au sein du matériau alors que la viscosité augmente de manière rapide. Les espèces réactives voient leur mobilité diminuer, entravant la poursuite de la polymérisation et laissant une fraction non réagie (doubles liaisons C=C). Ainsi, le paramètre fondamental utilisé pour évaluer l'étendue de la polymérisation est le degré de

conversion qui correspond au pourcentage de doubles liaisons (C=C) devenues des simples liaisons (C-C). De par la cinétique de la réaction, ce degré n'est jamais égal à 100% en ce qui concerne les résines composites, d'autre part le suivi en temps réel du degré de conversion permet de caractériser la cinétique de polymérisation [32].

Le degré de conversion est dépendant de nombreux facteurs et va refléter l'état du matériau, de ce fait, il va conditionner les principales propriétés des résines composites. Certaines d'entre elles vont évoluer de manière linéaire à celui-ci (indice de réfraction, rétraction de prise), alors que d'autres augmenteront de manière exponentielle (module d'élasticité, stress de polymérisation) Il est ainsi possible de déterminer le degré de conversion par des méthodes directes liées aux changements structuraux du biomatériau mais également de l'évaluer, par comparaison, à l'aide de méthodes indirectes via l'étude de certaines propriétés du matériau [3].

Parmi les **méthodes directes** de détermination du degré de conversion, de nombreuses techniques d'analyses vont être retrouvées telles que les spectroscopies infra-rouge (IR), Raman ou encore la Calorimétrie à balayage différentiel (DSC). Ces techniques peuvent être qualifiées de directes car elles vont évaluer les changements au sein du matériau en lui-même, par l'analyse chimique des groupements moléculaires (types de liaisons) ou encore par le flux de chaleur enthalpique liée à la réaction de polymérisation.

Les **spectroscopies IR** peuvent être utilisées dans différentes zones du spectre ; on peut distinguer la spectroscopie en moyen infra-rouge (Mid-IR) et en proche (Near) infra-rouge (NIR) [3]. Elles sont basées sur le phénomène de l'absorption du rayonnement électromagnétique lié aux états vibrationnels des molécules. De ce fait, le spectre d'absorption IR va fournir des éléments importants sur l'organisation chimique et structurale de l'échantillon et un spectre avec des bandes d'absorption caractéristiques est obtenue [33].

Différentes techniques utilisant la spectroscopie IR sont retrouvées et notamment la spectroscopie IR à transformée de Fourier (IR-TF) ou encore la réflectance totale atténuée (ATR) [34] ; les intervalles de spectre IR utilisés varient en fonction de la technique ; entre 400 et 4000  $\text{cm}^{-1}$  en mid-IR et entre 4000 et 12500  $\text{cm}^{-1}$  pour la NIR [3].

Il est ainsi possible de déterminer, en fonction du spectre utilisé, directement les concentrations en méthacrylate et d'autres groupes réactifs comme les thiols par exemple et d'en déduire le degré de conversion. En mid-IR l'étude se réalise à l'aide de l'évolution de la

bande d'absorption des méthacrylates (C=C) à  $1,638\text{ cm}^{-1}$ ; et à  $4743$  et  $6165\text{ cm}^{-1}$  (=CH<sub>2</sub>) en NIR (Fig. 26) [35].

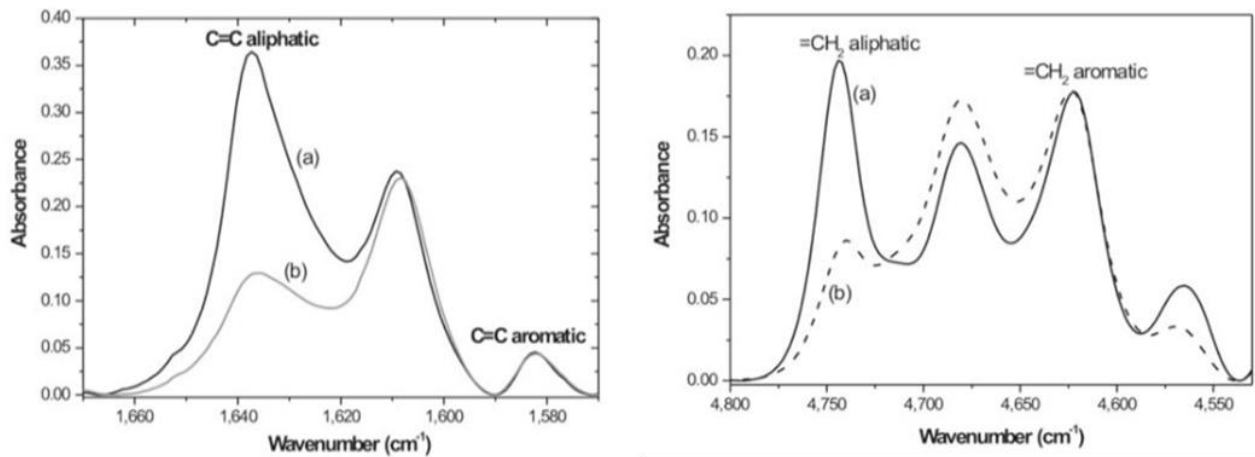


Figure 26: Exemple de spectres et pics caractéristiques obtenus en IR (à gauche) et en mid-IR (à droite) pour une résine composite, avant (a) et après polymérisation (b) (THP Spectrum) d'après [35].

La **spectroscopie Raman** est également une technique d'analyse spectroscopique vibrationnelle qui permet de connaître les états transitoires (vibrations/rotations) d'une molécule excitée par une source lumineuse, ici monochromatique (en général de type laser). Très schématiquement, une partie de la lumière (photons) sera modifiée par le milieu étudié, c'est la diffusion inélastique (effet Raman). Ainsi, les changements d'énergie des photons vont correspondre à la structure chimique des molécules dans l'échantillon [36]. En effet, des spectres avec des raies sont obtenus et vont permettre d'évaluer en fonction de celles-ci notamment la composition et la structure l'échantillon, les différentes espèces en présence, mais aussi en déduire leurs concentrations. Le degré de conversion peut ici être déterminé par comparaison des différentes doubles liaisons retrouvées (vinyliques ou aromatiques). Il est retrouvé l'utilisation de techniques de dispersion ou à transformée de Fourier ; en fonction du mode d'analyse mais aussi de la longueur d'onde utilisée, permettant des études à différents niveaux du matériau [34].

Les différents types de spectroscopies IR et Raman se révèlent être des techniques complémentaires et permettent donc l'analyse de la polymérisation (études des liaisons chimiques), par l'intermédiaire du degré de conversion, des résines composites mais aussi des systèmes adhésifs en général en comparant les résultats entre un échantillon non polymérisé et un échantillon polymérisé [34].

En parallèle, d'autres techniques peuvent être mise en œuvre pour évaluer la polymérisation au sein du matériau, c'est le cas de la **calorimétrie à balayage différentiel** (DSC).

Cette technique est basée sur le flux de chaleur enthalpique que peut dégager la résine subissant des transitions à la fois chimiques et physiques. L'échantillon qui servira pour le test pèse environ 10mg, il repose sur un socle métallique hautement conducteur. Comme la prise du matériau est dite exothermique, c'est à dire quelle libère de la chaleur, ce flux de chaleur pris à un moment donné de la réaction correspond au degré de conversion à ce temps [3]. Une étude a comparé la DSC avec de la spectroscopie IR de Fourier (IRTF) et a conclu que la DSC était plus rapide et plus facile à utiliser. De plus, en comparant deux formulations de résines composites, les auteurs ont conclu que la DSC permettait l'obtention de valeurs plus précises qu'avec la spectroscopie IR-TF [37].

A l'inverse des méthodes d'évaluations directes, les **méthodes indirectes** vont correspondre à la réalisation d'essais propres à d'autres propriétés du matériau, par lesquelles il sera possible d'évaluer le degré de conversion de l'échantillon. En effet, les principales propriétés des résines composites vont leur être conférées par l'intermédiaire de la polymérisation du biomatériau ; leur étude en comparaison de valeurs déterminées pour des degrés de conversion connus peut donc permettre une évaluation de celui-ci. Ainsi, vont être retrouvées des propriétés mécaniques, telles que la dureté ou l'évaluation du module d'élasticité ; des propriétés optiques, ou dimensionnelles. Ce mode d'évaluation présente des limites mais lorsque celles-ci sont prises en compte, les résultats comparatifs obtenus peuvent avoir un intérêt certain [3].

Au niveau des propriétés mécaniques, l'étude de la dureté et du module d'élasticité sont notamment retrouvés. En effet, l'étude de la microdureté (cf Dureté) permet de manière indirecte l'évaluation de la polymérisation, cette propriété augmentant de manière très importante avec la poursuite de la réaction. Il ne s'agit pas réellement d'une étude dynamique dans ce cadre mais il est possible d'étudier la micro/nano-dureté à différents stades de polymérisation et ainsi évaluer le degré de conversion et/ou niveau de profondeur (cf Profondeur de prise). L'étude du module d'élasticité peut également être utilisée pour apprécier le degré de conversion d'un matériau. En effet, le passage d'un état de monomère à un polymère va entraîner une augmentation exponentielle du module du matériau. Ainsi il est

possible par l'intermédiaire des essais présentés (cf Résistances - Module d'élasticité) de déterminer l'état de polymérisation de l'échantillon (par comparaison) [3].

L'utilisation de procédés optiques permet également l'évaluation du processus de polymérisation, notamment par l'indice de réfraction et de la transmission lumineuse. En effet, l'indice de réfraction est lié au type de monomère en présence, de par leur composition chimique et leur poids moléculaire, et va être modifié lors du passage à la forme de polymère. Celui-ci va en général augmenter et se rapprocher de l'indice de réfraction des charges [3].

Des techniques telles que l'interférométrie ou l'utilisation de réfractomètres permettent l'évaluation de l'indice de réfraction d'une résine (chargée ou non), ou des charges. En fonction des essais, la température doit être prise en compte, et l'utilisation de dispositifs de contrôle de la température peut être retrouvée dans certaines études [38].

L'étude de ces propriétés optiques permet d'évaluer le degré de conversion mais aussi la cinétique de polymérisation des résines composites lorsqu'un dispositif tel que de la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier y est couplé [38]. L'analyse des propriétés optiques est utilisée dans de nombreux travaux, par exemple pour déterminer l'impact de nouvelles formulations (additifs ou de modification de charges) sur la polymérisation et est démontrée comme corrélée au degré de conversion [39].

## **2) Profondeur de prise**

Bien qu'étroitement liée à la polymérisation du matériau présentée précédemment, de par leur mise œuvre clinique et le développement de formulation « bulk » l'étude de la profondeur de prise présente un intérêt certain.

Classiquement, la profondeur de prise est déterminée par la norme ISO 4049. Dans le cadre des résines photo-polymérisables de restauration, pour les formulations dites opaques, les valeurs ne doivent pas être inférieures à 1mm. Pour les formulations classiques, les valeurs obtenues ne doivent pas être inférieures à 1,5mm. Dans tous les autres cas, pour des valeurs supérieures spécifiées par les fabricants, les résultats obtenus lors des essais ne devront pas s'avérer inférieures de plus de 0,5mm aux valeurs spécifiées [a].

L'essai consiste en un test de « grattage ». Un échantillon cylindrique de résine composite va être réalisé à l'aide d'un moule de 6mm de hauteur et 4mm de diamètre (la hauteur peut être adaptée pour des valeurs décrites par le fabricant supérieur aux valeurs classiques définies par la norme). Après le temps d'exposition préconisé par le fabricant, la



résine n'ayant pas réalisé sa prise est éliminée et la fraction d'échantillon restant est mesurée à l'aide d'un micromètre ( $\pm 0,1$  mm) et est divisée par deux. Cette valeur (sur deux essais) est considérée comme la profondeur de prise de l'échantillon [a].

Cet essai s'avère relativement simple et peut sembler peu significatif. En effet la profondeur de prise peut être également évaluée par d'autres techniques ; il est retrouvé l'utilisation des différentes techniques présentées précédemment, allant des spectroscopies (IR, Raman), à l'étude des propriétés optiques et mécaniques, et ce à différents niveaux de l'échantillon [2].

Cependant ces évaluations présentent elles aussi des limites, et des auteurs ont proposé de redéfinir le terme de profondeur de prise avec l'utilisation d'autres techniques telles que la microscopie à force atomique (AFM) ou la calorimétrie à balayage différentiel (DSC). Ces techniques, utilisées à différents niveaux de l'échantillon, permettent une analyse précise de la phase organique et notamment de la transition de phase. Les auteurs concluent que ce type d'analyse est plus approprié en comparaison aux techniques classiques présentées précédemment, qui peuvent amener à une surestimation de la profondeur de prise de l'échantillon étudié [40].

## **C) Propriété relatives à la stabilité dimensionnelle et visuelle des résines composites**

### **1) Rétraction de polymérisation**

La rétraction de prise des résines composites est inhérente à leur formulation et à leur mode de réaction, à savoir la polymérisation. Elle présente un impact majeur d'un point de vue clinique puisque celle-ci aura lieu après la mise en place du biomatériau et pourra ainsi affecter les propriétés de la restauration. Cette rétraction de prise représente en général 1 à 5% du volume, en fonction des formulations et a fait l'objet de nombreux développements dans le but de réduire ce phénomène. Elle peut être définie par la direction, le taux (en pourcentage) ou encore la cinétique de retrait de polymérisation (par rapport au temps). Il est à noter que lors de son placement, quelle que soit la technique, les apports ne sont pas géométriquement constants, ce qui peut influencer l'impact de la rétraction de prise (cf Contraintes de polymérisation).

Plusieurs méthodes sont utilisables pour la déterminer. D'une manière générale, il est conseillé d'utiliser des échantillons de forme cylindrique d'une épaisseur de 1mm, afin de faciliter la comparaison entre les formulations mais aussi entre les différentes études [3].

La première méthode décrite est celle du « **disque collé** » ou **méthode de Watts**. Cette méthode, couramment utilisée dans les milieux de la recherche depuis plus de 20 ans s'appuie sur l'utilisation d'un dispositif électromécanique. Ce dispositif est utilisé pour convertir un mouvement mécanique ou des vibrations (en particulier un mouvement rectiligne) en courant électrique variable, en tension ou en signaux électriques, et inversement. Ce transducteur d'une sensibilité égale à 0,1 microns est lui-même connecté via une unité à un convertisseur A/D haute résolution et à un ordinateur.

En pratique, un échantillon de résine composite de 8 mm de diamètre est placé dans une bague en laiton (section 1x1mm et d'un diamètre de 15 mm) et repose sur une plaque de verre de 3 mm d'épaisseur, le tout recouvert d'une lamelle de 0,13 mm d'épaisseur. L'ensemble est maintenu par une plateforme permettant la photo-polymérisation et supportant un transducteur LVDT (transducteur différentiel variable linéaire). Le déplacement au centre de la lamelle, tirée axialement vers le bas par la rétraction du matériau est analysé par le transducteur et affiché en temps réel sur l'ordinateur (Fig.27) [3 ; 41]

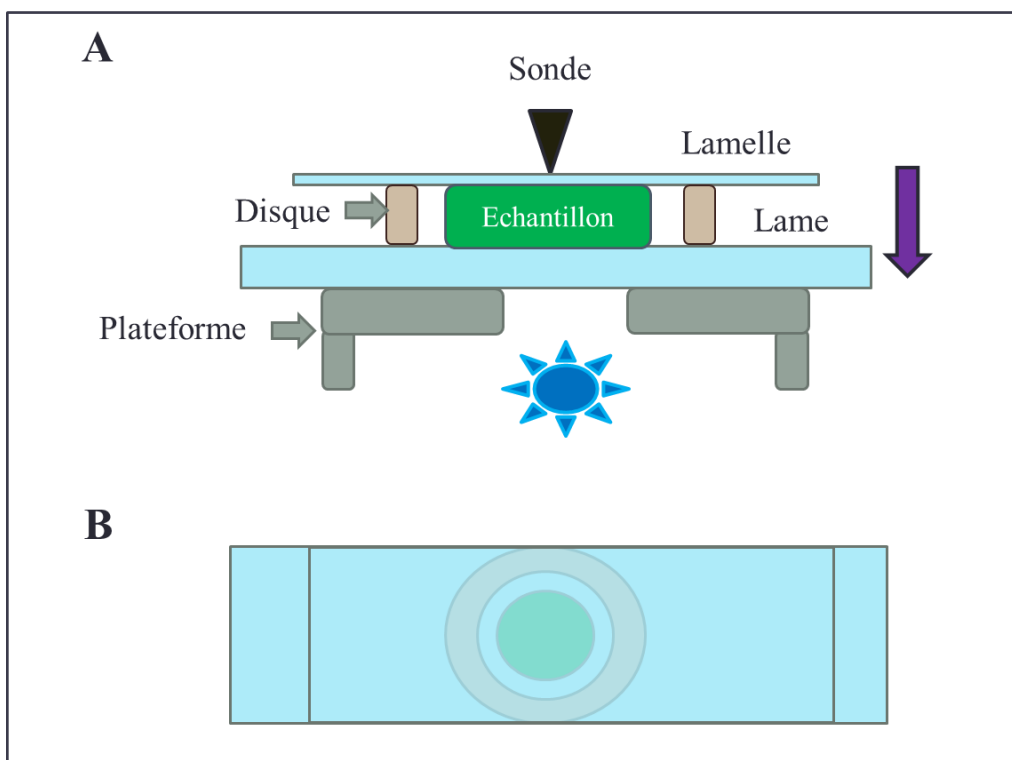


Figure 27: Représentation schématique (A) de profil, (B) de dessus, de la technique du disque collé, la flèche violette indique le sens de déplacement de la lamelle ; d'après Watts et al [41]

Une autre technique proche de la méthode du disque collé est celle du **linomètre**. Introduit en 1993 par De Gee et al cette méthode présente des similarités par rapport à la méthode du disque collé. L'échantillon de composite est placé entre la plaque de verre et un

disque en aluminium, la distance entre le disque d'aluminium et la plaque de verre peut être ajustée par le transducteur afin de pouvoir sélectionner la hauteur de l'échantillon. Ici le retrait de prise dans le matériau est isotrope et non pas anisotrope de par l'application d'une couche graisseuse sur le disque et le verre afin d'éviter l'adhérence de l'échantillon [42].

Par ailleurs, il est possible d'utiliser la **méthode d'Archimède**. Seule cette méthode permettant la mesure de la rétraction lors de la polymérisation fait l'objet de recommandations d'après la norme **ISO 17304 :2013** « Médecine bucco-dentaire - Rétraction à la polymérisation : Méthode de détermination de la rétraction à la polymérisation des matériaux de restauration à base de polymères ». Elle va consister en l'étude de la rétraction en effectuant des déterminations de densité par la méthode de poussée hydrostatique (fondée sur le principe d'Archimède).

Le principe de cette méthode s'appuie sur la flottabilité d'un matériau dans un fluide spécifique en étudiant les changements de volume par l'intermédiaire de variations de densité. Le matériau doit être pesé plusieurs fois dans deux milieux distincts, l'air faisant partie de ce milieu, le deuxième étant une solution de laurylsulfate de sodium. L'utilisation de milieux non aqueux telle que l'huile de silicone pourrait éviter le phénomène d'expansion hygroscopique [3].

Il est également possible d'utiliser la méthode du **dilatromètre**, cette technique, a été largement répandue dans l'analyse de la rétraction de prise des résines composites. Le principe repose sur l'utilisation d'un liquide non miscible comme de l'eau distillée ou du mercure même si ce dernier voit son utilisation réduite du fait des limitations de son utilisation. L'utilisation d'eau distillée peut entraîner les problèmes d'absorption d'eau par l'échantillon. Ce liquide va entourer l'échantillon et le tout est relié à un capillaire qui mesure les changements de volume du matériau par l'évaluation de la hauteur du liquide au niveau du tube. Un contrôle de la température, délicat à mettre en œuvre est nécessaire [3]. Le dispositif peut être couplé à un système permettant l'analyse au cours du temps [43]

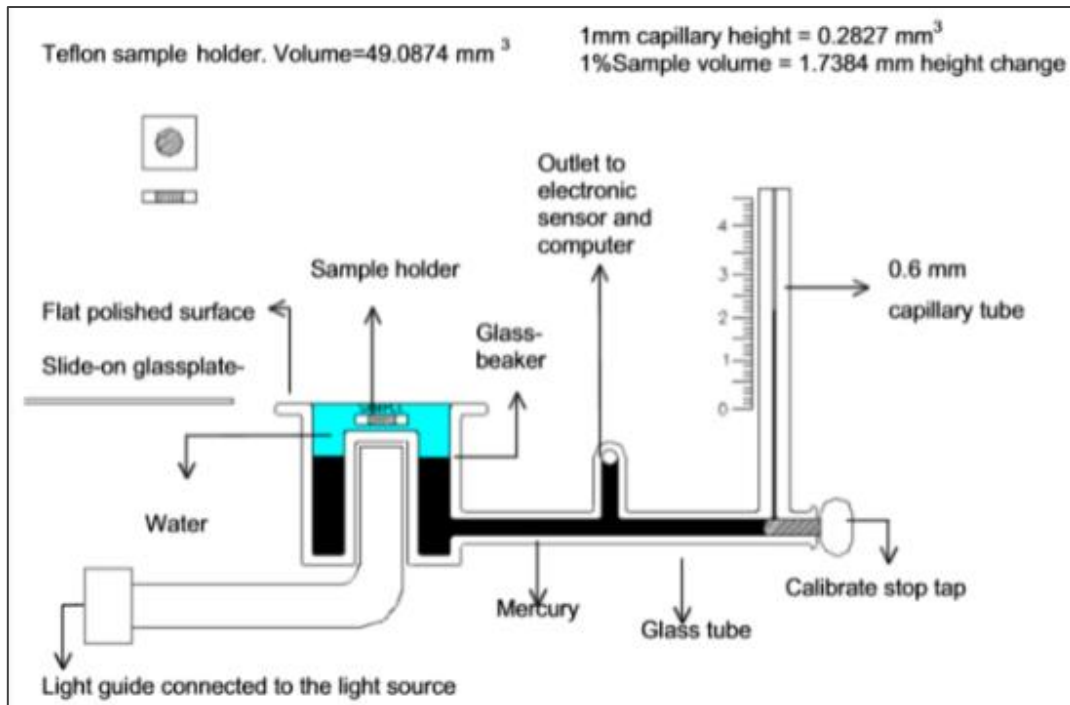


Figure 28: Dispositif de mesure par dilatomètre modifié d'après Oberholzer et al [43].

Des techniques d'analyses optiques de type « **digital image correlation** » (DIC) sont également retrouvées dans l'étude de ces phénomènes [3].

La méthode DIC, est une méthode informatique qui se sert d'images d'échantillons de matériau à différents temps et évalue la concordance des images obtenues, avant et après déformation. On obtient aussi des vecteurs de déplacements indiquant vers quelles directions a eu lieu la rétraction de prise (Fig. 29).

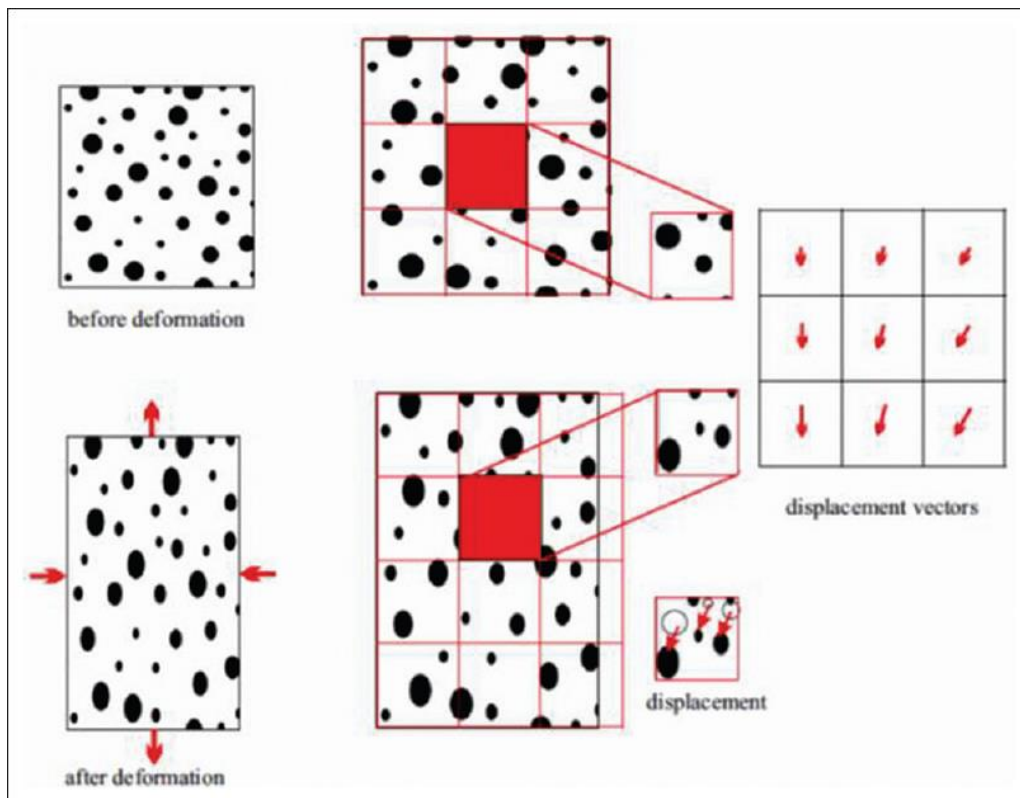


Figure 29: Représentation schématique de l'utilisation de la DIC pour l'étude de la rétraction de polymérisation, avant (haut) et après (bas) polymérisation d'après [44]

Une étude récente, a mis en évidence que la DIC était un outil pour mesurer et prédire la déformation/contrainte dans l'ensemble du domaine des matériaux dentaires et des prothèses et ce, dans diverses conditions cliniques. De plus avec l'avancée des technologies, elle pourrait remplacer les dispositifs complexes actuels pour ces types d'études [45]

Enfin il est également possible d'utiliser d'autres techniques telles que la méthode du pyctomètre ou des jauges contraintes [3].

## 2) Contraintes de polymérisation

Cliniquement, lors de la réaction de polymérisation, des contraintes sont générées à l'interface des tissus dentaires et du matériau, lorsque le matériau ne peut plus se déformer. Ce stress de polymérisation est fonction de nombreux facteurs, dépendant de la cavité ou propres au matériau tels que sa viscoélasticité, son taux de rétraction ou la cinétique de polymérisation ; par ailleurs le degré de conversion a été démontré comme un facteur important [46].

De nombreuses conséquences cliniques peuvent résulter des phénomènes de rétraction et de contraintes de polymérisation, telles que des pertes d'étanchéité, des colorations, des lésions secondaires ou encore des sensibilités post-opératoires [47].

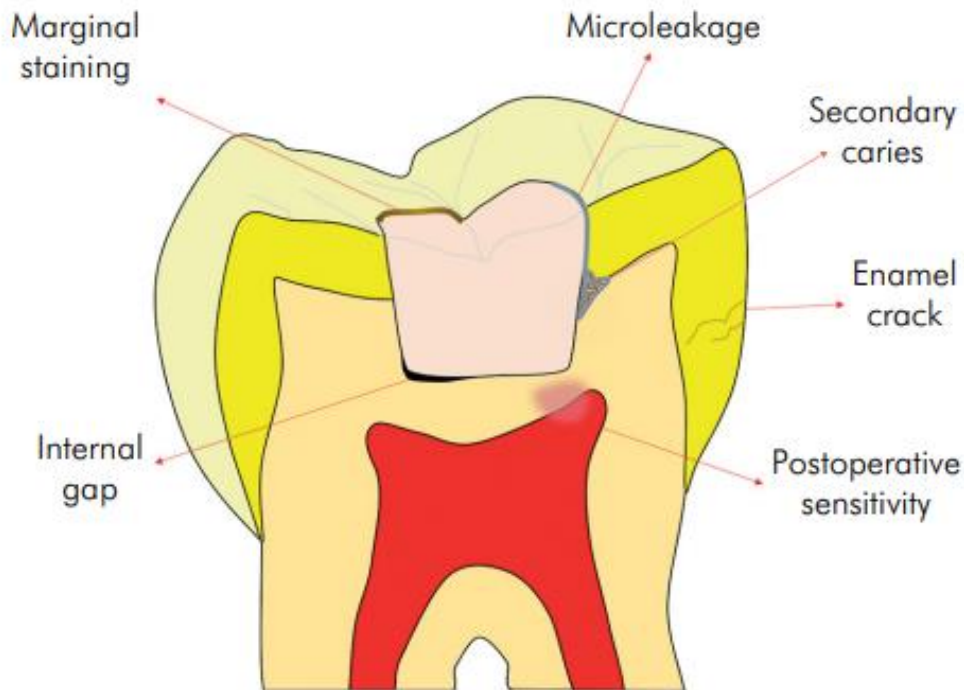


Figure 30: Représentation schématique des effets de la rétraction et des contraintes de polymérisation [47]

Plusieurs techniques sont retrouvées, celles-ci vont évaluer les contraintes générées sur un substrat en conséquence de la rétraction du matériau. Des paramètres importants tels que l'irradiation et la température, doivent être, si c'est possible, mis en place dans les mêmes conditions que les conditions cliniques [3].

L'utilisation d'un **extensomètre** par l'intermédiaire d'une machine à tester universelle (UTM) permet l'évaluation des contraintes de polymérisation. Différentes configurations possibles sont retrouvées. Dans un article récent, les auteurs utilisent comme substrat des cylindres en acier inoxydable, sablés, sur lesquels un système adhésif est appliqué. La résine composite à tester est mise au contact de l'ensemble. Pendant la photo-polymérisation, la force nécessaire pour garder la hauteur du dispositif constante est déterminée et permet d'évaluer la contrainte de polymérisation au cours du temps (Fig. 31) [48].

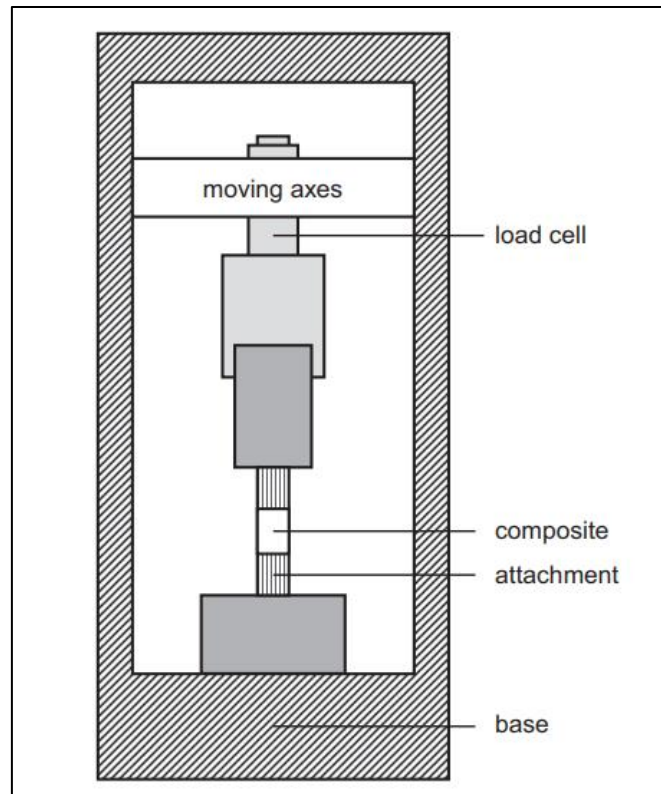


Figure 31: Représentation schématique d'un extensomètre permettant l'évaluation des contraintes de polymérisation d'après Fanfoni et al [48].

Une technique proche est également retrouvée, il s'agit de la technique de **Bioman**. Cette technique a été conçue à l'Université de Manchester au Royaume-Uni. Il s'agit d'une technique basée sur l'utilisation d'un système en porte-à-faux en acier rigide incorporant un système de charge et une cellule de mesure. Un échantillon de matériau sera placé entre une tige circulaire en acier à bout plat de 10 mm de diamètre, maintenue au niveau de l'extrémité du système de porte-à-faux, et une plaque de verre (permettant notamment la photopolymérisation) fixée sur un second support indépendant. En général l'échantillon est de 10 mm de diamètre par 0,8 mm de hauteur. Le système est adaptable pour les formulations à faible viscosité (anneau, cire). Lors de la polymérisation, la contrainte de polymérisation générée par la résine composite sera transférée au niveau de la tige elle-même fixée au système rigide, qui se déformera dans le sens vertical. Le signal de la cellule de charge (mV) est amplifié, numérisé et transféré au système informatique en temps réel. De la même manière que pour le système à extensomètre, les surfaces de contact avec la résine composite sont traitées (abrasion, agent de couplage...). Les données de contrainte (MPa) sont alors obtenues en fonction continue du temps généralement pour une minimum 30 minutes ou 1 heure [3] (Fig. 32).

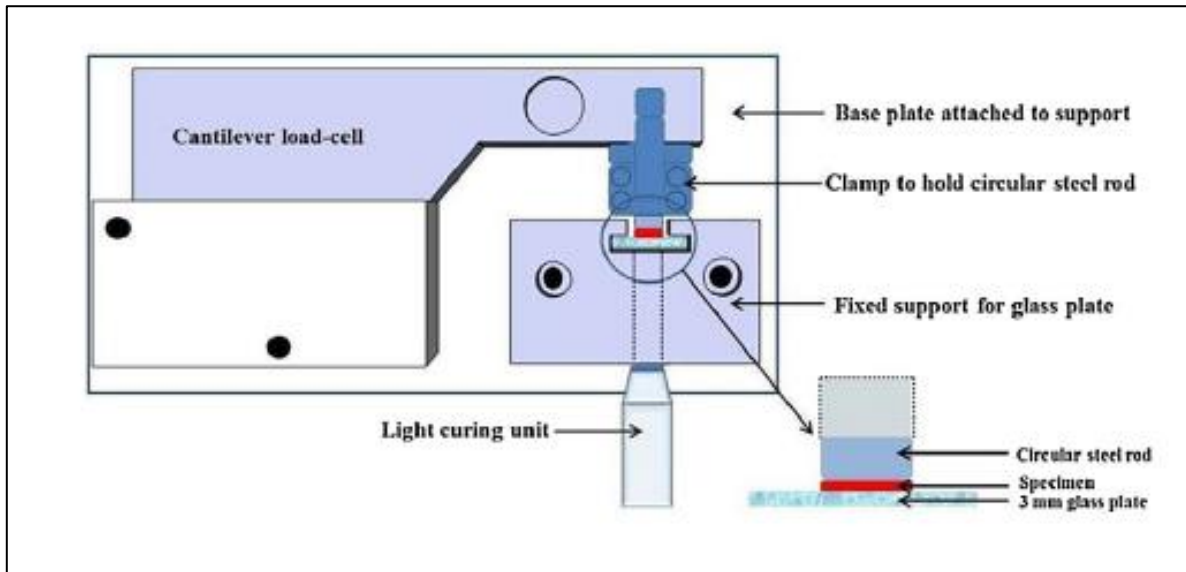


Figure 32: Représentation schématique de la technique de Bioman d'après [3].

Des courbes de valeurs en fonction du temps sont ainsi obtenues permettant l'évaluation de différentes formulations commercialisées, ou l'impact de modifications de compositions de formulations expérimentales par exemple (Fig. 33) [49].

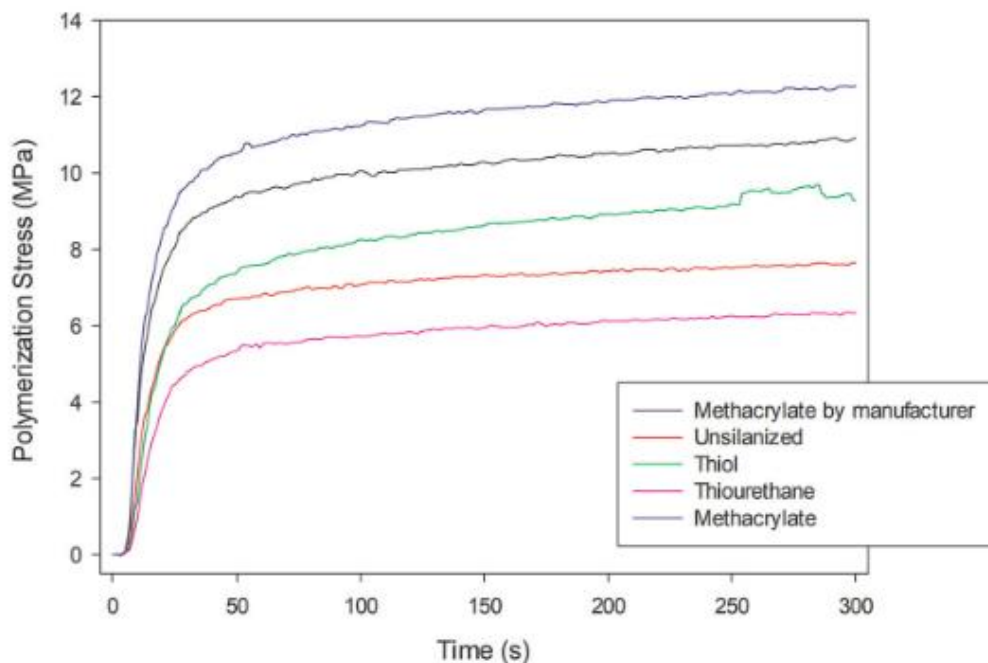


Figure 33: Exemple de courbe obtenue, permettant la visualisation de la contrainte de polymérisation en fonction du temps pour différentes formulations expérimentales de résines composites d'après [49]



Il est également possible d'utiliser une méthode dite de **photo-élasticité**. Cette technique optique va générer des images de franges d'interférence, représentant la contrainte, dans un matériau photo-élastique, l'araldite. Ces images peuvent être visualisées qualitativement et également analysées quantitativement. Les données obtenues concernent principalement le niveau de contrainte final atteint dans le système, bien que des mesures en fonction du temps puissent également être enregistrées. Cette approche, bien que précise, est considérée comme une méthode secondaire en raison de la disponibilité limitée du matériau [3]. Une étude récente utilise cette technique et a notamment comparé les contraintes de polymérisation en fonction de la viscosité de formulations conventionnelles et « bulk » ; ces contraintes se révélant dans cette étude indépendante de la viscosité des formulations [50]

Enfin d'autres techniques sont également retrouvées telles que tout système analyseur de contrainte-déformation (stress-strain analyser), un tensiromètre, la technique des jauges-contraintes, ou encore d'analyses de fissures (cracks) à la surface du matériau [3].

### **3) Absorption d'eau et solubilité**

Au-delà des variations dimensionnelles dues à la mise en œuvre du matériau, à savoir la polymérisation de la résine composite, la stabilité dimensionnelle au cours du temps et liée à l'environnement peut s'avérer d'importance. Deux propriétés, relatives à la présence d'un biomatériau dentaire dans le milieu buccal riche en eau sont à définir et à caractériser ; l'absorption d'eau et la solubilité. Ces propriétés vont pouvoir altérer les propriétés du matériau en lui-même ou la restauration réalisée (longévité) ; pour les résines composites, elles peuvent être notamment responsables de dégradations chimiques, du relargage de monomères ou de perte de charges [51].

L'absorption est définie par un phénomène ou processus physique et chimique dans lequel des atomes, molécules ou ions pénètrent dans une phase gazeuse, liquide ou solide ; ainsi l'absorption d'eau correspondra à la pénétration d'eau au sein du matériau. Cette absorption d'eau pourra entraîner un phénomène dit d'expansion hygroscopique.

Comme présenté par les auteurs, ce phénomène d'expansion pourrait contrebalancer les effets de la rétraction caractéristique des résines composites, cependant ces deux processus demeurent très différents et notamment dans le temps, puisque la rétraction est rapide, alors que l'expansion hygroscopique liée à l'absorption d'eau est étalée dans le temps [3].

L'étude de l'absorption d'eau est décrite dans la norme ISO 4049. Des échantillons en forme de disques sont préparés (diamètre  $15 \pm 0,1$ , hauteur  $1 \pm 0,1$ mm) à l'aide de plaques métalliques et de lames de microscope permettant la photo-polymérisation, celle-ci devra être réalisée sur plusieurs zones et sur les deux faces afin de garantir la prise. Une balance et un micromètre de précision adaptés sont nécessaires. Après leur réalisation, les 5 échantillons sont placés dans des dessiccateurs pendant des cycles de 22h puis 2h et sont pesés à chaque cycle jusqu'à l'obtention d'une masse constante ( $m_1$ ). Dès lors, le volume exact des échantillons est établi, et les échantillons sont placés pendant 7 jours dans de l'eau, rincés et à nouveau pesés pour déterminer leur masse ( $m_2$ ). La différence de masse par rapport au volume est établie. Les échantillons (au minimum 4 sur 5 d'entre eux) ne doivent pas excéder  $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  d'absorption d'eau [a].

La solubilité est définie comme la capacité d'une substance à se dissoudre dans une autre substance pour former un mélange homogène ; ainsi la solubilité dans l'eau d'un biomatériau va correspondre à une dissolution d'une fraction de celui-ci au contact avec l'eau.

L'étude de la solubilité est également présentée dans la norme ISO 4049. Les conditions expérimentales sont les mêmes que décrites précédemment ; la solubilité sera calculée à l'aide de la masse de l'échantillon ( $m_3$ ), déterminée cette fois-ci après immersion et cycles de dessiccation. Cette étape permet d'éliminer l'eau présente, et d'effectuer une comparaison avec la masse initiale ( $m_1$ ) de l'échantillon, en fonction du volume déterminé initialement. Les échantillons (au moins 4 sur 5) ne devront pas présenter une solubilité inférieure ou égale à  $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$  [a].

Il est intéressant de noter que dans l'article de Ferracane [3], sur lequel s'appuie notamment ce travail, il est mentionné l'absence de recommandations normatives sur le phénomène d'expansion hygroscopique. Or celui-ci est lié à l'absorption d'eau par le matériau et cette propriété est définie par la norme ISO 4049 comme présenté ; par ailleurs, il n'est pas mentionné l'étude de la solubilité dans ces travaux.

Il y est présenté cependant des techniques de recherches élaborées afin d'évaluer l'expansion hygroscopique des résines composite, par l'intermédiaire de la mesure des dimensions de l'échantillon après une phase d'immersion plus ou moins prolongée dans de l'eau. On retrouve notamment des techniques par balayage laser, optique ou encore des mesures basées sur le principe d'Archimède. Certaines de ces techniques présentent comme avantage d'être simple à mettre en œuvre (comparaison de volume/Archimède), d'autres

permettent d'évaluer ce phénomène de manière précise et tridimensionnelle (balayage laser) [3].

#### **4) L'expansion thermique**

La variation dimensionnelle liée à la température peut avoir des effets importants pour les matériaux dentaires, lors de leur élaboration/mise en œuvre ou après leur mise en place, dans les conditions physiologiques.

L'expansion thermique peut être caractérisée par l'intermédiaire du coefficient de dilatation thermique (CDT) qui va correspondre, dans le cas d'un matériau isotrope, à sa variation de longueur en fonction de la variation de température, exprimée en  $10^{-6}/C$ . D'autres propriétés telles que la conductivité thermique et la diffusivité thermique entrent également en jeu dans les phénomènes liés à des variations de température.

Pour les résines composites, cette propriété est, à l'inverse d'autres matériaux dentaires, souvent considérée comme de moindre importance, d'autant plus en comparaison des propriétés présentées précédemment liées à la stabilité dimensionnelle, et n'est pas encadrée par des normes [3].

Cependant, pour les résines composites photo-polymérisables, un phénomène d'exothermie est bien présent et sera lié à la polymérisation du matériau en lui-même et également à l'énergie apportée (Fig 34). De plus, au quotidien, des variations de températures intra-buccales sont également présentes. Ces variations de températures, peuvent avoir des conséquences sur la restauration dans sa globalité, notamment à l'interface, mettant en jeu de nombreux facteurs tels que le matériau en lui-même, sa mise en œuvre, et les tissus sous-jacents, possédant leur propre CDT.

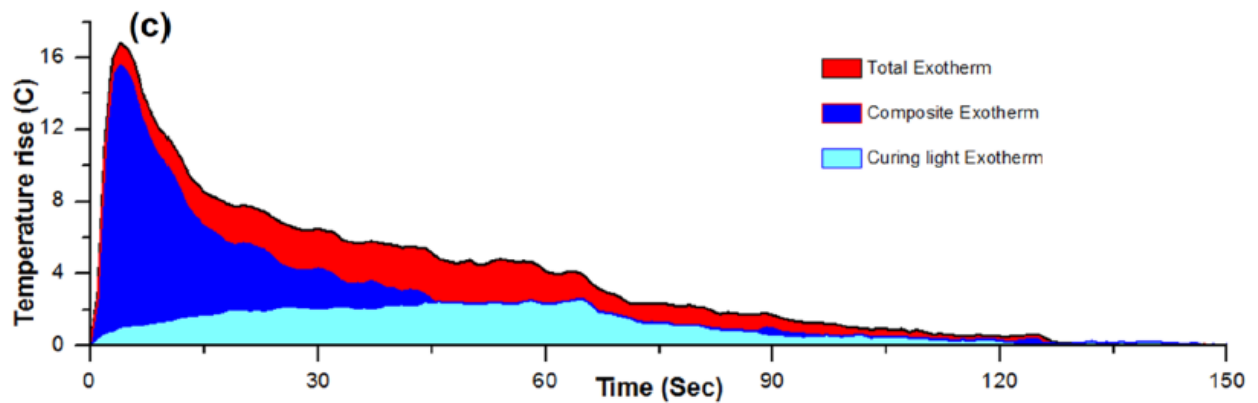


Figure 34: Exothermie lors de la mise en place d'une résine composite expérimentale. Les auteurs ont distingué les différentes sources, à savoir liées au matériau en lui-même et à l'énergie qui lui est apportée d'après [52]

Le CDT est évalué par l'intermédiaire de diverses méthodes, les plus retrouvées étant l'utilisation d'un dilatomètre, ou encore sa déduction par analyse thermodynamique. D'une manière générale, des variations relativement importantes sont retrouvées en fonction des formulations, le CDT étant notamment liée à la phase organique [52 ; 53].

## 5) Stabilité de teinte

Cette propriété est évaluée selon la norme ISO 4049 en accord avec l'ISO 7491. Cet essai a pour but d'évaluer l'évolution de la teinte d'un échantillon de résine composite après irradiation et absorption d'eau, en comparaison d'un échantillon de référence (séché pendant 7 jours et à l'abri de la lumière).

Un second échantillon est réalisé et est immergé 7 jours dans de l'eau, et un troisième est d'abord séché (1 jour), puis immergé et irradié sur la moitié de sa surface (1 jour) et enfin séché pendant 5 jours à l'abri de la lumière. La teinte de ces 3 échantillons sera comparée et également évaluée en fonction de la teinte donnée par le fabricant, dont elle devra se rapprocher au mieux [a].

## Conclusion

Comme présenté dans ce travail, et comme pour tout biomatériau d'une manière générale, de très nombreuses propriétés peuvent être évaluées pour étudier les résines composites. Ces propriétés, que ce soit au niveau physico-chimique ou mécanique, ont des retentissements plus ou moins importants sur leur mise en œuvre, leur comportement dans le temps, et donc sur leur pérennité et le succès clinique liés à leur utilisation. Leur étude est plus ou moins complexe, et les essais utilisés plus ou moins représentatifs des conditions cliniques, d'autant plus en fonction de leurs paramètres expérimentaux.

D'une part, l'étude et la caractérisation des propriétés des résines composites, pour celles concernées par la norme ISO 4049 (et des normes y faisant référence), vont permettre leur mise à disposition par les fabricants et l'utilisation clinique pour une formulation développée. D'autre part, de nombreuses autres propriétés sont caractérisées et retrouvées dans les travaux de littérature. Celles-ci permettent notamment la comparaison de différentes formulations déjà disponibles ou des formulations expérimentales, dans le but de rendre ces biomatériaux encore plus efficaces cliniquement. Pourtant, il est possible de se demander si certaines de ces propriétés ne devraient pas faire partie de celles requises par la norme principale relative aux résines composites.

Il est intéressant de rappeler que les normes sont réactualisées au cours du temps, sur des périodes plus ou moins importantes. C'est le cas de la norme ISO 4049 présentée dans ce travail, qui comme toute norme a évolué au cours du temps, la dernière version de 2019 remplaçant la version de 2009. Cependant, très peu de modifications y ont été apportées entre ces deux versions, sans nouvelles propriétés ajoutées.

En conclusion, ce travail, s'appuyant principalement sur deux articles émanant de l'Academy of Dental Materials (ADM) [2 ; 3], a été réalisé pour présenter de la manière la plus exhaustive possible l'ensemble des propriétés de ce type de biomatériau en formulations photo-polymérisables. Il a pour but de les définir et de présenter les moyens, retrouvés par l'intermédiaire de normes, ou de travaux de littérature, à disposition pour les caractériser, et ce de manière accessible, par l'intermédiaire de représentations schématiques et d'exemple de résultats de travaux.

## **BIBLIOGRAPHIE**

1- <https://www.iso.org/fr/standards.html>

2- Ilie N, Hilton TJ, Heintze SD, Hickel R, Watts DC, Silikas N, Stansbury JW, Cadenaro M, Ferracane JL. Academy of dental materials guidance- Resin composite: Part I-Mechanical properties. Dental Materials august 2017

3- Ferracane JL, Hilton TJ, Stansbury JW, Watts DC. Academy of dental materials guidance- Resin composites: Part II- technique sensitivity (handling, polymerization, dimensional changes). Dental Materials september 2017

4- Roulet JF, Schepker KL, Truco A, Schwarz HC, Rocha MG. Biaxial flexural strength, crystalline structure, and grain size of new commercially available zirconia-based ceramics for dental appliances produced using a new slip casting method. Journal of the mechanical behavior of biomedical Materials. October 2020

5- Xu Y, Han J, Lin H, An L. Comparative study of flexural strength test methods on CAD/CAM Y-ZTP dental ceramics. Regenerative biomaterials, 2015.

6- Choi BJ, Yoon S, Im YW, Lee JH, Jung HJ, Lee HH. Uniaxial/biaxial flexure strengths and elastic properties of resin-composite block materials for CAD/CAM. Dental Materials 35 (2019) 389-401

7- ASTM International "ASTM D695-15 Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics", ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2015

8- De lacerda LR, Bossardi M, Mitterhofer WJS, De carvalho FG, Carlo HL, Piva E, Munchow EA. New generation bulk-fill resin composites : Effects on mechanical strength and fracture reliability. Journal of Mechanical behavior of biomedical materials 96 (2019) 214-218

9- Mergulhao VA, de Mendonça LS, de Albuquerque MS, Braz R, Fracture resistance of endodontically treated maxillary premolar restored with different methods. Operative dentistry, 2019, 44-1, E1-E11.

10- Barszczewska-Rybarek IM, Chrószcz MW, Chladek G. Physicochemical and Mechanical Properties of Bis-GMA/TEGDMA Dental Composite Resins Enriched with Quaternary Ammonium Polyethylenimine Nanoparticles. Materials (Basel) 2021 Apr 18;14(8):2037

- 11- Kaup M, Dammann CH, Schafer E, Dammaschke T. Shear bond strength of Biodentine, ProRoot MTA, glass ionomer cement and composite resin on human dentine ex vivo. Kaup et al. *Head & Face Medicine* (2015) 11:14 DOI 10.1186/s13005-015-0071-z.
- 12- Cantekin K, Avci S. Evaluation of shear bond strength of two resin-based composites and glass ionomer cement to pure tricalcium silicate-based cement (Biodentine®). *J Appl Oral Sci.* 2014;22(4):302-6
- 13- Mese A, Palamara JE, Bagheri R, Fani M, Burrow MF, Fracture toughness of seven resin composites evaluated by three methods of mode I fracture toughness ( $K_{IC}$ ). *Dental Materials Journal*, December 2016.
- 14- Mckee CT, Last JA, Russell P, Murphy CJ. Indentation versus tensile measurements of Young's modulus for soft biological tissues. *Tissue engineering Part B Reviews*, June 2011.
- 15- Sabbagh J, Vreven J, Leloup G. Dynamic and static moduli of elasticity of resin-based materials. *Dental Materials* January 2002
- 16- Ilie N, Hickel R. Investigations on mechanical behaviour of dental composites. *Clinical Oral Investigations*. December 2009.
- 17- Benetti AR, Peutzfeldt A, Lussi A, Flury S. Resin composites: modulus of elasticity and marginal quality. *Journal of Dentistry* vol 42 Issue 9, Pages 1185-1192. September 2014
- 18- Lourenço AL, De Jager N, Prochnow C, Milbrandt Dutra DA, Kleverlaan C. Young's modulus and Poisson ratio of composite materials: Influence of wet and dry storage. *Dental Materials Journal* 2020; 39(4): 657–663
- 19- Krüger J, Maletz R, Ottl P, Warkentin M. In vitro aging behavior of dental composites considering the influence of filler content, storage media and incubation time. *PLoS One* 2018 Apr 9;13(4):e0195160. eCollection 2018.
- 20- Heintze S, Latta M, Rousson V, Barkmeier WW. Round robin test: wear of nine dental restorative materials in six different wear simulator- supplement to the round robin test of 2005. *Academy of dental Materials*, September 2010

- 21- Yang J, Silikas N, Watts DC. Pre-heating effects on extrusion force, stickiness and packability of resin-based composite. *Dent Mater.* 2019 Nov;35(11):1594-1602.
- 22- Lee I, Chang J, Ferracane J. Slumping resistance and viscoelasticity prior to setting of dental composites. *Dent Mater.* 2008 Dec;24(12):1586-93.
- 23- Alrahlah A, Al-Odayni AB, Al-Mutairi HF, Almousa BM, Alsubaie FS, Khan R, Saeed WS A Low-Viscosity BisGMA Derivative for Resin Composites: Synthesis, Characterization, and Evaluation of Its Rheological Properties. *Materials (Basel).* 2021 Jan 11;14(2):338.
- 24- Haider M, Hubert P, Lessard L. Cure shrinkage characterization and modeling of a polyester resin containing low profile additives. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing. Materials Science 2007 Volume 38, Issue 3*
- 25- Conejo J, Dayo AF, Syed AZ, Mupparapu M, The Digital Clone: Intraoral Scanning, Face Scans and Cone Beam Computed Tomography Integration for Diagnosis and Treatment Planning. *Dental clinics of North America*, July 2021.
- 26- Chen YZ, Lü XY, Liu GD. Effects of different radio-opacifying agents on physicochemical and biological properties of a novel root-end filling material. 2018 *PLoS ONE* 13(2):e0191123
- 27- Nilsen BW, Mouhat M, Jokstad A. Quantification of porosity in composite resins delivered by injectable syringes using X-ray microtomography. *Biomater Investig Dent.* 2020; 7(1): 86–95.
- 28- Geirsson J, Thompson JY, Bayne SC. Porosity evaluation and pore size distribution of a novel directly placed ceramic restorative material. *Dent Mater.* 2004 Dec;20(10):987-95
- 29- Haugen HJ, Qasim SB, Matinlinna JP, Vallittu P, Nogueira LP Nano-CT as tool for characterization of dental resin composites *Sci Rep.* 2020; 10: 15520.
- 30- Dionysopoulos P, Watts DC. Sensitivity to ambient light of visible light-cured composites. *Comparative Study J Oral Rehabil.* 1990 Jan;17(1):9-13.



- 31- Lane DA, Watts DC, Wilson NH; Ambient light working times of visible light-cured restorative materials. Does the ISO standard reflect clinical reality? *Dent Mater* 1998 Sep;14(5):353-7
- 32- Al-Ahdal, K., Ilie, N., Silikas, N. & Watts, D. C. Polymerization kinetics and impact of post polymerization on the Degree of Conversion of bulk-fill resin-composite at clinically relevant depth. 2015 *Dent. Mater.* 31, 1207–1213
- 33- Colthup, N. B.; Daly, L. H.; Wiberley, S. E. *Introduction to Infrared and Raman Spectroscopy*, 3rd ed.; Academic Press: San Diego, CA, USA, 1990. 85.
- 34- Kaczmarek K, Leniart A, Lapinska B, Skrzypek S, Lukomska-Szymanska M. Selected Spectroscopic Techniques for Surface Analysis of Dental Materials: A Narrative Review. *Materials (Basel)* 2021 May; 14(10): 2624.
- 35- Moraes LG, Rocha RS, Menegazzo LM, de Araújo EB, Yukimito K, Moraes JC. Infrared spectroscopy: a tool for determination of the degree of conversion in dental composites. *J Appl Oral Sci.* 2008 Mar-Apr;16(2):145-9.
- 36- McCreery, R. *Raman Spectroscopy for Chemical Analysis*; Wiley:New York, 2000
- 37- Alarcon RT, Gaglieri C, de Oliveira AR, Bannach G. Use of DSC in degree of conversion of dimethacrylate polymers: easier and faster than MIR technique. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* (2018) 132:1423–1427.
- 38- Howard B, Wilson ND, Newman SM, Pfeifer CS, Stansbury JW. Relationships between conversion, temperature and optical properties during composite photopolymerization. *Acta Biomater.* 2010 Jun;6(6):2053-9.
- 39- Faria-E-Silva AL, Pfeifer CS. Impact of thio-urethane additive and filler type on light-transmission and depth of polymerization of dental composites. *Dent Mater.* 2017 Nov;33(11):1274-12
- 40- Leprince JG, Leveque P, Nysten B, Gallez B, Devaux J, Leloup G. New insight into the "depth of cure" of dimethacrylate-based dental composites. *Dent Mater.* 2012 May;28(5):512-20.
- 41- Watts DC, Marouf AS. Optimal specimen geometry in bonded-disk shrinkage-strain measurements on light-cured biomaterials. *Dent Mater.* 2000; 16:447-51.

42- de Gee AF, Feilzer AJ, Davidson CL. True linear polymerization shrinkage of unfilled resins and composites determined with a linometer. *Dent Mater.* 1993; 9:11-4.

43- Oberholzer TG, Grobler SR, Pameijer CH, Rossouw RJ. A modified dilatometer for determining volumetric polymerization shrinkage of dental materials, *Measurement Science and Technology*, 2001

44- Ghavami-Lahiji M, Hooshmand T. Analytical methods for the measurement of polymerization kinetics and stresses of dental resin-based composites: A review. *Dent Res J (Isfahan)* Jul-Aug 2017;14(4):225-240.

45- Yoon S, Jung HJ, Knowles JC, Lee HH. Digital image correlation in dental materials and related research: A review. *Dent Mater.* 2021 May;37(5):758-771

46- Pfeifer CS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Braga RR. Factors affecting photopolymerization stress in dental composites. *J Dent Res* 2008 Nov;87(11):1043-7.

47- Soares CJ, Silva ALF, Rodrigues MP, Villela ABF, polymerization shrinkage stress resins and resin cements- what do we need to know? *Brazilian Oral Research*, august 2017.

48- Fanfoni L, Antolovich G, de Biasi M, di Lenarda R. Evaluation of degree of conversion, rate of cure, microhardness, depth of cure, and contraction stress of new nanohybrid composites containing pre-polymerized spherical filler. *Journal of Materials Science*, december 2020

49-Faria-E-Silva AL, Dos Santos A, Tang A, Giroto EM, Pfeifer CS. Effect of thiourethane filler surface functionalization on stress, conversion and mechanical properties of restorative dental composites. *Dent Mater.* 2018 Sep;34(9):1351-1358.

50- Rullman I, Patyna M, Janssen B, Willershausen B. Determination of polymerization shrinkage of different composites using a photoelastic method. *Am J Dent.* 2017 Feb;30(1):16-22

51- Giannini M, Di Francescantonio M, Pacheco RR, Cidreira Boaro LC, Braga RR. Characterization of water sorption, solubility, and roughness of silorane- and methacrylate-based composite resins. *Oper Dent* May-Jun 2014;39(3):264-72.

52- Raju R, Rajan G, Farrar P, Gangadhara Prusty B. Dimensional stability of short fibre reinforced flowable dental composites. *Sci Rep* 2021 Feb 25;11(1):4697

53- Sideridou I, Achilias DS, Kyrikou K. Thermal expansion characteristics of light-cured dental resins and resin composites. *Biomaterials* 2004 Jul;25(15):3087-97.

## **NORMES**

a-ISO Art dentaire : Produits de restauration à base de polymères ISO 4049 : 2019 ISO 2019.

b- ISO Art dentaire : Médecine bucco-dentaire : Produits céramiques ISO 6872: 2015 ISO 2015

c-ISO Art dentaire : Médecine bucco-dentaire-adhérence-essai de résistance au cisaillement sur échantillons à bord entaillé

d- ISO Art dentaire : Produits à base de polymères pour couronnes et facettes ISO 10477 :2020 ISO 2020.

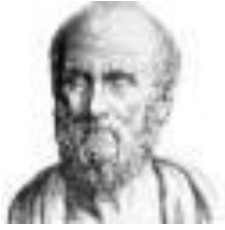
e-ISO Art dentaire : Evaluation biologique des dispositifs médicaux-Partie 1 : Evaluation et essai au sein d'un processus de gestion du risque ISO 10993-1 :2018 ISO 2018.

f-ISO Art dentaire : Médecine bucco-dentaire - Évaluation de la biocompatibilité des dispositifs médicaux utilisés en médecine bucco-dentaire ISO 7405 :2018 ISO 2018.

g- ISO Art dentaire: Produits de scellements à base de polymères contenant des composants adhésifs ISO/TS 16506:2017 ISO 2017.

h-ISO Art dentaire : Produits dentaires - Recommandations relatives aux essais de résistance à l'usure - Partie 1 : usure par brossage des dents ISO/TR14569 :2007 ISO 2007

i-ISO Art dentaire : Matériaux dentaires — Lignes directrices sur les essais d'usure — Partie 2: Usure par contact à deux et/ou trois corps ISO/TS 14569-2:2001 ISO 2001



## SERMENT MEDICAL

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

Je promets et je jure, d'être fidèle aux lois de l'honneur et de la probité dans l'exercice de la Médecine Dentaire.

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

Je ne me laisserai pas influencer par la soif du gain ou la recherche de la gloire.

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

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

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

J'informerai mes patients des décisions envisagées, de leurs raisons et de leurs conséquences. Je ne tromperai jamais leur confiance et n'exploiterai pas le pouvoir hérité des connaissances pour forcer les consciences.

Je préserverai l'indépendance nécessaire à l'accomplissement de ma mission. Je n'entreprendrai rien qui dépasse mes compétences. Je les entretiendrai et les perfectionnerai pour assurer au mieux les services qui me seront demandés.

Respectueux et reconnaissant envers mes Maîtres, je rendrai à leurs enfants l'instruction que j'ai reçue de leur père.

Que les hommes m'accordent leur estime si je suis fidèle à mes promesses. Que je sois déshonoré et méprisé de mes confrères si j'y manque.



**OUNISSI Bassem** – Propriétés physico-chimiques et mécaniques des résines composites, cadre normatif, définitions et caractérisations

Th. : Chir. dent. : Marseille : Aix –Marseille Université : 2021

Rubrique de classement : Dentisterie Restauratrice et Endodontie

Résumé : En parallèle des avancées dans le domaine de la dentisterie restauratrice, les évolutions techniques du monde de l'industrie ont permis de sans cesse améliorer les principales propriétés physico-chimiques et mécaniques des résines composites. En tant que dispositif médical, leur développement et leur mise sur le marché sont soumis à des normes ; celles-ci permettent entre autres de définir et de caractériser les propriétés biologiques, physico-chimiques et mécaniques relatives à leur utilisation ; cependant de nombreuses autres propriétés peuvent être retrouvées dans la littérature.

Le but de ce travail est de présenter l'ensemble de ces propriétés, au niveau physico-chimique et mécanique, relatives aux résines composites photo-polymérisables, notamment par l'intermédiaire des recommandations de l'Academy of Dental Materials. Dans un premier temps, le cadre normatif relatif aux résines composites sera présenté par l'intermédiaire de la norme ISO 4049. Dans un second temps, chacune de ces propriétés sera définie, et ses modes de caractérisation seront présentés à l'aide de représentation schématique et illustrés par des résultats issus de la littérature, pour permettre au mieux leur compréhension.

Mots clés : Résine composite - Propriétés mécaniques - Propriétés physico-chimiques - Photo-polymérisation - Normes ISO

**OUNISSI Bassem** – Physicochemical and mechanical properties of dental resin composites, normative framework, definitions and characterizations

Abstract :

Beside advances in restorative dentistry field, technical progresses in the industrial world led to constantly improve resin composite physicochemical and mechanical properties. As a medical device, their development and marketing are subject to standards ; allowing define and characterize the biological, physicochemical and mechanical properties, related to their use; however, many other properties can be found in the literature.

The aim of this work is to present all of these properties, at the physicochemical and mechanical level, relating to light-cured resin composite formulations, in particular through the Academy of Dental Materials guidelines. Firstly, the normative framework regarding to composite resins will be presented through the ISO 4049 standard. Secondly, each of these properties will be defined, and its modes of characterization will be presented, using schematic representation and illustrated by results from the literature, for better understanding.

Key words : Dental resin composite - Mechanical properties - Physico-chemical properties - Light-curing - ISO standards

