

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MENTOURI-CONSTANTINE

FACULTE DES SCIENCES EXACTES

DEPARTEMENT DE PHYSIQUE

N° d'ordre:

Série:

MEMOIRE

Présenté pour obtenir le Diplôme de Magister en Physique

Spécialité: **Sciences des Matériaux**

Option : **Métallurgie**

THEME

*Etude des propriétés physiques et mécaniques
de la vitrocéramique dentaire utilisant le système
IPS Empress 2*

PAR

HERZI ABDELKARIM

Soutenue le : **22/06/2010**

Devant le jury :

Président : D. HAMANA

Prof. Université Mentouri - Constantine

Rapporteur : M. BOUCHEAR

Prof. Université Mentouri - Constantine

Examineurs: S. CHEKROUD

Prof. Université Mentouri - Constantine

A. CHALA

Prof. Université Mohamed Khider - Biskra

DEDICACES

Au nom de dieu le clément et le Miséricordieux et En termes d'amour et de fidélité, je dédie ce présent mémoire :

Aux deux êtres les plus précieux au monde

ma MERE et mon PERE

QUE DIEU LES PROTEGE

A ceux qui m'ont entouré et soutenu

Mes SCEURS et mon FRERE

Mes beaux Frères

Mes nièces et mes neveux

Pour leur affection, leur soutien et leur compréhension qu'ils m'ont prodigués

durant toutes ces années de dur labeur

Ainsi qu'aux deux familles : HERZI et DJRAIDA

Et à tous ceux que j'aime

Remerciements

L'étude présentée dans ce mémoire a été effectuée dans sa totalité au Laboratoire de Transformations de Phases de la Faculté des Sciences Exactes de l'Université Mentouri-Constantine.

Monsieur le professeur BOUCHEAR Merzoug, mon directeur de mémoire avait bien voulu m'accueillir, me proposer ce thème et me diriger pour sa bonne réalisation. Je veux aussi lui exprimer ma sincère gratitude pour sa disponibilité à mon égard, pour ses conseils, pour ses orientations et pour son assistance dans l'élaboration du travail et l'appréciation des résultats.

Mes vifs remerciements s'adressent à monsieur HAMANA Djamel, Professeur et Directeur du Laboratoire de Transformations de Phases du Département de Physique de la Faculté des Sciences Exactes de l'Université Mentouri-Constantine, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant la présidence de ce jury malgré ses nombreuses obligations.

J'exprime ma gratitude à monsieur CHEKROUD Said, Professeur au Département de Physique et Vice-recteur chargé de la post-graduation, de l'habilitation et de la recherche scientifique à l'Université Mentouri Constantine, qui a bien voulu accepter de faire partie du jury et d'examiner mon travail malgré ses énormes charges pédagogiques et administratives.

J'adresse mes plus sincères remerciements à monsieur CHALA Abdelouahad Professeur au Département de Physique et Vice-recteur chargé de la formation supérieure en graduation, de la formation continue et des diplômes de l'Université Mohamed Khider de Biskra, qui a accepté de se déplacer pour participer à mon jury, malgré ses énormes charges pédagogiques et administratives

J'ai une pensée particulière pour le Docteur KOUTCHOUKALI Riad qui m'a énormément aidé dans la préparation des échantillons et dans l'interprétation des résultats obtenus.

Mes amitiés les plus sincères vont également à M. BENGUEDOUAR, R. BADIS, L. CHETIBI, S. MERMOUL, Z. BELAMRI, L. NOUCER, ...et à toute personne ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail au niveau du laboratoire de Transformations de phases.

Sommaire

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Les matériaux dentaires

I-1. Généralités sur un biomatériau	3
I-2. Les alliages dentaires.....	4
I-3. Les céramiques.....	16

Chapitre II : Les céramiques dentaires

II-1. Introduction	21
II-2. Généralités sur les céramiques.....	22
II-3. Classification des céramiques dentaires.....	22
II-4. Différents types de céramique dentaire	24
II-5. Propriétés mécaniques des céramiques.....	29
II-6. Propriétés physiques des céramiques.....	30
II-7. Influence des techniques de finition de laboratoire sur les qualités mécaniques de la céramique dentaire.....	31

Chapitre III : Les vitrocéramiques

III-1. Les vitrocéramiques.....	33
III-2. Méthode de formation des vitrocéramiques.....	34
III.3. Domaines d'application des vitrocéramiques.....	38
III.4. Les Vitrocéramiques biocompatibles.....	39

Chapitre IV : Matériaux et méthodes expérimentales

IV-1. Matériaux utilisés.....	44
IV-2. Techniques expérimentales utilisées.....	45

Chapitre V : Résultats expérimentaux et interprétations

V-1. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC).....	50
V-2. Paramètres cinétiques : Détermination de l'énergie d'activation.....	57
V-3. Résultats de la diffraction des rayons X.....	64
V-4. Résultats de mesure de la microdureté	70
V-5. Les Résultats des mesures de l'indice de réfraction.....	74
Conclusion générale	78
Annexe	80
Références.....	88

Chapitre I

Les matériaux dentaires

I-1. Généralités sur un biomatériau

I-1-1. Définition

Selon la définition du consensus de Chester (1991), un biomatériau est un matériau destiné à être en contact avec les tissus vivants et/ou les fluides biologiques pour évaluer, traiter, modifier les formes ou remplacer tout tissu, organe ou fonction du corps.

Ces matériaux doivent, d'une part satisfaire à des caractéristiques physicochimiques appropriées au site d'implantation et à la fonction à remplir, et d'autre part à être biocompatibles. La notion de biocompatibilité d'un biomatériau est définie par l'acceptation tissulaire de l'implant par l'organisme [1].

Les biomatériaux ont été développés pour préserver l'intégrité et le confort de vie des personnes souffrant de déficiences fonctionnelles graves ou victimes d'accidents. L'objectif de leur développement est de permettre la fabrication de dispositifs d'assistance corporelle capables de suppléer les fonctions des organes lésés.

Actuellement, les biomatériaux représentent, au niveau international, un enjeu social considérable (plus de 5 % de la population est porteuse d'un biomatériau implanté) et un enjeu économique très important. De plus, avec l'augmentation de la durée de vie moyenne de l'homme, la demande va continuer d'augmenter nécessitant l'élaboration de nouveaux biomatériaux ayant une durée de vie plus importante (plus de 75 % des prothèses ont une durée de vie de 15 ans seulement).

La chirurgie réparatrice et celle de la suppléance fonctionnelle constituent les domaines d'applications les plus importants des biomatériaux. Cependant, il existe d'autres spécialités médicales qui ont recours à l'emploi de matériaux appelés à être au contact avec milieux biologiques tels que les outils d'investigation [1].

I-1-2. Les différents types de biomatériaux

La nature (métaux, greffes d'origine biologique, céramiques,...), les applications biomédicales (prothèses, revêtements prothétiques, comblements de défauts osseux,...) et les propriétés des biomatériaux (stabilité à long terme de l'implant, dégradation contrôlée,...) sont très divers. Il existe donc une grande diversité de biomatériaux que l'on peut classer en quatre grandes catégories suivant leur nature [1] :

- les biomatériaux métalliques,

- les biomatériaux céramiques,
- les biomatériaux à base de polymères de synthèse,
- les biomatériaux d'origine naturelle,

I-2. Les alliages dentaires

I-2-1. Les alliages dentaires précieux

L'utilisation des alliages précieux a diminué en France depuis les années 1970. L'évolution défavorable du coût de ces matériaux et le développement des revêtements compensateurs destinés aux alliages non précieux, ont amené de nombreux praticiens à proposer plus rarement ces alliages. Il n'en est pas de même dans d'autres pays comme l'Allemagne ou la Suisse, où ces alliages sont encore très utilisés [2].

Les avantages de ces alliages sont nombreux, en particulier, sur le plan biologique et pour leur résistance à la corrosion.

L'or est utilisé à des concentrations plus ou moins élevées dans les alliages précieux pour la coulée de pièces prothétiques unitaires ou plurales, fixes ou amovibles. Il est associé à des éléments issus de la mine du platine : platine, palladium, iridium, osmium, rhodium et ruthénium. L'argent ne fait pas partie de ces éléments.

Les alliages précieux peuvent également être classés en fonction de leur domaine d'utilisation : alliages pour techniques céramo-métalliques, alliages universels et alliages conventionnels. Les alliages universels peuvent être céramisés avec des céramiques basses fusions.

Enfin, les normes rappellent encore l'ancienne classification (ancienne norme AFNOR) en quatre types :

- Mou (dureté Hv de 60 à 90)
- Moyen (dureté Hv de 90 à 120)
- Dur (dureté Hv de 120 à 150)
- Extra-dur (dureté Hv supérieure à 150 après coulée et supérieure à 220 après durcissement).

Cette classification très réductrice ne tient compte que de la dureté de l'alliage. Actuellement, la plupart des alliages commercialisés entrent dans la catégorie des durs ou des extra-durs [2].

I-2-1-1. Rôle des constituants

Certains éléments, à des concentrations inférieures au millième, ont des effets sur les propriétés ou la structure de l'alliage final. Il est donc important de connaître l'ensemble des

composants [3,4]. Aux éléments de base sont ajoutés en proportions variables l'argent, le cuivre et selon les alliages, des microadditions de ruthénium, indium, fer, manganèse, zinc, tantale, étain, gallium, niobium...

Avec six constituants métalliques ou plus, certains alliages deviennent donc complexes [3,4].

I-2-1-1-a. Constituants principaux

➤ **L'or (Au)**

Inerte chimiquement, il augmente la résistance à la corrosion. Il confère à l'alliage sa ductilité et augmente la densité et il élève la température de fusion. Il se combine, lors du traitement thermique de l'alliage, avec le cuivre pour durcir l'alliage et il donne à l'alliage la couleur jaune.

➤ **Le platine (Pt)**

Inerte chimiquement, il augmente la dureté. Additionné à l'or, il améliore encore la résistance à la corrosion. Son utilisation est limitée car il élève le point de fusion et au-delà de 12% il blanchit l'alliage.

➤ **Le palladium (Pd)**

Son rôle est similaire à celui du platine. Très peu actif chimiquement, il augmente la dureté et la température de fusion de l'alliage et il participe aussi à sa résistance à la corrosion. Il diminue la densité de l'alliage et rend blanche l'alliage plus que tout autre constituant (il suffit de 5 à 6% de palladium pour le blanchir complètement).

➤ **L'argent (Ag)**

Actif chimiquement, il contribue à la ductilité de l'alliage. L'argent tend à blanchir l'alliage (métal blanc). Il diminue la densité de l'alliage qu'il durcit en association avec le cuivre et il se corrode en présence de soufre.

➤ **Le cuivre (Cu)**

Très actif chimiquement, il augmente la résistance mécanique et la dureté de l'alliage et diminue sa densité. Il abaisse le point de fusion de l'alliage et tend à lui donner une couleur rougeâtre (corrigée par la présence d'argent). Le cuivre diminue la résistance à la corrosion de l'alliage (sa quantité utilisée doit donc être limitée).

I-2-1-1-b. Constituants mineurs

➤ **Le rhuténium (Rh)**

Il diminue l'hétérogénéité de l'alliage. C'est un affineur de grains. Il durcit donc l'alliage en présence du platine.

➤ **L'iridium (Ir)**

Des microadditions de l'ordre de 0,005% provoquent une germination homogène des alliages. C'est un affineur de grains. Il durcit l'alliage en présence du platine.

➤ **Le gallium (Ga), l'indium (In) et l'étain (Sn)**

Ces métaux très réactifs chimiquement abaissent le point de fusion.

➤ **Le zinc (Zn)**

Très réactif chimiquement, il blanchit l'alliage et joue un rôle de désoxydant. Il abaisse la température de fusion et diminue la densité de l'alliage. En présence du platine et du l'alliage durcit.

I-2-1-2. Propriétés physiques et mécaniques

Les propriétés physiques et mécaniques des alliages précieux sont très variables en fonction de la composition et des traitements subis lors de la mise en œuvre [5].

Les alliages précieux sont du type ductile. Leur dureté Vickers (Hv) varie entre 40 et 330 en fonction de leur nature, de la mise en forme et des traitements thermiques subis.

Le module d'élasticité varie de 80 à 130GPa. Il est du même ordre de grandeur que celui du titane et des alliages de titane. Par contre, il est largement inférieur à celui des alliages non précieux type Nickel-Chrome et Cobalt-Chrome.

Pour les alliages extra-durs, de type 4, le pourcentage d'allongement peut être relativement bas. La dureté augmente notablement après un traitement de durcissement thermique, ce qui complique le polissage des pièces ainsi traitées.

Une rigidité permet d'alléger les infrastructures en prothèse amovible partielle et d'affiner les chapes dans la technique céramo-métallique. Les plaques métalliques coulées et les armatures de bridge destinées à la céramisation doivent néanmoins être épaissies lorsqu'elles sont réalisées en alliages précieux par rapport aux infrastructures Co-Cr ou en Ni-Cr.

I-2-1-3. Propriétés thermiques

Parmi les propriétés thermiques, le coefficient d'expansion thermique (CET) intéresse plus particulièrement les alliages destinés à la technique céramo-métallique (**tableau 1**).

Matériaux	CET (10⁻⁶/°C)
Or	14,3
Dentine	8,4
Email	11,2
Titane commercialement pur	8-9

Alliages Précieux	
-Alliages dentaires précieux mixtes à couler et pour céramique basse fusion.	15,3 à 16,8
- Alliages dentaires précieux pour restaurations céramo-métalliques	13,9 à 15,7

Tableau 1 : Coefficient d'expansion thermique des alliages précieux (CET) [3, 4].

Les intervalles de fusion et les températures de coulée figurent dans le tableau 2.

Suivant leur composition, la courbe de solidus des alliages conventionnels varie de 800 à 1000°C et la courbe de liquidus de 900 à 1100°C. Les alliages destinés à la technique céramo-métallique ont été modifiés de façon à élever la courbe de solidus dans une fourchette allant de 1000 à 1100°C (pour une courbe de liquidus variant de 1150 à 1300°C) afin d'éviter le fluage lors de la cuisson de la céramique. Cette modification de la courbe de solidus n'est pas nécessaire pour les alliages destinés à la céramique basse fusion [6, 7].

Types d'alliages	Intervalles de fusion (°C)	Température de coulée (°C)
a) alliages d'or dentaires à coulée		
Base Au	888-960	1040
Base Au-Ag	816-966	1010 à 1038
Base Pd-Ag	927-1099	1066 à 1177
b) alliages dentaires précieux mixtes à coulée et pour céramique basse fusion		
Base Au	980-1100	1250
Base Au-Ag	940-1080	1230
Base Pd-Ag	1070-1235	1250 à 1350
c) alliages dentaires pour restaurations céramo-métalliques		
Base Au	1030-1177	1200 à 1300
Base Au-Pd	1135-1302	1340 à 1400
Base Pd-Ag	1130-1293	1340 à 1400

Tableau 2 : Températures de fusion et de coulée des alliages précieux [3 ,4].

I-2-1-4. Aptitude à la liaison céramo-métallique selon le type d'alliage

Une des propriétés essentielle d'un alliage est sa capacité à se lier à la céramique par l'intermédiaire d'une couche

➤ Les alliages à haute teneur en or

Malgré la présence du palladium et du platine qui les renforcent mécaniquement, ces alliages restent insuffisamment rigides et nécessitent d'augmenter la section des embrasures des armatures des prothèses à pont. Des additions d'étain, d'indium ou de fer renforcent l'alliage et créent la couche d'oxydes de surface permettant la liaison céramo-métallique. Ces alliages sont les plus coûteux. Le risque de coloration de la céramique est nul car ils ne contiennent habituellement pas d'argent. Leurs propriétés mécaniques les contre-indiquent pour les bridges de moyenne et grande étendue.

➤ Les alliages à faible teneur en or type or-palladium-argent

Pour limiter le coût, il existe des alliages précieux contenant 20 à 40% de palladium et 16% d'argent. La rigidité de ces alliages est supérieure à celle des alliages à haute teneur en or et le risque de fluage lors des étapes de cuisson est limité. L'inconvénient majeur est la présence de l'argent qui peut entraîner une coloration verdâtre des céramiques.

➤ Les alliages à faible teneur en or type or-palladium

Ces alliages à faible teneur en or et sans argent sont habituellement composés de 45 à 68% d'or et 22 à 45% de palladium. Ceci permet d'augmenter le module d'élasticité, de limiter le fluage de l'alliage lors de la cuisson tout en limitant son coût.

L'inconvénient majeur de ces alliages est la diminution importante du coefficient d'expansion thermique en l'absence d'argent [8]. Il est nécessaire de choisir des poudres céramiques compatibles avec cette modification. Quelques variantes récentes de ces alliages réintroduisent quelques pourcents d'argent. Avec un taux inférieur à 5%, le risque de coloration devient faible tout en améliorant les propriétés mécaniques de l'alliage.

➤ Les alliages palladium-argent

Avec une composition massique de l'ordre de 50 à 60% de palladium et 25 à 40% d'argent, ces alliages sont mécaniquement supérieur à la présence d'étain ou d'indium dans la composition de l'alliage permet d'améliorer la liaison de la céramique. Le taux de palladium limite le risque de corrosion de l'alliage en bouche. Ce sont les alliages précieux qui présentent la rigidité la plus élevée, donc la plus favorable à la céramisation de bridges de moyenne ou de grande portée.

Certaines céramiques sont recommandées par les fabricants car elles résistent mieux à la discoloration due à la présence d'argent. Un traitement de surface à l'or permet de limiter le risque de diffusion de l'argent dans la céramique avec pour inconvénient de diminuer la qualité de la liaison céramo-métallique en interférant avec l'apparition de la couche d'oxyde de surface.

➤ **Les alliages palladium –cuivre**

Ces alliages contiennent de 70 à 80% de palladium, de 4 à 20% de cuivre et de 3 à 9% de gallium, l'association pallium-cuivre donne à certains de ces alliages un oxyde de teinte très soutenue qu'il est difficile de masquer parfaitement avec les opaques. La liaison céramo-métallique est de bonne qualité. La rigidité et la résistance au fluage ne sont pas aussi élevées que pour les alliages palladium-argent. Les grands bridges sont donc contre-indiqués.

➤ **Les alliages palladium-cobalt**

Plus rares, ces alliages contiennent près de 90% de palladium et 4 à 5% de cobalt. Le rôle de ce dernier est d'élever le coefficient de dilatation thermique de l'alliage. Les inconvénients de ces alliages sont de présenter une couche d'oxyde très sombre, difficile à masquer et une affinité pour le carbone qui fragilise l'alliage en cas de contamination accidentelle.

I-2-1-5. L'effet de corrosion sur les alliages dentaires précieux

Les principaux métaux contenus dans les alliages précieux sont résistants à la corrosion. La présence de cuivre ou d'argent dans l'alliage peut entraîner une corrosion à chaud de l'alliage (ternissure). Les additions mineures destinées à modifier les propriétés mécaniques ou physiques ont une influence réelle sur la résistance à la corrosion de l'alliage. Il est donc nécessaire de vérifier le sérieux des contrôles par le fabricant [9].

I-2-2. Les alliages non précieux

Deux grandes classes d'alliages non précieux peuvent être distinguées: les alliages à base de nickel et de chrome et les alliages à base de cobalt et de chrome [10].

➤ Les alliages **nickel- chrome**, encore appelés « **superalliages** », se sont développés dans l'industrie vers 1930 pour répondre aux besoins d'alliages inoxydables résistants à haute température, dans l'industrie aéronautique, puis dans toutes les industries. Au niveau

odontologique, il fallait attendre les années 60 pour développer l'usage des constructions prothétiques fixées, unitaires ou plurales [10].

➤ Les alliages **cobalt-chrome**, improprement désignés sous le nom commercial déposé de « **stellite** » ont été utilisés dans leur première application odontologique dans la confection des châssis métalliques de prothèses amovibles partielles et en orthopédie dento-facial, en raison de leur excellente rigidité sous faible épaisseur et de leur bonne tolérance biologique. C'est en raison de cette dernière propriété que leur usage s'est étendu aux constructions prothétiques fixées entièrement métalliques ou céramo-métalliques, se substituant ainsi aux alliages nickel–chrome, remis en cause en raison de la toxicité du nickel.

Ils sont souvent utilisés dans toutes les réalisations prothétiques fixes ou amovibles, à la fois pour des raisons mécaniques et économiques évidentes [11].

I-2-2-1. Composition et classification

Pour être normalisé, un alliage doit répondre à certaines exigences quant à leur composition (tableau 3).

Alliages base cobalt	Alliages base nickel
Cobalt constituant principal	Nickel constituant principal
Chrome égal ou supérieur à 25 m%	Chrome égal ou supérieur à 20 m%
Molybdène égal ou supérieur à 4 m%	Molybdène égal ou supérieur à 4 m%
Cobalt + Nickel + Chrome égal ou supérieur à 85 m%	Cobalt + Nickel + Chrome égal ou supérieur à 85 m%

Tableau 3. Exigences normatives des alliages à base cobalt et à base nickel [10].

❖ **Classification :**

Il n'existe pas de classification « officielle » des alliages nickel-chrome, bien que certaines soient acceptées par divers organismes comme « l'American Dental Association » (ADA) ou l'Institut Scandinave de Recherches sur Les Matériaux dentaires (NIOM).

Dès 1979, Burdairon et Degrange proposaient de les classer en trois groupes [10]:

- Les alliages **nickel-chrome-fer** contenant, comme éléments d'addition, du bore, du manganèse et du fer.
- Les alliages nickel-chrome contenant de l'aluminium et du molybdène, avec parfois des additions de béryllium, de titane, de tantale et de tungstène.
- Les alliages nickel-chrome riches en nickel, contenant du silicium et du bore.

I-2-2-2. Rôles des constituants

Les alliages vont cristalliser en donnant des structures dendritiques. Parfois au sein de cette matrice dendritique peuvent apparaître des précipitations plus ou moins fines de composés intermétalliques. Les zones interdendritiques sont constituées par des précipités massifs ou par des eutectiques lamellaires. C'est à leur niveau que l'on observe des ruptures de type fragile. Les joints de grains sont parfois le siège d'un phénomène de précipitation [10].

I-2-2-2-a. Eléments constituant la matrice dendritique et interdendritique

Le nickel constitue avec le chrome et le molybdène la matrice dendritique et interdendritique des alliages Ni-Cr-Mo, sous la forme d'une solution solide de substitution.

Il en est de même pour le Cobalt au sein des alliages Co-Cr-Mo.

➤ Eléments participants à la formation des précipités dans la matrice

Ces éléments sont le molybdène, le chrome, le silicium, le bore, le carbone et l'aluminium.

- **Le molybdène associé au nickel et au chrome** participent à la formation des phases intermédiaires qui se forment dans les zones interdendritiques des alliages base Ni-Co.
- **Le carbone** participe également avec le chrome et le molybdène à la formation des carbures principalement du type $M_{23}C_6$. Ces carbures peuvent également précipiter aux joints de grains et modifient ainsi les propriétés mécaniques de l'alliage.
- **Le silicium**, peut également former avec le nickel des précipités très fins $Ni_3B-Ni_5Si_2$ [13] dans ces zones. Il améliore la coulabilité.
- **Le bore** forme avec le nickel des composés intermétalliques Ni_3B qui contribuent à abaisser le point de fusion de l'alliage.
- **Le chrome** va conférer à l'alliage la résistance à haute température [12].

I-2-2-3. Propriétés mécaniques et physiques des alliages Ni-Cr et Co-Cr

Les propriétés des alliages Ni-Cr et Co-Cr sont reportées dans le tableau 4.

Ces valeurs, très variables d'un alliage à l'autre, ont un intérêt essentiellement comparatif. Aussi est-il fortement conseillé aux utilisateurs de consulter la fiche technique de l'alliage pour des informations plus précises sur ces données.

Il faut également ajouter que celles-ci sont fortement dépendantes des conditions d'élaboration par fonderie. Cette procédure associe un ensemble de phénomènes comme la

solidification, la refusion, et éventuellement les traitements thermiques. Tous ces phénomènes interfèrent sur la microstructure et les propriétés mécaniques des pièces coulées.

Types alliages	Limite élastique (MPa)	Limite de rupture (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Allongement (%)	Dureté (Vickers)
a) alliages Co-Cr-Mo	496-690	640-825	186-228	1,5- 10	300-380
b) Technique céramo-métallique					
Ni-Cr	255-730	400- 1000	150-210	8-20	210-380
Co-Cr-Mo	460-640	520-820	145-220	6-15	330-465

Tableau 4. Propriétés mécaniques des alliages non précieux [12, 14, 15].

Parmi les propriétés thermiques, le coefficient d'expansion thermique (CET) intéresse plus particulièrement les alliages destinés à la technique céramo-métallique (tableau 5). Les valeurs du CET sont comparables à celles des alliages précieux et permettent donc l'utilisation des mêmes céramiques.

Matériaux	CET ($10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)
Or	14,3
Dentine	8,4
Email	11,2
Alliages Ni-Cr 25 à 600 °C	13,9 à 15,5
Alliages Co-Cr	13 à 15

Tableau 5. Coefficient d'expansion thermique (CET) des alliages non précieux, [12, 14, 15]

Les intervalles de fusion et les températures de coulée sont rassemblés dans le tableau 6. Ces dernières ne constituent plus des difficultés particulières si elles sont comparées à celles des alliages précieux, les systèmes de chauffe actuels permettant d'atteindre aisément ces températures.

Types d'alliages	Intervalles de fusion (°C)	Température de coulée (°C)
Alliages NiCr	940-1430	1000-1500
Alliages CoCr	1250-1500	1300-1600

Tableau 6. Températures de fusion et coulée des alliages non précieux [12, 14, 15].

Pour les châssis destinés à la prothèse amovible, les propriétés des alliages cobalt-chrome ne peuvent être ni améliorées ni contrôlées par un traitement thermique. En revanche, il est possible de faciliter le travail et la finition des alliages nickel-chrome par un recuit à 982°C pendant 15 minutes, suivi par un durcissement à 704°C pendant 15 minutes et une trempe pour améliorer la résistance [12, 15].

I-2-2-4. L'effet de Corrosion sur les alliages dentaires non précieux

Le **chrome** est le principal responsable de la passivité des alliages nickel-chrome en milieu buccal. A partir d'une teneur suffisante (13%), c'est le recouvrement complet de l'alliage par une fine pellicule d'oxyde qui lui confère cette propriété [16].

La présence de **molybdène** augmente la résistance du nickel à la corrosion dans des solutions acides (chlorhydrique et sulfurique) ou dans des solutions salines (chlorures de sodium) ou salivaires artificielles [17].

I-2-3. Les alliages de titane

Actuellement, dans le domaine médical, le titane et ses alliages ont pris une place de plus en plus importante car ce sont des matériaux alliant la biocompatibilité à de bonnes propriétés physiques et mécaniques [18].

I-2-3-1. Composition et classification

Le titane employé en odontologie est le plus souvent soit « **pur** » soit « **allié** ». Le titane dit « **pur** » ou « **non allié** », ou plus exactement **titane commercialement pur (Ti-CP)**, présent sur le plan chimique des éléments incorporés tels que l'oxygène, fer, le carbone, l'azote et l'hydrogène. En fonction du pourcentage des différents éléments, on distingue 4 types de Ti-CP (Tableau 7).

Composition chimique (% en poids)						
	Fe max	O max	N max	C max	H max	Ti
Grade 1	0,15	0,12	0,05	0,06	0,013	Reste
Grade 2	0,20	0,18	0,05	0,06	0,013	Reste
Grade 3	0,25	0,25	0,05	0,06	0,013	Reste
Grade 4	0,30	0,35	0,05	0,06	0,013	Reste

Tableau 7. Composition chimique du titane « commercialement pur » [18].

I-2-3-2. Rôle des constituants

Le titane se présente sous deux formes allotropiques, c'est-à-dire qu'il existe sous deux structures cristallines différentes, α et β .

La température de transformation allotropique se situe entre 882°C et 890°C en fonction de la méthode d'obtention du titane et de la présence d'éléments d'addition.

Au dessous de 882,5°C, le titane se présente sous sa forme α , stable, de structure hexagonale compacte ou pseudo compacte [19]. Au dessus de 882,5°C, la phase β est de structure cubique centrée, stable. La température des transitions $\beta \leftrightarrow \alpha$ est appelée T_β .

Les alliages de titane peuvent être constitués soit exclusivement par la phase α , soit exclusivement par la phase β ou encore, le plus souvent, par un mélange des deux. On peut donc les classer en trois grandes familles α , β et $\alpha+\beta$.

Les alliages α (100% α à 20°C) sont résistants ; les alliages β (100% β à 20°C) sont plastiques et sensibles aux traitements thermiques. Il est possible, en faisant varier les proportions de chaque phase, d'obtenir différents compromis. Les alliages $\alpha+\beta$ sont donc mixtes.

On peut distinguer 3 types différents d'éléments d'addition :

- Les éléments stabilisant α ou **alphagènes**, qui élèvent la température de transformation allotropique (transus β), sont l'aluminium, l'oxygène, le carbone et l'azote.
- Les éléments stabilisant β ou **bétagènes**, diminuent T_β . Parmi ceux-ci on distingue les éléments β **eutectoides** comme le manganèse, le fer, le chrome, le silicium, le nickel et le cuivre, pouvant former des précipités.
- Enfin, certains éléments sont qualifiés de neutres, tels que le zirconium et l'étain.

Tous ces éléments d'addition jouent un rôle très important car ils influencent à la fois les propriétés de résistance à la corrosion, mais aussi les propriétés mécaniques, soit par

modification de la morphologie, soit par le biais de solutions solides d'insertion ou de substitution [18].

I-2-3-3. Propriétés physiques et mécaniques

Parmi les propriétés physiques et mécaniques du titane non allié, il convient de noter [18] :

- **Une masse spécifique faible** ($\rho = 4,5 \text{ g.cm}^{-3}$), deux fois plus faible que des alliages chrome-cobalt. A volume égal, le poids des éléments prothétiques en titane est pratiquement deux fois moindre que ceux réalisés en alliage Ni-Cr ou Co-Cr et environ quatre fois moindre que ceux réalisés en alliage base Au.
- **Un point de fusion** élevé (aux environs de 1720°C selon le degré de pureté) qui le classe dans la série des matériaux réfractaires.
- **Une conduction thermique** très inférieure aux autres alliages utilisés en prothèse. Cette conduction thermique constitue un inconvénient par rapport aux alliages Co-Cr utilisés lors de la confection de plaques métalliques coulées.
- **Une dureté** comparable à celle des alliages précieux base or et bien inférieure à celle des alliages non précieux (210 à 465 Hv).

Types d'alliages	Limite élastique (MPa)	Limite de rupture (MPa)	Module d'élasticité (GPa)	Allongement (%)	Dureté (vickers)
Grade 1	200	290-410	105-110	>30	120
Grade 2	250	390-540	105-110	>22	150
Grade 3	320	460-590	105-110	>18	170
Grade 4	390	540-740	105-110	>16	200

Tableau 8. Propriétés mécaniques du titane [14].

La multiplicité des combinaisons chimiques ainsi que les différentes morphologies microstructurales permettent d'obtenir une variété extrêmement importante des propriétés mécaniques (Tableau 8).

I-2-3-4. L'effet de corrosion sur les alliages de titane

La tenue du titane à la corrosion est très satisfaisante en milieu biologique, toutefois la présence de fluorures en milieu acide diminue cette résistance.

Le comportement vis-à-vis de la corrosion du titane, commercialement pur, coulé, semble être similaire à celui des pièces usinées. En revanche, la rugosité affecte de manière significative son comportement [20].

I-2-4. Les procédés de mise en forme des alliages dentaires

Les alliages et les procédés de mise en forme doivent permettre la réalisation de pièces biofonctionnelles complexes qui sont utilisées dans les techniques restauratrices, prothétiques, orthopédiques ou implantologiques. Sur les dispositifs médicaux, les prothèses sont fabriquées suivant la prescription écrite d'un praticien indiquant les caractéristiques de conception spécifiques. La mise en forme relève du technicien de laboratoire, mais ce dernier engage sa responsabilité légale et doit donc veiller à toutes les étapes. Nous pouvons distinguer différents procédés de mise en forme d'un matériau [21] :

- **la fonderie** : mise en forme à partir de l'état liquide ;
- **le frittage** : mise en forme à partir de l'état pulvérulent ;
- **l'électrodéposition** : mise en forme à partir de sels d'alliages ;
- **le façonnage** : mise en forme à partir de l'état solide ;

La réalisation d'une pièce prothétique métallique nécessite l'utilisation de plusieurs des procédés cités. Leur succession constitue la « gamme de fabrication » de la pièce : moulage par coulée métallique, sablage, dégrossissage, usinage, rectification, surfacage, finition, super finition par polissage, lustrage et brillantage. Sous l'impulsion des industriels, de laboratoires de recherche et de laboratoires de prothèse, les techniques de conception et de fabrication assistées par ordinateur prennent une importance majeure dans le domaine des prothèses dentaires. Mais le développement de ces techniques s'oriente actuellement vers la réalisation de reconstitutions entièrement en céramique et concurrencent peu les procédés actuels de mise en forme.

I-3. Les Céramiques

Les céramiques sont un type de verre obtenu par la fusion d'oxydes métalliques à haute température qui deviennent solides à température ambiante, en ce qui concerne les biomatériaux, les matériaux les plus rencontrés sont l'alumine et la zircone. Ils sont

principalement utilisés dans les têtes de hanche et pour les implants dentaires. Les principaux problèmes rencontrés avec les céramiques sont [22] :

- l'activité de surface,
- la durabilité,
- les mécanismes de dégradation,
- la résistance à la fracture,

I-3-1. Polymères

Les polymères s'intéressent aux propriétés des matériaux formés de longues molécules, assemblages en chaînes de dizaines de molécules peuvent être observées à l'état solide, liquide, en solution, Il existe de nombreux matériaux polymères utilisés dans les biomatériaux. Les deux grandes tendances pour l'usage de ces matériaux concernent [22]:

- **La recherche de polymères fonctionnels** : susceptibles d'avoir une fonction chimique à l'interface matériau-tissu vivant. C'est par exemple en fixant sur le polymère des particules ionisées permettant une meilleure reconstruction osseuse ou ligamentaire. Cette fonctionnalité peut aussi prendre source dans la modification de l'état de surface du polymère.

- **La recherche de polymères résorbables** : tels que les copolymères d'acide lactique et glycolique utilisables en chirurgie orthopédique, qui sont utilisés dans les formes retard de médicaments.

Il existe plusieurs problèmes à l'application des polymères dans le biomédical et pas seulement issus de la compatibilité avec le corps :

- instabilité au rayonnement gamma,
- réactivité à certains types de médicaments,
- calcification (dépôt et fixation de dépôts calcaires dans les tissus organiques),
- risques liés aux additifs, aux composants de bas poids moléculaire, aux produits de la dégradation in vivo, aux produits résiduels de stérilisation,
- manque de bases de données pour évaluer les propriétés de surface, les réactions de biocompatibilité, etc.

Les polymères, par la nature de leur construction moléculaire à base de répétition, sont des candidats pour l'élaboration de prothèses permanentes ou temporaires sophistiquées ou pour le remplacement des matériaux actuellement d'origine naturelle.

I-3-2. Matériaux d'origine naturelle

Les chercheurs utilisent également des matériaux d'origine naturelle afin de fabriquer des biomatériaux. Parmi tous ces matériaux, les plus courants sont : les tissus biologiques : valves porcines, carotide de bœuf [22].

I-3-3. Les composites dentaires

Les composites dentaires modernes sont donc un mélange de particules de verre ou de céramique, dispersées dans une résine matrice organique de synthèse, photopolymérisable. Les matériaux du polymère sont mélangés avec un matériau inorganique finement morcelé, comme le verre d'alumino-silicate de baryum ou d'autres mélanges de verre contenant une quantité suffisante d'oxyde radio-opaque, de manière à obtenir un verre opaque aux rayons X [23].

I-3-3-1. Utilisation des matériaux composites

Les matériaux soumis à de fortes pressions devraient être des matériaux à charge élevée (ou des matériaux qui, après plusieurs années d'essais cliniques, se sont révélés efficaces pour les restaurations postérieures), qui possèdent une bonne radio-opacité, de préférence égale à celle de l'émail des dents. Par contre, tout matériau composite pour restauration antérieure devrait avoir une bonne translucidité, une propriété que l'on retrouve dans les composites à charge moins élevée. Cependant, plusieurs des matériaux dits «hybrides», qui contiennent des matériaux très translucides, peuvent donner d'excellents résultats [23].

I-3-3-2. Caractéristiques physiques

Il arrive souvent que la taille moyenne des particules soit indiquée pour caractériser le type de matériau. Malheureusement, cette information peut également être trompeuse, car la taille moyenne des particules ne renseigne d'aucune façon sur la plage granulométrique des particules incorporées. Il faut préciser toutefois que, même si la plage granulométrique était indiquée, ceci ne renseignerait pas pour autant sur la distribution des particules, à l'intérieur de cette plage. Pour obtenir une charge plus élevée, il faut utiliser des particules à large composition granulométrique. Dans la plupart des cas, c'est le pourcentage massique du matériau de remplissage qui est indiqué; malheureusement, une telle mesure n'est pas aussi utile qu'un pourcentage volumique, puisque c'est le volume de la résine matrice exposée à

l'abrasion, ainsi que le volume de la résine matrice qui doit polymériser, qui sont importants. Il est évident qu'à poids égal un matériau plus dense occupera un volume plus petit [23].

➤ **Les principaux problèmes associés à l'utilisation des matériaux composites pour restaurations postérieures sont les suivants :** faible résistance à l'usure, faible module d'élasticité, polymérisation incomplète et contraction de polymérisation qui nuit à la durée du produit à long terme. Le module d'élasticité des composites dentaires est considéré comme une propriété fondamentale importante, car un matériau à faible module se déformera plus facilement sous l'action des pressions fonctionnelles. Or une déformation élastique excessive, provoquée par la pression fonctionnelle, peut causer une fracture de l'émail friable autour ou accroître les défauts microscopiques d'étanchéité. Une restauration à l'aide d'un composite à module d'élasticité plus élevé procurera un soutien au niveau de l'interface avec l'émail et protégera ainsi les bâtonnets d'émail contre les fractures. L'utilisation de composites à base de polymères, de verre ou de céramique pour les restaurations postérieures, lesquels sont soumis à des pressions beaucoup plus grandes que les matériaux pour restaurations antérieures, laisse croire que l'utilisation de matériaux à module d'élasticité plus élevé peut réduire au minimum les risques de fracture de la cuspide. Pour accroître le module d'élasticité et réduire la contraction de polymérisation, on utilise une charge plus forte combinée à un agent de couplage acceptable à long terme entre la charge et la résine matrice. Les principaux avantages des matériaux composites se situent au plan de l'esthétique ainsi que dans l'utilisation d'adhésifs qui peuvent lier le composite à l'émail et à la dentine [23].

I-3-4. Les Porcelaines dentaires

La céramique dentaire inclut les porcelaines et la vitrocéramique. Il est important de noter cela que : toutes les porcelaines et la vitrocéramique sont des céramiques, mais toutes les céramiques ne sont pas des porcelaines ou vitrocéramique. La céramique dentaire est employée pour créer des couronnes, des placages, des marqueteries, des onlays et les bridges dentaires. Le dispositif souhaitable pour les dents à base de céramique dentaire est que leur aspect peut être adapté aux besoins du client pour simuler la couleur, la translucidité et la fluorescence des dents naturelles. Elles sont biologiquement et chimiquement inertes, mais fragiles avec une bonne résistance à l'abrasion [24].

La porcelaine dentaire conventionnelle est une céramique vitreuse basée sur une silice (réseau de SiO_2) et feldspath de potassium ($\text{K}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$) ou feldspath de sodium ($\text{Na}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2$).

Les porcelaines dentaires sont essentiellement des mélanges des particules fines du feldspath et quartz. Le feldspath est fournit d'abord un fond qui représente une matrice vitreuse pour le quartz qui est tenu en suspension dans la matrice. Sa température de fusion est très haute.

La base structurale de la porcelaine dentaire peut être modifiée chimiquement et physiquement par des agents qui sont généralement sous forme d'oxydes ; Ils peuvent être largement classés par catégorie comme suit :

- oxydes de modification (par exemple K_2O , Na_2O , CaO et Li_2O)
- oxydes de formation du réseau (par exemple Al_2O_3 et B_2O_3)
- oxydes opacifiants (par exemple ZrO_2 , SnO_2)
- oxydes fluorescents (par exemple CeO_2)

Chapitre II

Les céramiques dentaires

II-1. Introduction

Le terme céramique provient de « *keramos* », mot grec signifiant argile. Il a d'abord désigné des poteries recouvertes d'émail avant d'être étendu à toute la porcelaine et à d'autres produits essentiellement constitués de silicates et qui représentent les céramiques classiques. Peut être considéré comme céramique tout matériau inorganique, fragile et mis en forme à haute température à partir d'une poudre dont la consolidation se fait par frittage, cristallisation ou prise d'un liant hydraulique. En odontologie, les céramiques sont essentiellement employées dans des applications prothétiques mais peuvent également être utilisées en implantologie, en orthodontie, en matériau de restauration esthétique comme dans le cas d'inlays - onlays esthétique comme dans le cas d'inlays, onlays ou facettes. La plus grande partie des nouveaux systèmes très sophistiqués apparus ces dernières années sont des améliorations technologiques d'un produit apparu il y a plus d'un siècle [25].

Les céramiques dentaires sont des matériaux de structure composite comprenant une structure vitreuse appelée matrice de verre renforcée par différentes phases cristallines qui permet d'adapter le coefficient de dilatation thermique du matériau. La fabrication se fait en chauffant le mélange au dessus de la température de fusion de la matrice vitreuse et en dessous de celle des cristaux. La phase cristalline accroît la résistance et réduit les fractures. Un autre facteur clef est le contrôle de la rétraction thermique résiduelle.

La nature de la phase cristalline présente dans la céramique conditionne principalement les propriétés physiques, mécaniques et optiques (réflexion lumineuse et couleur) de la restauration finale. Cette phase cristalline s'oppose notamment à la propagation des dislocations et microfractures de surface au sein du matériau. Ces matériaux sont soumis à deux types de défauts, sources de leur fragilité : des défauts de fabrication (inclusion de porosités lors de l'élaboration) et des défauts de surface (différence de contraction entre les deux phases vitreuse et cristalline lors du refroidissement) et aussi des défauts de surface liés aux meulages lors de l'élaboration.

Durant cette décennie, un grand nombre de matériaux et de procédés d'élaboration, de restauration de toute céramique ont été mis à notre disposition. Ils peuvent être classés suivant leur technique d'élaboration et aussi suivant la composition de leur phase cristalline [25].

II-2. Généralités sur les céramiques

II-2-a. Définitions

Les céramiques sont des matériaux inorganiques, composés d'oxydes, de carbures, de nitrures et de borures. Ils présentent des liaisons chimiques fortes de nature ionique ou covalente et sont mises en forme à partir d'une poudre de granulométrie adaptée qui est agglomérée. Puis une deuxième étape consiste à densifier et consolider l'agglomérat obtenu dans la première étape par un traitement thermique appelé frittage. Le frittage est un traitement thermique avec ou sans application de pression externe, grâce auquel un système de particules individuelles ou un corps poreux modifie certaines de ses propriétés dans le sens d'une évolution vers un état de compacité maximale. Actuellement, on considère que le traitement de consolidation peut être aussi une cristallisation ou une prise hydraulique [25].

II- 3. Classification des céramiques

II- 3-1. Selon l'historique

L'historique des céramiques dentaires peut se résumer selon le Tableau 9.

<p>1774 La céramique est introduite dans l'art dentaire par Alexis Duchateau et développée par Dubois de Chement,</p> <p>1808 Fonzi développe les dents individuelles avec tige de platine,</p> <p>1886 Land dépose le brevet de la couronne « Jacket »,</p> <p>1952 Stookey développe la technique de la céramique de verre pour la société Corning Glass,</p> <p>1958 Vines et al. développent la cuisson sous vide des poudres fines de céramique,</p> <p>1962 Weinstein et al. décrivent une composition moyenne pour obtenir l'adhésion céramométallique,</p> <p>1963 Par ajout de l'alumine Mc Lean et Hughes créent la première coiffe porcelaine alumineuse,</p> <p>1968 Mc Culloch applique la céramique de verre à la dentisterie pour les dents de prothèse amovibles,</p> <p>1977 Hobo et Hiwata créent le procédé Céraparl®,</p> <p>1983 Riley et Sozio proposent le procédé Cérestore®,</p> <p>1984 Grossman et Adair proposent une nouvelle expression de la vitrocéramique que la firme De Trey commercialise sous le nom de Dicor®,</p> <p>1985 Sadoun met au point le <i>slip-casting</i>. Ce n'est qu'en 1989 que la firme Vita commercialise le procédé In-Céram®,</p>
--

1987 Sharer et Wohlwend proposent une céramique pressée. Le laboratoire Ivodar Vivadent en 1991 développe ainsi le système IPS Empress®,
1988 Duret introduit la CAO/CFAO en dentisterie,
1989 Mörmann et Brandestini développent le procédé Cerec®,
1993 Anderson et Oden créent le procédé Procera®.

Tableau 9 : Annexe historique des céramiques [25].

II- 3- 2. Classification traditionnelle (en fonction de la température de fusion)

Elle peut se résumer selon le Tableau 10.

Type de céramiques	Température de fusion	Indications
Céramique haute fusion	1280 °C-1390 °C	Prothèse adjointe
Céramique moyenne fusion	1090 °C-1260 °C	« Jacket » ou matrice platine
Céramique basse fusion	870 °C-1065 °C	Céramo métallique pour émailage des métaux
Céramique très basse fusion	660 °C- 780 °C	Céramo métallique pour émailage du titane et de l'or à bas intervalle de fusion

Tableau 10 : Classification des céramiques suivant leur intervalle de fusion (D'après Sadoun M. 1995) [25].

II- 3- 3. Classification de Sadoun et Ferrari

Les propriétés finales des prothèses céramiques (résistance mécanique, microstructure, précision d'adaptation et propriétés optiques) résultent de la nature chimique du matériau et du procédé de mise en forme. Un même matériau peut être mis en forme de façons différentes, modifiant ainsi ses propriétés. Un même procédé de mise en forme peut être utilisé pour différents matériaux. Il est donc indispensable d'établir une classification basée sur la nature chimique, la microstructure et les procédés de mise en forme [25].

➤ Selon les constituants chimiques

- **Céramiques feldspathiques** : ce sont les céramiques traditionnelles destinées à l'émailage des couronnes céramo-métalliques. De nouvelles céramiques feldspathiques à

haute teneur en leucite, ont une résistance mécanique améliorée et un coefficient de dilatation thermique qui augmente. Elles sont alors utilisées sans armature.

• **Céramiques alumineuses** : leur constituant principal est l'alumine (Al_2O_3). On distingue en fonction de la teneur en alumine :

- ❖ 40 %: « Jacket » de Mac Lean.
- ❖ 65 %: Cérestore, AllCeram.
- ❖ 85 %: In-Céram.
- ❖ 98 %: Procera.

➤ **Selon le procédé de mise en forme (avec ou sans armature métallique) :**

• **Avec support métallique :**

Le rôle de ce support métallique est de renforcer mécaniquement la prothèse et de servir de support de cuisson sur lequel va s'annuler la rétraction de frittage par pyroplasticité de la phase vitreuse, Cette armature peut être [25] :

- ❖ une feuille d'or ou de platine brunie sur le modèle positif unitaire. Diverses évolutions visant à renforcer mécaniquement ce support ont été décrites. Il existe différentes expressions commerciales de ce principe.
- ❖ une armature coulée en alliage précieux ou non précieux.

• **Sans support métallique :**

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

II- 4. Différents Types de céramiques dentaires

II- 4-1. Céramiques feldspathiques

II- 4-1-1. Composition

II- 4-1-1-a. Composition physique

La poudre est composée de grains de diamètre de 4 à 100 μm . Elle contient en plus des plastifiants hydrosolubles facilitant la mise en forme et des colorants [25].

II-4-1-1-b. Composition chimique

- Oxydes principaux.
- Oxyde de silicium SiO_2 : 55 à 78 % (phase vitreuse et phase cristalline dispersée).

- Oxyde d'aluminium Al_2O_3 : < 10 % (phase vitreuse essentiellement mais aussi parfois phase cristalline, diminue alors la translucidité). Ces oxydes augmentent la température de cuisson, la tension superficielle, la résistance et la rétraction à la cuisson.

- Oxydes alcalins modificateurs.

Oxydes de cations alcalins monovalents (Na_2O , K_2O , Li_2O) : 10 à 17 % essentiellement modificateurs de la phase vitreuse, ils abaissent la température de ramollissement, augmentent le coefficient de dilatation thermique en dessous de la température de transition vitreuse, diminuent la température de solidification et la viscosité.

Les céramiques à fortes teneurs en K_2O (> 11 %) sont le siège d'une cristallisation à des températures voisines de 700°C et $1\ 200^\circ\text{C}$ en particulier de leucite (K_2O , Al_2O_3 , 4SiO_2).

- Oxydes mineurs.

- Opacifiants (ZrO_2 , SnO_2 , TiO_2), 6 à 15 % ;

- Fondants (B_2O_3 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$), 0 à 5 %, ils abaissent la température de cuisson.

- Colorants (oxydes métalliques et terres rares) : TiO_2 pour le jaune, Fe_2O_3 pour le marron, CoO pour le bleu, NiO pour le gris, V_2O_5 pour le jaune [25].

II-4-2. Céramiques « basse fusion »

Devant les exigences esthétiques croissantes des patients, la qualité des matériaux utilisés n'a cessé de s'améliorer et de nouvelles techniques se sont développées. C'est dans ce contexte que sont apparues des céramiques aux propriétés optiques et physiques presque « parfaites » [26].

Bien que commercialement appelées « basse fusion », les céramiques « basse fusion » sont en fait des céramiques à « très basse fusion » (de 660°C à 780°C), utilisées dans la technique céramo métallique pour l'émaillage d'alliages à base de titane ou d'or à bas intervalle de fusion, pour réaliser les joints céramique-dent ou bien encore pour réparer des fractures ou des éclats de céramique, enfin, utilisées seules, elles permettent la confection d'inlays, d'onlays céramique [27].

II-4-2-1. Céramique Ducéram LFC

Le matériau Ducéram LFC se définit comme un matériau monophasique ne contenant pas de phase cristalline donc aussi comme un verre à base de quartz fluorhydrique [28].

En effet, il se compose de :

- quartz hydrolysé : 70 % (ou verre de silice Si, O, Na, K, OH) ;

- verre fluorhydrique : 20 à 25 %
- feldspaths : 5 à 10 %.

La Ducéram LFC se caractérise par un réseau de structure homogène, ce qui lui donne sa brillance remarquable.

La LFC permet de créer des effets optiques et des jeux de lumière identiques à ceux de la dent naturelle, surtout si l'on utilise comme support de la LFC une chape en céramique conventionnelle Ducéram (ou la nouvelle Ducéram-Plus) car la lumière va alors pénétrer sans obstacle, la LFC pour être dispersée dans toutes les directions à l'intérieur de la masse hétérogène de dentine en céramique conventionnelle. Cet effet peut encore être renforcé par l'emploi de matériaux opalescents [29- 32].

II-4-2-2. Céramique Finesse®

La céramique Finesse® est une céramique basse fusion à faible teneur en leucite de l'ordre de 8 à 10 %. Les cristaux de leucite qui la composent sont plus fins (3µm) que ceux dispersés dans la céramique conventionnelle (30µm). Ils y sont aussi moins nombreux, de façon à optimiser leur utilisation et à obtenir les meilleures qualités possibles (moins d'abrasion). Elle s'adapte aux alliages d'or, du fait de leurs coefficients de dilatation thermique élevés [26, 33].

La régularité de la surface est liée à la finesse des cristaux de leucite et à l'homogénéité de la microstructure. Plus la surface est lisse, plus la porcelaine est facile à polir.

II-4-2-3. Céramiques « basses fusion » pour titane

L'intérêt croissant pour le titane en prothèse dentaire ne devait pas être freiné par l'impossibilité de le recouvrir par un cosmétique. Pour pouvoir être employé en technique céramo métallique sur titane, le matériau céramique doit répondre à une exigence technique principale, le coefficient de dilatation thermique doit être bas, en accord avec celui du titane ($8,4$ à $8,7 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) sinon il se produit des craquelures et des tensions, néfastes, dans le corps.

En effet, pour assurer une liaison satisfaisante, il est admis que les coefficients de dilatation thermique (CDT) de la céramique et de la chape titane doivent être aussi proches que possible, avec toutefois, celui de l'alliage légèrement supérieur (dans un rapport de 10 à 15 %) pour créer un effet de compression dans la céramique [37]. Outre ce facteur, on sait que le titane change de structure cristallographique à $882,5^\circ\text{C}$, lorsque la température est supérieure à $882,5^\circ\text{C}$, il devient cubique centré (en phase β). Ces modifications structurales

sont irréversibles avec une persistance partielle, après refroidissement, de phase β , à l'origine d'une variation dimensionnelle néfaste. Ceci implique l'emploi d'une céramique basse fusion dont la température de cuisson doit être inférieure à 882,5°C [38].

Les propriétés particulières du titane entraînent la conception de céramiques nouvelles adaptées aux exigences spécifiques de ce métal. La rétention céramique-titane est le fait de trois facteurs principaux, communs à toute rétention de céramique sur une armature métallique :

- une liaison chimique, par la réalisation d'une réaction entre la couche d'oxyde superficielle et la céramique [34, 39],
- une liaison mécanique, grâce à une fluidité suffisante, la porcelaine peut se glisser entre les interstices présents à la surface de l'armature [34, 39]. Il existe une différence d'adhérence significative de la céramique selon le traitement de surface effectué (sablage à 50 μm laissant un film d'oxyde de 0,4 μm , et sablage à 100 μm laissant un film de 0,2 μm [40]),
- une liaison par compression de la céramique sur l'armature durant la cuisson. Cette rétention est permise par l'adaptation des coefficients de dilatation thermique des différentes couches de céramique entre elles, avec des valeurs décroissantes en progressant vers la surface de la restauration [37].

Les différentes céramiques pour titane existant actuellement sur le marché sont des céramiques pour titane appartenant à la famille des céramiques « basses fusions » dont la recherche a été relancée intensivement avec le titane. Aujourd'hui, les propriétés de ces céramiques s'annoncent équivalentes à celles des céramiques conventionnelles grâce à l'amélioration de leurs propriétés physiques et chimiques qui étaient leurs points faibles. Elles se caractérisent par une température de transition vitreuse relativement basse (500°C) [41]. Les céramiques spécialement développées pour le titane cuisent nécessairement en dessous de 882,5°C.

II-4-3. Matériaux pour céramiques sans armature métallique

II-4-3-1. Céramiques frittées

La double composition vitreuse et cristalline des céramiques a permis durant cette décennie l'élaboration de nouveaux matériaux et procédés de restauration toute céramique telle que le slip-casting, la pressée à chaud et l'usinage [42].

Ces matériaux peuvent être classés suivant la technique d'élaboration et aussi suivant la composition de leur phase cristalline [43].

II-4-3-1-a. Céramique feldspathique renforcée à la leucite

C'est une céramique contenant plus de 45 % en volume de leucite tétragonale, ce qui augmente fortement sa résistance à la rupture et à la compression et lui confère un coefficient de dilatation thermique (CDT) élevé. La différence de CDT entre la leucite ($22 \text{ à } 25 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$) et la matrice vitreuse ($8 \times 10^{-6} / ^\circ\text{C}$) entraîne le développement de forces compressives tangentielles autour des cristaux de leucite qui s'opposent à la propagation des microfractures et renforce le matériau [25].

II-4-3-1-b. Céramique feldspathique renforcée à l'alumine

La chape alumineuse est l'exemple typique de l'augmentation des propriétés physiques par l'adjonction d'une phase cristalline représentant 40 à 50 % en poids. L'alumine a un haut module d'élasticité (350 GPa) et une résistance à la rupture élevée. Sa dispersion au sein de la matrice de verre de CDT similaire entraîne la majoration de la résistance physique [25].

II-4-3-1-c. Céramique feldspathique renforcée à la zircone

Des fibres de zircone tétragonale sont incluses dans une céramique feldspathique conventionnelle. La zircone subit une transformation cristallographique à 1173°C et l'utilisation d'oxydes (CaO, MgO, Y_2O_3 , CeO) permet sa stabilisation à température ambiante [25].

Cette propriété cristallographique permet de stopper la propagation des craquelures de surface. La zircone stabilisée par l'yttria augmente fortement la résistance à la fracture et aux chocs thermiques. Toutefois, les propriétés optiques et la température de fusion sont modifiées [25].

II-4-3-2. Céramiques pressées à chaud

➤ Céramique feldspathique renforcée Empress®

La structure finale de l'IPS Empress® présente 40 à 50% en volume d'un cristal tétragonal de leucite ($\text{K}_2\text{O}-\text{Al}_2\text{O}_3-4\text{SiO}_2$). Les cristaux ont une taille de 1 à 5 μm et sont répartis au sein d'une matrice de verre. La résistance à la flexion se trouve augmenter par la pressée à chaud (120 MPa) et les cuissons (160 à 180 MPa), ce résultat est dû à la répartition des fins cristaux de leucite et aux forces compressives issues du refroidissement entre les cristaux et la matrice [42]. Les restaurations sont très translucides. L'utilisation en région canine et postérieure montre un taux d'échec élevé pouvant atteindre 15% à 7 ans [44].

II-5. Propriétés mécaniques des céramiques

Les céramiques sont peu résistantes en traction et en flexion mais sont très résistantes en compression. La caractéristique principale est la rupture dite fragile, c'est-à-dire sans déformation plastique. D'après Griffith, on sait que la fracture d'une céramique se fait par propagation d'une fissure à partir d'un défaut initial [25].

Les propriétés mécaniques des céramiques conventionnelles sont résumées dans le Tableau 11 [25].

Propriétés mécaniques	Opaque	Céramique	Email	Dentine
Module élastique (GPa)	95	60	80	20
Résistance à la rupture (compression) (MPa)	1000	500	500	230
Résistance à la rupture (en tension) (MPa)	130	60	7	60
Dureté (Hv)	410	380	320	70

Tableau 11 : Propriétés mécaniques des céramiques conventionnelles, de l'émail et de la dentine.

II-5-1. Facteurs influençant la résistance mécanique

La résistance mécanique est directement liée au nombre et à la taille des défauts issus de la mise en œuvre, du montage, de la poudre de céramique, de la cuisson et du glaçage [25].

➤ **Taux de porosité** : il dépend de la distribution granulométrique et du mode de mise en forme de la pâte crue (compactage). Le compactage par vibration permet d'augmenter de 40 % la résistance par rapport à une céramique non compactée. La cuisson sous vide fait passer le taux de porosité de 4 % à 0,1 %.

➤ **Température et cycle de cuisson** : l'élévation de la température et de la durée de cuisson entraîne une augmentation de la résistance. Cependant, au-delà d'un certain seuil ou lors de la multiplication des cuissons, on assiste à une diminution de ces caractéristiques, due à une dissolution dans le verre des phases cristallines dispersées.

➤ **Contraintes internes** : elles résultent d'un différentiel de coefficient de dilatation thermique entre les différentes phases du matériau ou entre le matériau et le support (métal ou céramique d'infrastructure).

➤ **Microstructure** : la résistance augmente avec la proportion de phase cristalline et avec la quantité d'interfaces verre/cristal et donc la dispersion de cette phase cristalline. L'état de surface et surtout les défauts de surface jouent un rôle important. Pour remédier aux défauts de surface, le glaçage thermique ou l'emploi d'une glaçure permet en obturant les pores et en refermant les fissures d'améliorer les propriétés mécaniques des céramiques feldspathiques d'environ 400%. De plus, la glaçure possédant un coefficient d'expansion thermique plus faible que celui de la céramique sous jacente met la surface en compression [25].

II-6. Propriétés physiques des céramiques

➤ **Thermiques** : les céramiques sont des isolants thermiques (conductivité=0,01 J/s/cm² ou °C/cm²). Leur coefficient de dilatation thermique est adaptable en fonction de leur utilisation en modifiant la teneur en K₂O du verre [25].

➤ **Électriques** : le déplacement des charges électriques ne pouvant se produire que par diffusion ionique, les céramiques sont des isolants électriques [25].

➤ **Optiques** : au-delà des propriétés optiques, c'est l'impression visuelle qui compte. Celle-ci résulte de la combinaison de nombreux facteurs relatifs aux propriétés optiques de la surface, des différentes phases et des différentes couches, de la couleur et du spectre de la lumière incident. Les rendus des diverses céramiques vont de l'opaque au transparent, avec des luminosités variables, des effets de fluorescence, avec des couleurs et des saturations différentes. Tout ceci est obtenu en jouant sur la composition, la nature chimique, la taille, la quantité et l'indice de réfraction des charges cristallines et des pigments répartis dans la phase vitreuse [25].

➤ **La réflexion** : il existe la réflexion spéculaire qui est celle du miroir et la réflexion diffuse qui est celle d'une dent naturelle. Lorsque la surface d'un corps est plane on a une réflexion spéculaire. Lorsque la surface présente des reliefs, il existe différents angles d'incidence et en conséquence, différentes directions de réflexion, le faisceau réfléchi apparaît diffus [25].

➤ **Indice de réfraction** : si un faisceau lumineux passe de l'air dans un verre, sa vitesse de propagation est réduite ; si l'angle d'incidence est oblique, la trajectoire est modifiée selon la loi de la réfraction. Toute la lumière ne pénètre pas dans le verre qui possède un pouvoir réfléchissant. Dans un matériau dense, la vitesse de propagation dépend de la longueur d'onde, de l'indice de réfraction, c'est le phénomène de dispersion [25].

Dans le cas d'une céramique dentaire, une partie du faisceau est absorbée en fonction de sa longueur d'onde, des porosités et de la microstructure, et une partie est réfléchi. La structure de la céramique présente plusieurs interfaces entre le verre et les cristaux d'indices de réfractons différents. Les interactions sont donc multiples et complexes.

➤ **La fluorescence** : aptitude d'un corps à absorber des photons de longueur d'onde en dehors du visible. La désexcitation se produit par émission de photons dans le visible [25].

➤ **La couleur** : elle présente trois dimensions : la teinte ou tonalité chromatique (longueur d'onde du photon émis), la luminosité et la saturation [25].

II-7. Influence des techniques de finition de laboratoire sur les qualités mécaniques de la céramique dentaire :

IL y a plusieurs techniques de finition de la céramique sont à notre disposition aujourd'hui. Elles ont pour but de rendre la surface des prothèses en céramique biocompatible et esthétique.

La surface des céramiques dentaires doit être considérée selon deux points de vue ; esthétique et mécanique.

Les qualités esthétiques de la céramique et sa biocompatibilité en font un matériau de restauration très appréciée. Toutefois il arrive fréquemment que des restaurations antérieures en céramique, ayant une teinte et une forme correctes, se distinguent malgré tout des dents adjacentes naturelles par leur brillance et leur haute réflectance. La texture de la surface des vraies dents doit être notée pendant la prise de teinte car nous disposons de plusieurs techniques de finition de la céramique pour accorder sa brillance à celle des dents voisines [45].

Du point de vue de la résistance mécanique la surface de la céramique est une zone primordiale. Lors d'une contrainte mécanique, les défauts de cette surface engendrent des microfissures qui s'agrandissent pour former une fissure. Si les contraintes continuent, cette fissure se propage progressivement dans la matière en passant de proche en proche par les points les plus faibles jusqu'à la rupture totale de la céramique. Les défauts susceptibles d'engendrer des fissures sont appelés défauts critiques [45].

Les étapes de finition de surface modifient le taux de défauts critiques nous avons voulu évaluer l'influence des techniques de finition de la céramique sur ses qualités mécanique. Cette recherche s'est donc limitée au secteur de la résistance mécanique que de la finition de surface [45].

Les maquettes finies en poudre sont mises à sécher, puis frittées sous vide entre 840°C et 1080°C suivant les types de poudres et leurs marques. En général 2 ou 3 cuissons sont nécessaires pour achever la forme définitive de la prothèse. A ce stade, le produit obtenu est fréquemment appelé « biscuit », la céramique présente une surface usinée et mate. A partir de ce moment commence la finition de la surface.

Les tests de traction sur des fibres de verres [46] et les travaux de Mac Lean [47] démontrent clairement que les fractures sont initiées sur des défauts de surface avant de se propager. Une modification du relief de la surface devrait affecter les valeurs mécaniques de la céramique finie [48]. Il a été choisi, pour la mise en évidence de ce phénomène, un test normalisé de résistance à la flexion en 3 points sur des éprouvettes parallélépipédiques en céramique de 25 × 2 × 4 mm [49].

II-7-1. Les glaçages

Ce sont de loin les techniques de finition les plus utilisées, Ils consistent à cuire la prothèse une dernière fois pour créer une couche vitreuse à la surface. Cette cuisson d'homogénéisation ferme les porosités et les fissures de surface et renforce notablement la prothèse [50, 51].

II-7-2. Le polissage mécanique

La recherche du mimétisme de la céramique in vivo a conduit ces dernières années les chercheurs repolir certaines zones mécaniquement pour diminuer la brillance de celles-ci quand cela était nécessaire. Les vraies dents présentent rarement des faces vestibulaires brillantes. Ce polissage mécanique épargne toutefois le premier quart cervical et les trajets occlusaux qui doivent rester rigoureusement lisses [46, 52].

II-7-3. Le mordantage de la surface

Il répond exactement à la même demande que le polissage. Son rôle est de casser la brillance des faces vestibulaires antérieures à certains endroits par un très léger mordantage à l'aide d'une coton tige imbibée d'acide fluorhydrique dilué à 10% [52]. Cette technique est très efficace ; toutefois il convient de l'utiliser avec précaution, car une surface trop mordancée est très difficile à « rattraper » par polissage. De plus, le relief de la surface ayant subi trop de mordantage favorise la rétention de plaque dentaire à ce niveau [52].

Le polissage mécanique et le mordantage se pratiquent sur des céramiques préalablement glacées. Cette étape est indispensable à la solidité de l'ensemble [50, 51]

Chapitre III

Les vitrocéramiques

III.1. Les vitrocéramiques

Dans ce chapitre nous allons présenter d'abord les vitrocéramiques et leurs méthodes de synthèse. Puis, nous détaillerons leurs propriétés ainsi que les applications dans lesquelles elles interviennent.

III-1.1. Historique et définition des vitrocéramiques

III-1-1-a. Historique

Les vitrocéramiques, matériaux relativement modernes en comparaison aux verres et aux monocristaux, ont été découverts par hasard en 1954 par Stookey, chercheur américain de Corning Glass Works. Stookey travaillait sur des verres photosensibles à base de silicate de lithium contenant de faibles quantités de cuivre, d'or ou d'argent. En chauffant un de ces verres à 900°C, contre 700°C habituellement, il observa non pas un verre ramolli, mais un matériau polycristallin et opaque : c'était la première vitrocéramique. Elle s'était formée par dévitrification du verre, les cristaux métalliques ayant servis de germes à cette cristallisation. Depuis leur découverte, les vitrocéramiques ont été étudiées pour leurs propriétés mécaniques, thermomécaniques, puis à partir de 1975, pour leurs propriétés optiques [53].

III-1-1-b. Définition

Les vitrocéramiques sont des matériaux polycristallins biphasiques, constitués d'une phase amorphe dans laquelle sont réparties des particules cristallisées appelées cristallites. Au début de leur découverte, seuls les matériaux dont plus de 50% du volume était cristallisé étaient appelés "vitrocéramiques" [54]. Mais aujourd'hui, tout matériau amorphe contenant des particules cristallisées est appelé vitrocéramique. La taille de ces cristallites varie entre 5nm et 200µm selon la composition et la préparation des vitrocéramiques. Il faut bien noter qu'il n'y a pas de porosité dans ces matériaux, contrairement aux céramiques issues du frittage.

Les recherches théoriques et appliquées, principalement basées sur la cristallisation contrôlée des verres lors de ces dernières quarante années, ont entraîné une rapide évolution technologique permettant ainsi de rendre ce matériau accessible au plus grand nombre. En effet, les applications réelles ou envisagées des vitrocéramiques sont aujourd'hui très

diversifiées autant dans le domaine passif (plaque de cuisson, miroir de télescope, ...) que dans le domaine actif (lasers, réémission,...). Le principal avantage des vitrocéramiques par rapport aux céramiques conventionnelles réside dans la possibilité de créer des formes complexes par moulage sans aucune forme d'usinage.

III-2. Méthode de formation des vitrocéramiques

Parmi les méthodes de synthèse des vitrocéramiques : la dévitrification des verres.

III-2-1. Synthèse par dévitrification des verres

La synthèse de vitrocéramiques par dévitrification d'un verre stable, illustrée dans la **Figure 1**, est la méthode la plus répandue. La première étape consiste à synthétiser un verre par fusion de poudres polycristallines et trempe rapide. Ce verre est ensuite partiellement dévitrifié, c'est-à-dire que certains de ses composés cristallisent et que le reste du matériau reste à l'état amorphe. Cette dévitrification conduit à la formation d'une vitrocéramique. Le verre peut être partiellement dévitrifié, soit par traitement thermique, soit par irradiation avec un laser pulsé femtoseconde [55, 56], soit par l'utilisation conjointe d'un laser UV et d'un traitement thermique [57]. La méthode la plus courante, utilisée dans ce travail, est la dévitrification par traitement thermique, mais la dévitrification par irradiation, apparue très récemment, est plus fréquemment étudiée car elle permet de dévitrifier localement un verre pour créer, par exemple, des guides d'onde canaux dans un verre massif.

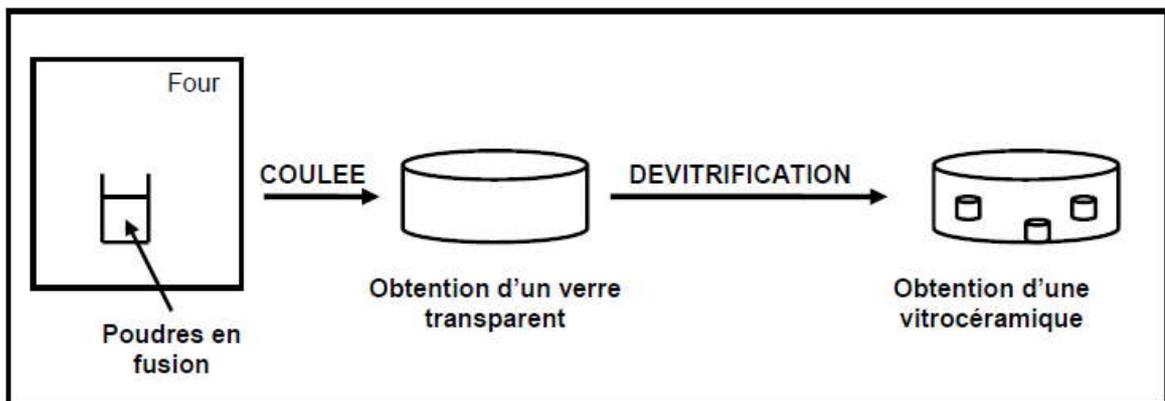


Figure 1 : Schéma du procédé de synthèse d'une vitrocéramique [58].

Deux processus conduisent à la cristallisation dans un verre :

- ❖ le processus de nucléation / croissance
- ❖ le processus de décomposition spinodale

Pour présenter ces deux processus, nous allons faire une analogie avec la démixtion de deux phases liquides [59], en examinant un diagramme de phase liquide-liquide d'un système binaire A-B (**Figure 2**). Porté à haute température, le système A-B forme un liquide homogène sur toute la plage de composition. En abaissant la température, les composés A et B ne sont plus miscibles (domaine délimité par la courbe rouge) : le système est alors formé de deux phases bien distinctes [58].

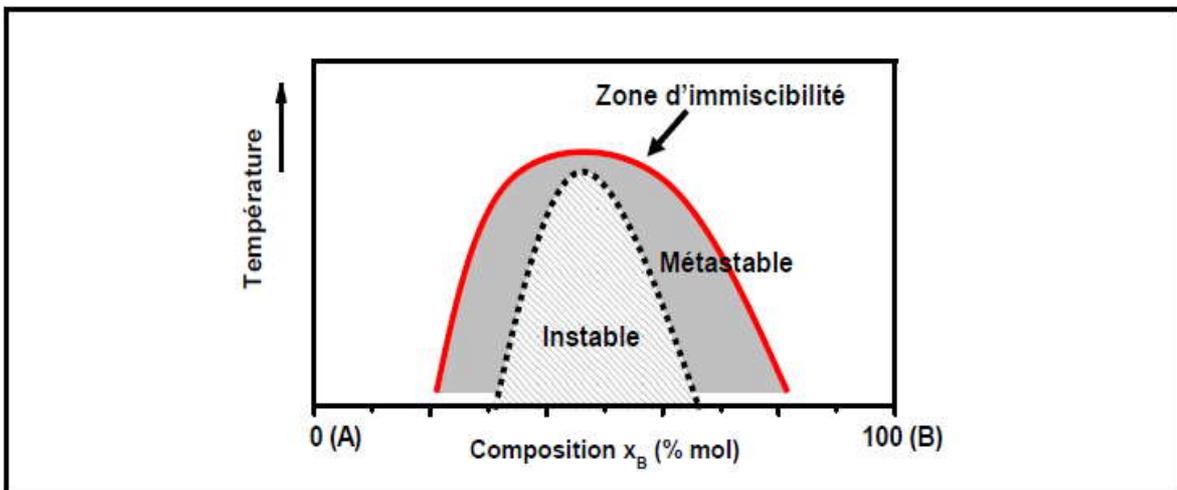


Figure 2 : Diagramme de phase d'un système binaire. La courbe en trait plein délimite la région d'immiscibilité entre A et B [58].

Si le système se trouve dans la région grisée, il est métastable. Sa séparation de phases se fera par mécanisme de nucléation/croissance. Par contre, si le système est dans la zone centrale hachurée, son état est instable : deux phases distinctes apparaîtront par décomposition spinodale [60].

III-2-1-1. Le processus de nucléation et croissance

Ce processus en deux étapes (la nucléation, puis la croissance) est le plus fréquemment rencontré dans les verres.

❖ **La nucléation** : correspond à la formation de germes, appelés aussi nuclei, dont la composition est différente de celle du verre, formant une nouvelle phase. La composition de cette nouvelle phase est constante au cours du processus (**Figure 3a**). La nucléation peut se

produire de manière aléatoire dans tout le matériau, elle est alors dite **homogène**. Mais elle peut aussi être **hétérogène**, c'est-à-dire avoir lieu à partir de la surface ou autour de centres nucléants, généralement des impuretés.

Un germe, sphérique de rayon r , va évoluer et grossir, si sa taille est suffisamment importante. En effet, pendant la nucléation homogène, l'évolution de l'énergie libre ΔG du germe est soumise à deux contributions [61] :

- **un abaissement de l'énergie libre**, dû à la mise en ordre. Ce terme volumique s'exprime par la relation : $\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_{crist}$, où ΔG_{crist} est l'énergie libre de cristallisation par unité de volume ($\Delta G_{crist} < 0$).

- **une augmentation de l'énergie libre de surface**, due à la présence d'une interface entre les deux phases distinctes du système : $4\pi r^2 \sigma$ où σ l'énergie de surface à l'interface, par unité d'aire. En effet, la création d'une surface nécessite de l'énergie.

Ainsi, l'énergie libre du système s'exprime par la relation : $\Delta G = \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_{crist} + r^2 \sigma$.

Son évolution en fonction du rayon du germe r est représentée **Figure 4**. Pour de faibles valeurs de r , le terme de surface domine, ce qui conduit à $\Delta G > 0$. Le germe est donc instable et disparaît par dissolution dans le verre. Pour de grandes valeurs de r , le terme volumique domine, donnant $\Delta G < 0$: le germe est thermodynamiquement stable et subsiste dans le temps. Les germes doivent dépasser une taille critique r^* pour ne pas disparaître. D'après la **Figure 4**, il est nécessaire de fournir au système une quantité d'énergie minimale, ΔG^*_{homo} , pour passer la barrière thermodynamique et donc permettre la formation de germes stables [62].

Dans le cas d'une nucléation hétérogène, des études thermodynamiques [63] montrent que l'énergie minimale à fournir au système pour passer la barrière thermodynamique $\Delta G^*_{hétéro}$ est abaissée. Ceci indique que la présence d'un défaut abaisse la barrière thermodynamique de nucléation : $\Delta G^*_{hétéro} < \Delta G^*_{homo}$.

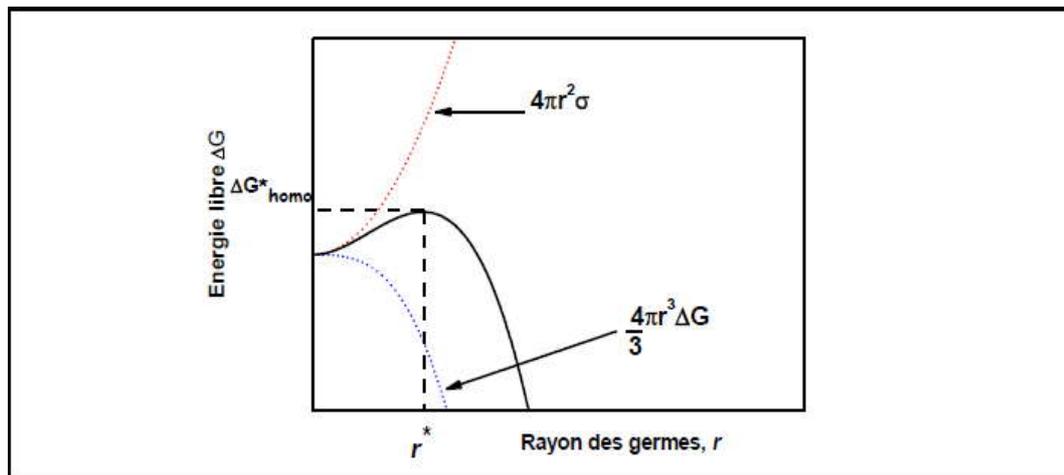


Figure 4: En trait plein : évolution de l'énergie libre d'un germe sphérique, en fonction de son rayon r . Les deux contributions de surface et de volume sont représentées en pointillés [58].

❖ **La seconde étape du processus est la phase de croissance** (ou coalescence), où les germes stables grossissent au détriment des petits, instables. On parle de mûrissement d'Ostwald [12]. La croissance des germes dépend de la vitesse de diffusion des atomes dans le verre et de la manière dont ils traversent l'interface verre / cristallite [58].

Il est possible de contrôler les phénomènes de nucléation et croissance, en maîtrisant la composition du verre, ainsi que sa température et sa durée de recuit [58].

III.2.1.2. Le processus de dévitrification spinodale

La dévitrification des verres peut également se faire par décomposition spinodale [65, 66]. Pour minimiser son énergie, le verre modifie légèrement et continûment sa composition, jusqu'à se séparer en deux phases distinctes (**Figure 3b**). Puis, après la séparation de phase, il y a cristallisation spontanée de l'une des deux phases. La partie cristallisée représente généralement plus de 70% du volume total du matériau, elle a généralement une forme dendritique et les cristallites sont interconnectées [59].

Les deux processus de dévitrification d'un verre sont bien distincts et conduisent à des vitrocéramiques de morphologie différente (figure 3).

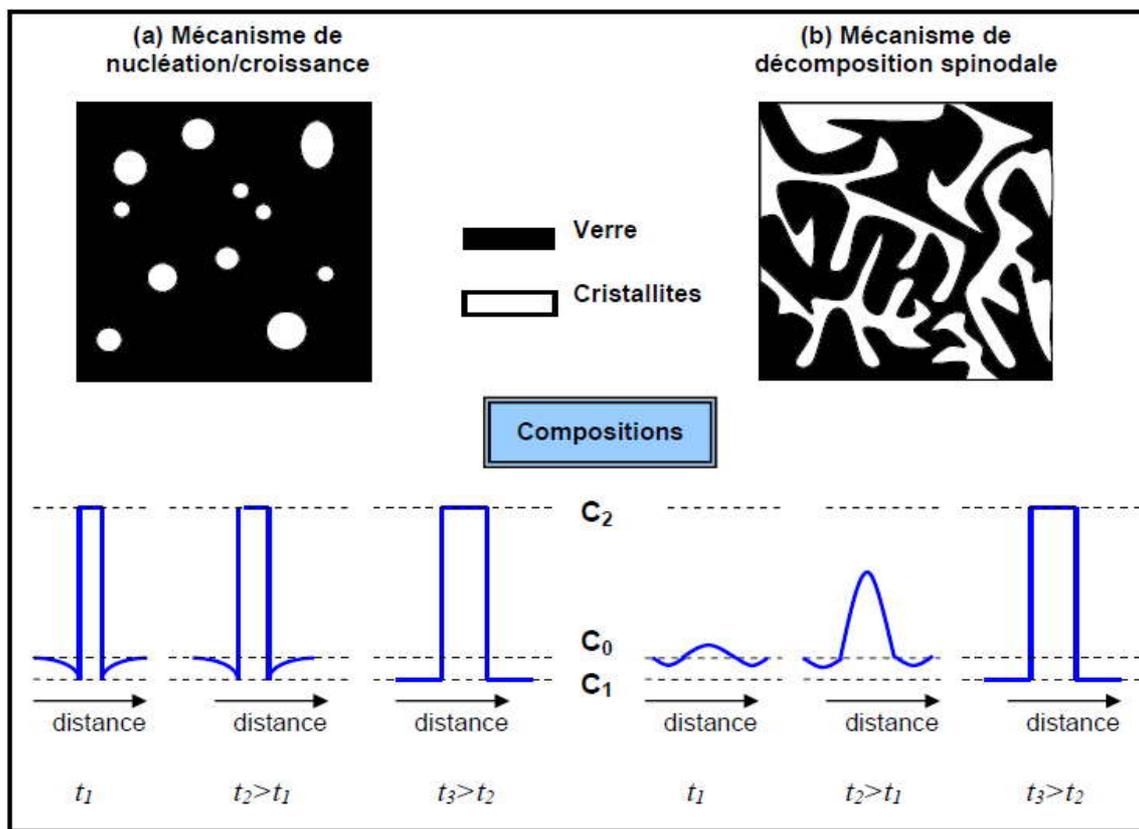


Figure 3 : Représentation de la morphologie d’une vitrocéramique résultant : (a) d’un processus de nucléation/croissance, (b) d’une décomposition spinodale. C_0 correspond à la composition du verre initial, C_1 à celle de la phase vitreuse après dévitrification et C_2 à celle des cristallites [58].

III-3. Domaines d’application des vitrocéramiques

Les applications des vitrocéramiques (Figure 5), sont variées grâce à leurs propriétés très particulières.



Figure 5 : Illustration des applications des vitrocéramiques. (a) Prothèse dentaire, (b) moule permettant une cuisson au four, (c) plaques de cuisson [58].

III.4. les Vitrocéramiques biocompatibles

Il s'agit d'un nouveau domaine d'investigation des vitrocéramiques : une utilisation semblable à celle des biomatériaux dans la dentisterie ou plus généralement dans le domaine de la médecine humaine. Ces vitrocéramiques peuvent être réalisées selon la formation 'hydro plastique' qui consiste à mélanger de la poudre de vitrocéramique obtenue par traitement thermique à une phase liquide et cuire sous pression cet amalgame pour former des pastilles. Ces pastilles peuvent être utilisées dans la restauration dentaire par différents procédés : vaporisation thermique, moulage et pressage (Empress II ® par cristallisation de lithium disilicate), infusion et modelage (DICORR), polissage (CERECR par cristallisation de leucite) [58]. Les compositions des verres de départ sont présentées dans le tableau 12.

La vitrocéramique IPS Empress II ® est cristallisée à hauteur de 60%. Des phases de disilicate de lithium (baguettes de 500nm à 4µm) et d'orthophosphate de lithium de 60 nm (Li₃PO₄) lui confèrent une excellente durabilité chimique et d'impressionnantes propriétés mécaniques ($K_{Ic} > 3 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, résistance à la flexion : 433 MPa). Selon la teneur en cristaux, il est possible de maintenir une certaine translucidité du matériau.

Composants	Empress II	DICORR
SiO ₂	57 - 80	57,0 - 75,0
Al ₂ O ₃	0 - 5	0 - 2,5
La ₂ O ₃	0,1 - 6	1 - 4,0
MgO	0 - 5	0,1 - 4,0
ZnO	0 - 8	0 - 6
K ₂ O	0 - 13	0 - 9,0
TiO ₂	0-2	0 - 2
ZrO	0 - 3	0 - 3
Li ₂ O	11 - 19	13,0 - 19,0
P ₂ O ₅	0 - 11	0 - 8,0
Colorants	0,05 - 6,0	0,05 - 6,0
Adjuvants	0 - 3,0	0 - 3,0

Tableau 12. Exemple de composition de verres ayant servi à la fabrication de vitrocéramiques nécessaires à la restauration dentaire [58].

III-4-1. Propriétés des vitrocéramiques dentaires

Les propriétés physico-chimiques intrinsèques des matériaux vitrocéramiques déterminent par avance l'utilisation prothétique qui pourra en être faite [67].

➤ La solubilité chimique

La mesure de solubilité chimique permet de caractériser la faculté d'un matériau à résister à l'attaque chimique d'un milieu liquide censé simuler l'agressivité du buccal. Les tests consistent à mettre en contact l'échantillon de céramique pendant 16 heures avec une solution d'acide acétique à 4% dans l'eau. Le paramètre caractéristique retenu à l'issue du test est la perte de masse exprimée en $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. Il varie selon les céramiques de quelques dizaines de $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ à plus de 1000 (Tableau 13) [67].

Type	Dilatation thermique 10^{-6} C^{-1} (25 à 500°C)	Application	Résistance mécanique à la flexion (MPa)	Module de Young (GPa)	Solubilité chimique $\mu\text{g}/\text{cm}^2$	Température de cuisson
Verre ou vitrocéramique	9-10	Titane ou zircon	80-100	60-80	10-50	750-930
Verre ou vitrocéramique basse fusion	13-14	Précieux non précieux	100-135	60-80	10-50	650-670
Vitrocéramique à base de leucite	11,6-14,7	Précieux non précieux	60-110	60-80	10-50	710-850
Vitrocéramique haute dilatation	15-16	Haute teneur en or	90-110	60-80	10-50	710-850
Vitrocéramique à base de fluorapatite	9-10	Précieux non précieux	80-120	60-80	10-50	800-900
Disilicate de lithium	9-10,5	/	250-350	90-110	10-50	900-1000

Tableau 13 : Propriétés des vitrocéramiques dentaires [67].

➤ **La résistance mécanique en flexion**

Ce paramètre est depuis très longtemps pris comme référence dès que l'on veut définir les propriétés mécaniques d'un système céramo-céramique.

De façon générale, les vitrocéramiques sont caractérisées par une résistance en traction très faible, une très bonne résistance en compression et une résistance en flexion moyenne. On estime qu'en situation clinique la résistance en compression ainsi qu'en flexion peuvent être envisagées. Deux d'entre elles font l'objet d'un test normalisé pour les applications dentaires [67].

➤ **La température de cuisson**

La température de cuisson correspond à la température à laquelle le prothésiste dentaire cuit le matériau afin de le densifier pour éliminer toute porosité néfaste aux propriétés aux propriétés mécaniques ou esthétiques de la reconstruction. Cette température varie très significativement selon la composition de la céramique. Elle varie de 650°C (vitrocéramique / basse fusion) à 1400°C pour une zircone frittée industriellement.

Si l'on étudie de contraction et la densification de la matière lors de la cuisson de la céramique on peut distinguer plusieurs phases (**figure 6**).

De la température ambiante à la température de transition vitreuse, le retrait s'effectue de manière quasi linéaire en fonction de l'élévation de température. La pente de cette partie de la courbe correspond alors au **coefficient de dilatation thermique de la céramique**. Le CDT de la céramique doit alors être choisi de sorte à être adapté à celui de l'infrastructure (céramique ou métal) supportant le matériau cosmétique.

Au-delà de la température de vitreuse T_g on assiste à une brusque contraction de la matière jusqu'à la température de ramollissement T_f . Après la température de ramollissement le matériau voit sa viscosité fortement diminuer jusqu'à devenir liquide si l'on continue d'augmenter la température [67].

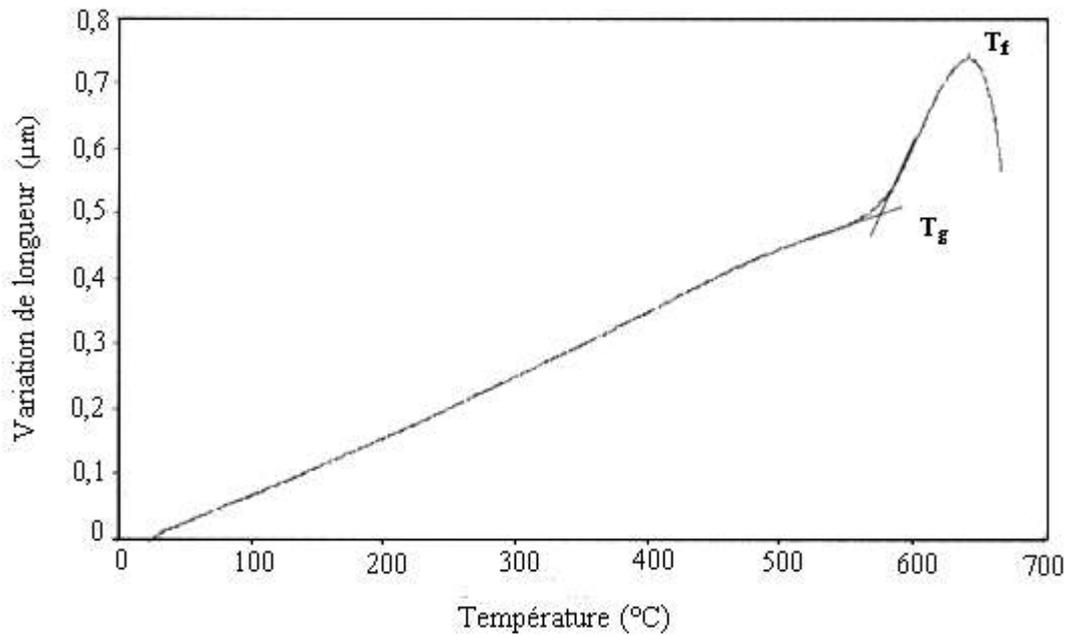


Figure 6 : Courbe type de dilatation thermique d'une vitrocéramique dentaire.

➤ **L'opacité :** est un facteur déterminant. Elle correspond au rapport de l'intensité lumineuse réfléchie sur l'intensité lumineuse réfléchie et transmise.

Elle est facilement modulable pour une vitrocéramique et peut facilement varier de 40 à 100% en fonction du taux opacifiant et de la cristallisation (figure 7) [67].

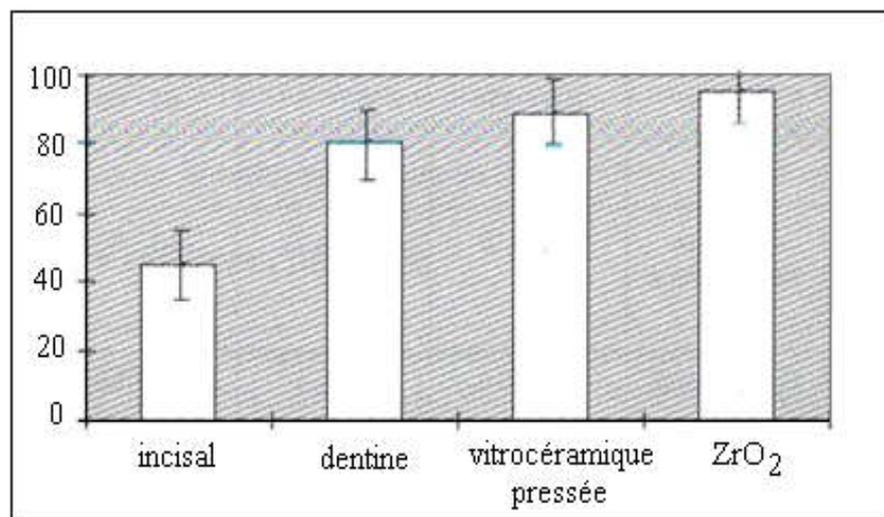


Figure 7 : Opacité de différents matériaux vitrocéramique dentaire.

III-4-2. Propriétés des vitrocéramiques dentaires de système IPS Empress 2

➤ **Le matériau pour armature : une vitrocéramique IPS Empress 2 à base di-silicate de lithium:**

La nouvelle version de la céramique pressée est une vitrocéramique à base de di-silicate de lithium, qui grâce à sa résistance élevée, permet la réalisation de bridges antérieurs et postérieurs. Cette vitrocéramique contient un réseau très dense de cristaux de di-silicate de lithium dont la part est supérieure à 60%. Comparée à la vitrocéramique à base de leucite, la résistance à la flexion et à la fracture est nettement plus élevée. Il faut noter aussi comme autre avantage la résistance chimique élevée de ce nouveau matériau [68].

➤ **Matériau de stratification : la vitrocéramique IPS Empress 2 à base de cristaux d'apatite :**

L'objectif était de créer une vitrocéramique à base de cristaux d'apatite aux propriétés optiques optimisées. L'apatite est également un composant de la dent naturelle et favorise la mise au point de la translucidité, de la luminosité et de la dispersion de la lumière. Grâce aux masses dentine, incisale, impulsive et transparente IPS Empress 2, on peut réaliser des restaurations qui s'intègrent aisément dans l'environnement naturel [68].

➤ **Propriétés physiques de système IPS Empress 2**

CDT (100-400°C) [$10^{-6}/K$]	10,2
CDT (100-500°C) [$10^{-6}/K$]	10,5
Résistance à la flexion (3 points) N/mm ²	350 ± 50
Dureté Vickers [MPa]	5800
Résistance chimique [$\mu g/cm^2$]	< 100
Température de pressée EP 600 [°C]	920

Tableau 14 : Propriétés physiques de système IPS Empress 2 [68].

Chapitre IV

Matériaux et méthodes expérimentales

IV-1. Matériaux utilisés

- Un lingotin en vitrocéramique à base de di-silicate de lithium, système IPS Empress 2.
- Une poudre de vitrocéramique mélangée à un liquide de modelage, pressée sous 1 tonne dans un moule spécial pour avoir des échantillons de fluoroapatite sous forme de pastilles qui seront ensuite frittées.
- Ces pastilles sont polies avec différents papiers abrasifs (120, 180, 220, 320, 500, 800) et finition (1000, 1200).

L'analyse de la composition chimique des éléments de système IPS Empress 2 a été effectuée par la fluorescence de type Philips Analytical X-Ray B.V., Lelyweg1, 7602 EA Almelo.

- La composition de lingotin de vitrocéramique IPS Empress 2 avant pressée et après pressée à base de di-silicate de lithium, et IPS Empress 2 à base fluoroapatite est la suivante :

Composition	Empress 2 Avant pressée	Empress 2 après pressée	fluoroapatite
Na ₂ O	/	/	8,390
Al ₂ O ₃	1,54	1,442	11,447
SiO ₂	80,195	82,662	63,094
P ₂ O ₅	5,617	5,199	1,324
K ₂ O	7,275	7,827	9,199
CaO	/	/	3,096
ZnO	2,166	1,969	0,668
Y ₂ O ₃	/	/	0,089
ZrO ₂	0,960	0,289	1,401
BaO	/	/	1,291
La ₂ O ₃	0,960	/	/
CeO ₂	1,736	0,613	/

IV-2. Techniques expérimentales utilisées

III-2-1. Analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)

L'analyse calorimétrique différentielle (**DSC**) permet d'étudier les transitions physiques et chimiques mettant en jeu des effets thermiques dans un matériau. On assure une montée linéaire de la température de l'échantillon et de la référence, puis on ajuste la puissance de chauffe de l'échantillon à chaque instant, de sorte que la température de l'échantillon soit la même que celle de la référence, en compensant les effets exothermiques ou endothermiques. La compensation de la puissance calorifique est mesurée en fonction de la température $dQ/dT = f(T)$. La DSC est une méthode d'analyse en balayage de température, en chauffage comme au refroidissement. Elle peut être utilisée pour effectuer des mesures d'isothermes pour étudier les cinétiques des transitions. La mesure de dQ/dT en fonction du temps nous permet d'étudier l'énergie d'activation des transitions.

Pendant une réaction enregistrée par **DSC** on distingue deux genres de pics :

- Un pic exothermique (formation d'une phase) au-dessus de la ligne de base.
- Un pic endothermique (dissolution d'une phase) en-dessous de la ligne de base.

Le logiciel associé à l'appareillage nous fournit la température de chaque pic et le résultat du calcul de l'aire formée par le pic avec la ligne de base du thermogramme :

$$\Delta Cp = f(T), \text{ soit } \Delta H = \int Cp.dT.$$

Dans notre étude on s'est servi d'un analyseur **Type SETSYS. EVO. 1500. SETARAM** équipé d'un processeur, d'une cellule de mesure et d'un traceur **Fig. 8**. Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage de la température ambiante (20-25°C) jusqu'à la température 800°C pour le système IPS Empress 2 à base disilicate de lithium et fluoroapatite, suivi d'un maintien pendant (3 minute), puis un refroidissement jusqu'à la température ambiante. On a utilisé différentes vitesses de chauffage : 5°C/min, 10°C/min et 15°C/min.



Fig 8: DSC Type SETSYS. evo. 1500.

III-2-2. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a été utilisée dans le but d'accéder à des informations, qualitatives et quantitatives sur les différentes phases étudiées. La structure cristalline ainsi que l'évaluation des paramètres de mailles des phases sont autant d'informations facilement accessibles par cette méthode. Si l'on considère un ensemble de plans réticulaires {hkl} équidistants de d (distance interréticulaire), il y a diffraction lorsque la loi de Bragg est respectée c'est à dire:

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda$$

Cette équation comporte deux paramètres expérimentaux qui sont θ (l'angle d'incidence du faisceau X par rapport à la famille de plan (hkl)) et λ (longueur d'onde de la radiation utilisée). Pour réaliser les conditions de diffraction sur une famille de plans {hkl}, la longueur d'onde incidente a été fixée et la variable prise en compte est donc l'angle θ .

La diffraction des rayons X (DRX) est la technique essentielle utilisée dans l'étude de la céramique dentaire.

Dans le cadre de ce travail nous avons utilisé un diffractomètre à poudre automatisé **Siemens D8 Advance (Fig. 9)**, pour déterminer la structure cristalline à partir des spectres de diffraction enregistrés avec une anticathode de cuivre ($I = 20 \text{ mA}$ et $V = 35 \text{ KV}$). Le balayage a été fait pas par pas, entre 10 et 120° .

La source de rayon X est constituée d'un tube céramique scellé à anticathode de cuivre ($\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$) couplé à un monochromateur arrière en graphite afin de filtrer le raie K_{β} du cuivre et éventuellement la fluorescence de l'échantillon. Le montage utilisé permet d'obtenir des spectres par réflexion. Les fentes avant et arrière ont été fixées à 2 mm.

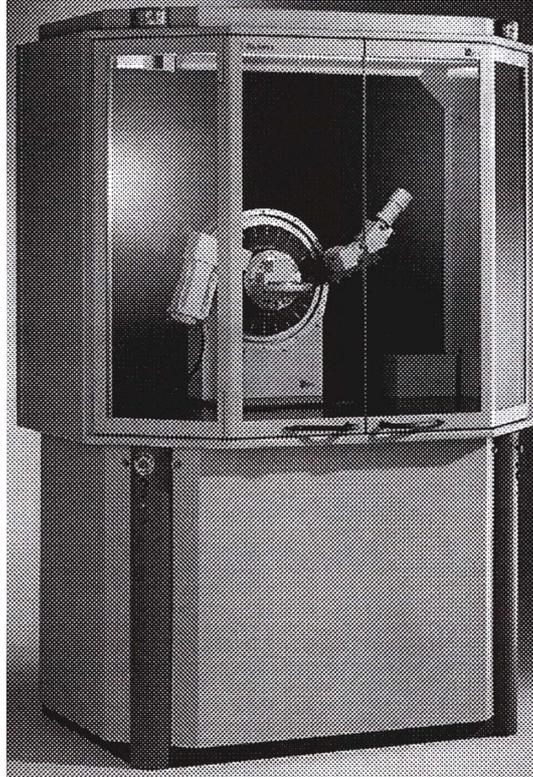


Fig. 9 : Le diffractomètre utilisé de type Siemens D8 Advance

IV-2-3. Microdureté Vickers

Les essais de Microduretés Vickers consistent à étudier les longueurs des diagonales de l'empreinte laissée à la surface de l'échantillon après application d'une charge constante d'un pénétrateur en forme de pyramide droite à base carrée en diamant (**Fig. 10**). Le temps de mise en charge est de 15 secondes, tout comme le temps de maintien de la charge. L'empreinte est d'autant plus grande que le matériau est mou.

La dureté Vickers est donnée par la formule :

$$Hv = \frac{F}{S} \quad / \quad S = \frac{1}{2} \cdot \frac{d^2}{\sin^2 \frac{136^\circ}{2}} \quad \text{Donc : } Hv = 1,8544 \frac{F}{d^2}$$

avec F : charge d'essai en kilogramme force à $\pm 1\%$, S : la surface indentée en mm^2 .

$$d = (d_1 + d_2) / 2 \text{ (en mm).}$$

Lors de chaque essai, avec une charge faible on a réalisé une moyenne de 10 mesures.

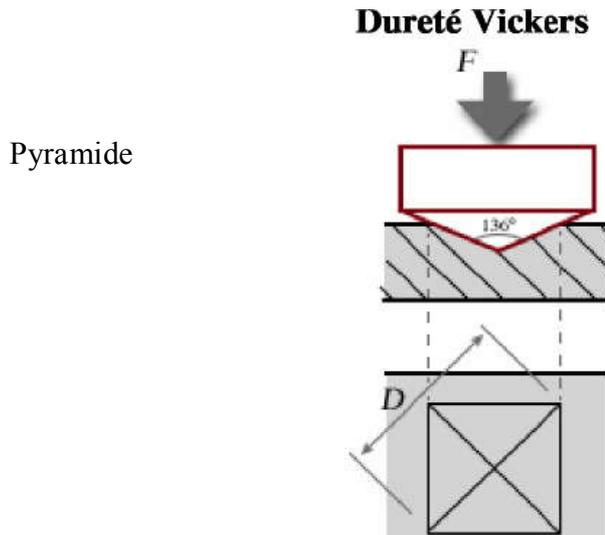


Fig. 10. Essai de dureté Vickers.

Le pénétrateur de type Vickers est utilisé pour les essais de dureté et les essais de microdureté. Les essais de dureté correspondent à des charges comprises entre 5 et 100 kilogrammes force et les essais de microdureté correspondent à des charges inférieures à 1000 g et relatent la dureté sur des domaines microscopiques.

Nous avons utilisé plusieurs charges (100, 200, 300, 400, 500, 700, 1000) grammes force.

L'appareil utilisé de marque **ZWICK (Fig. 11)** est équipé d'un microscope optique pour permettre de positionner l'empreinte sur la face désirée ; il est connecté à un ordinateur permettant l'acquisition automatique des valeurs de microdureté H_V .



Fig. 11. Le microduromètre utilisé de Type ZWICK.

IV-2-4. Les essais de mesure de l'indice de réfraction :

Deux méthodes expérimentales permettent de faire cette mesure de l'indice de réfraction.

➤ **Mesure optique :**

L'aide d'un Ellipsomètre, on peut accéder facilement ou directement à l'indice de réfraction **n**.

➤ **Mesure électrique :**

Cette dernière consiste en la mesure de la capacité du matériau C, la capacité peut renseigner sur l'indice de réfraction d'après la relation suivant :

$$C = \varepsilon_r \varepsilon_0 \frac{S}{d}$$
$$\varepsilon_r = n^2 \quad / \quad S = \pi r^2$$

ε_0 : Permittivité de l'air.

S : Surface du matériau.

d : Son épaisseur d'échantillon.

ε_r : Permittivité relative du matériau.

r : rayon de cycle plot d'argent

La mesure de la capacité se fait grâce d'un **électromètre Keithley 590 CV analyzer**.

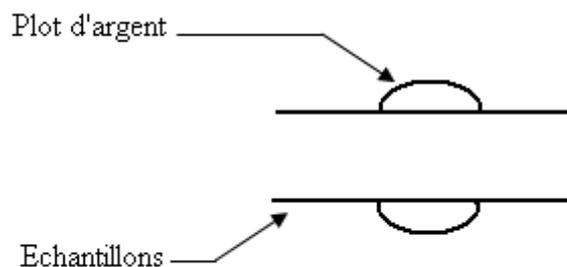


Fig. 12 : Mesure de l'indice de réfraction

Chapitre V

Résultats expérimentaux et interprétations

V-1. Résultats de l'analyse calorimétrique différentielle à balayage (DSC)

Sur les courbes de DSC au chauffage, les changements de phases se traduisent par absorption ou dégagement de chaleur, ce qui se manifeste par un pic exothermique (endothermique) au cours de la réaction.

Le cycle thermique appliqué consiste en un chauffage de la température ambiante jusqu'à la 800°C, suivi d'un maintien à cette température pendant 3min et d'un refroidissement jusqu'à la température ambiante avec différentes vitesses (de chauffage et de refroidissement) : $V = 5, 10$ et 15 °C/min.

Les évolutions structurales des matériaux étudiés par analyse calorimétrique différentielle (DSC) montrent que la formation des particules des phases cristallines se manifeste par l'apparition d'un pic exothermique.

Le segment de chauffage DSC enregistré au cours du chauffage de 25 à 800 °C avec une vitesse de 5 °C/min de l'échantillon à base de disilicate de lithium avant pressée (Fig. 13) présente un pic exothermique dans l'intervalle de température [400-800°C] avec un maximum situé vers 647°C. Ce pic est lié essentiellement certainement à la formation des particules des phases cristallines de disilicate de lithium.

Les thermogrammes obtenus lors des essais en DSC des autres échantillons du même système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée, pour les vitesses de chauffage ($V = 10$ et 15 °C/min) (Figs. 14 et 15), présentent le même effet et ont la même allure. On remarque aussi que l'augmentation de la vitesse de chauffage conduit au décalage du pic exothermique vers les hautes températures.

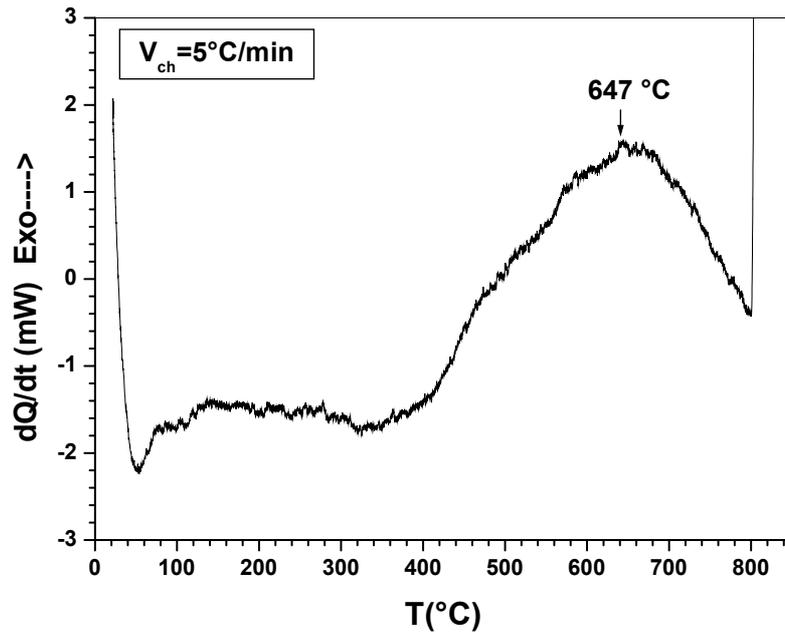


Fig. 13 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée avec la vitesse 5 °C/min.

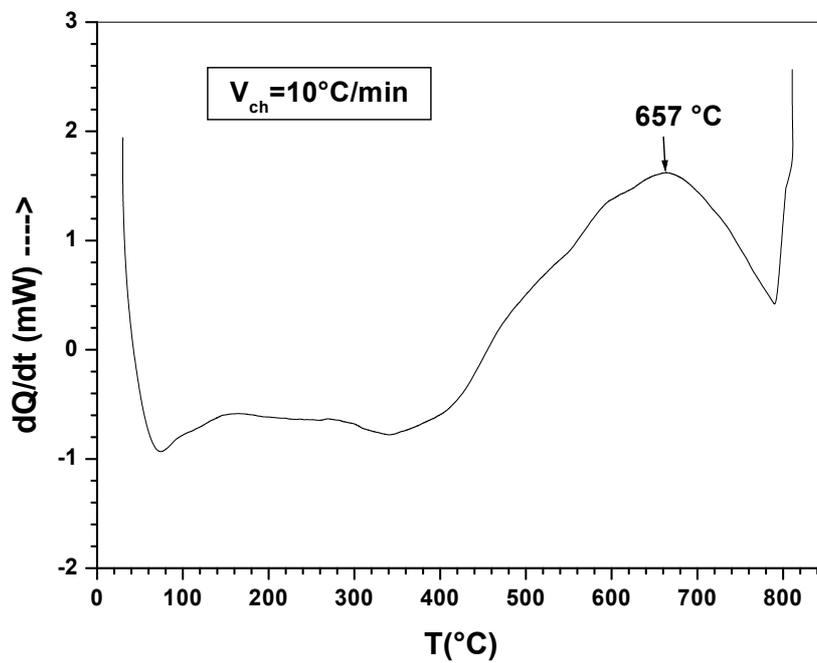


Fig. 14 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée avec la vitesse 10 °C/min.

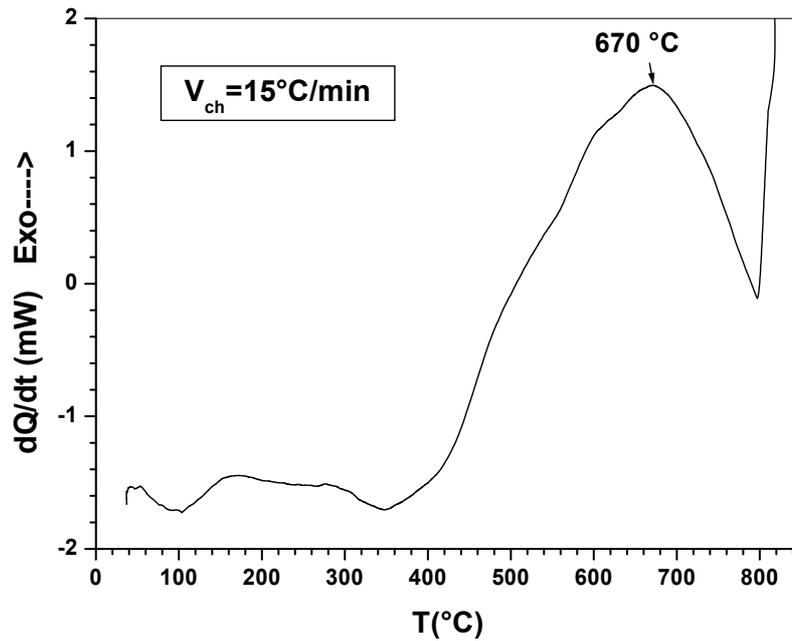


Fig. 15 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée avec la vitesse $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

La courbe DSC obtenue au cours du chauffage avec une vitesse de $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée, est présentée dans la figure 16. Un examen détaillé permet de constater l'existence toujours d'un seul pic exothermique mais qui est décalé vers les hautes températures.

Les thermogrammes obtenus lors des essais en DSC des autres échantillons du même système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée, pour les vitesses de chauffage ($V = 10$ et $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$) (Figs. 17 et 18), présentent le même effet et ont la même allure. On remarque aussi que l'augmentation de la vitesse de chauffage conduit au décalage du pic exothermique vers les hautes températures.

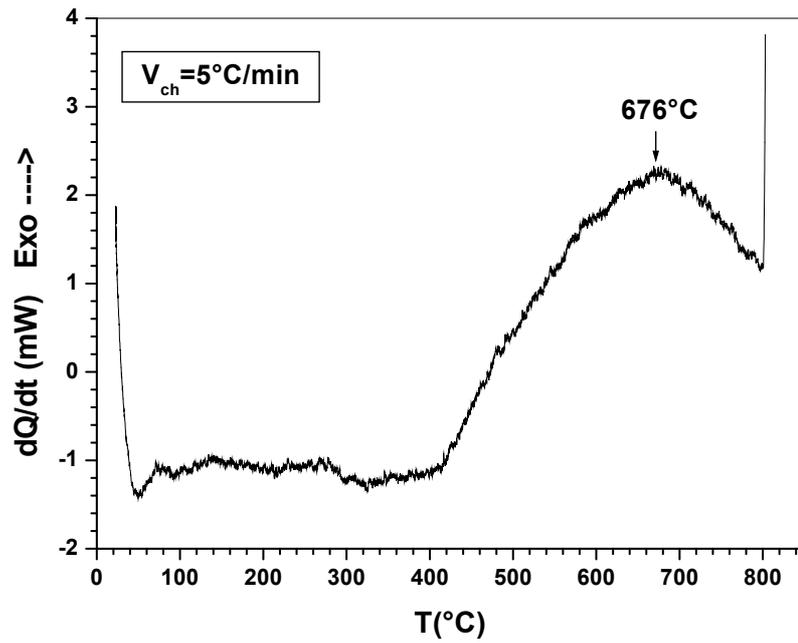


Fig. 16 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée avec la vitesse 5 °C/min.

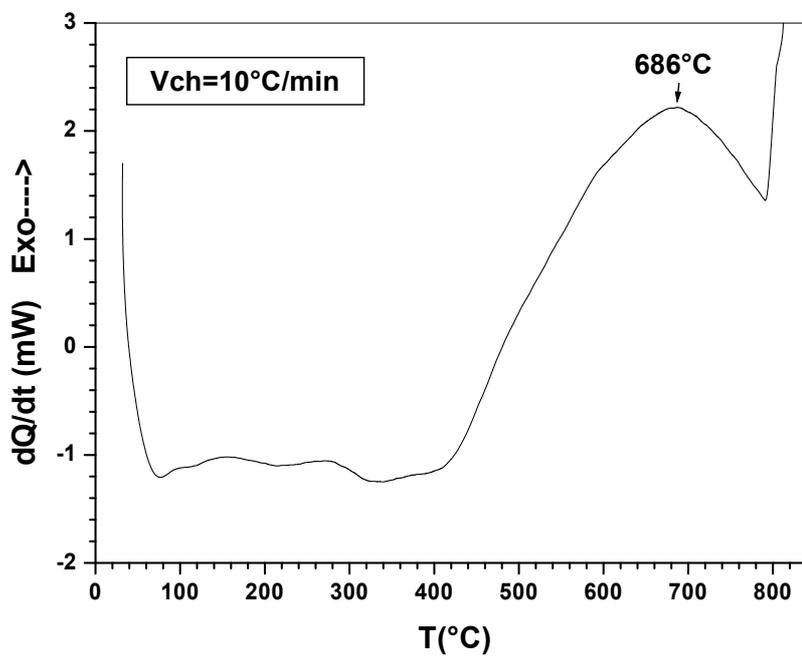


Fig. 17 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée avec la vitesse 10 °C/min.

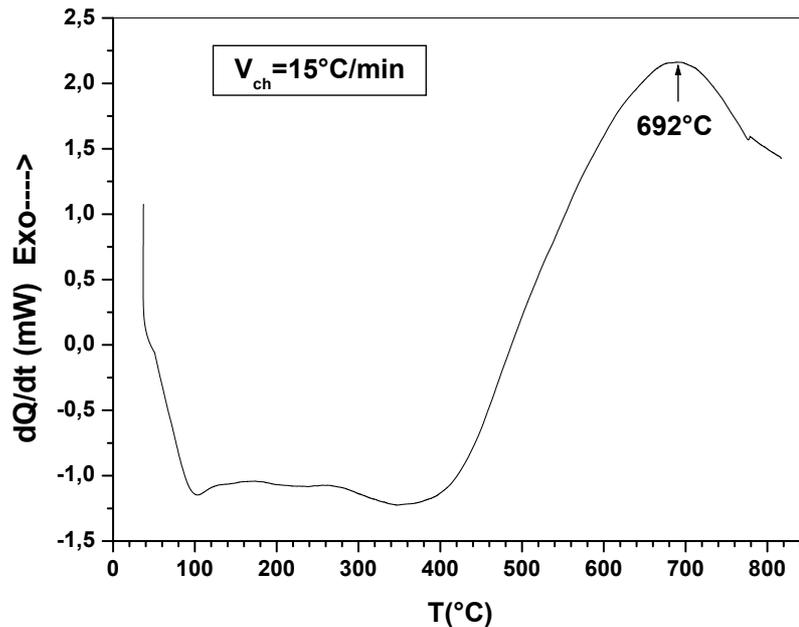


Fig. 18 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée avec la vitesse 15 °C/min.

Pour les échantillons de disilicate de lithium avant pressée, le pic exothermique est attribué à [69]:

- 500-560 : la formation des nanophases Li_3PO_4 et à la germination des cristaux des phases Li_2SiO_3 et $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$;
- 530-590 : la croissance des cristaux Li_2SiO_3 et l'agglomération sans la croissance des cristaux $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$;
- 590-780 : la croissance rapide des cristaux Li_2SiO_3 sans la croissance des cristaux $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$;
- 780-820 : la décomposition des cristaux Li_2SiO_3 la croissance rapide des cristaux $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$;

La pressée de la disilicate de lithium consiste à la chauffer sous pression de 5 bar jusqu'à une température comprise entre 700°C et 900°C puis la maintenir à cette température pendant quelques minutes. Ce traitement mène à la décomposition des cristaux Li_2SiO_3 et donc le pic exothermique de la disilicate de lithium après pressée sera décalé vers les hautes températures.

Le segment de chauffage DSC enregistré au cours du chauffage de 25 à 800 °C avec une vitesse de 5 °C/min d'un échantillon de fluoroapatite (Fig. 19) présente un pic exothermique dans l'intervalle de température [400-800°C] avec un maximum situé vers 666°C. Ce pic est lié essentiellement certainement à la formation des particules des phases cristallines $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ [70].

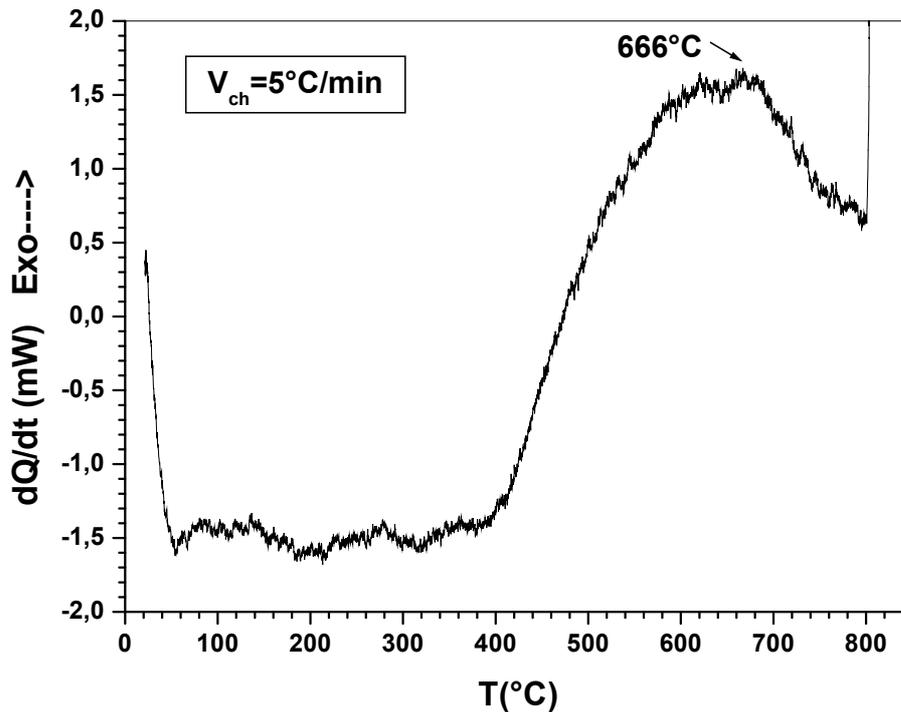


Fig. 19 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite avec la vitesse 5 °C/min.

Les thermogrammes obtenus lors des essais en DSC des autres échantillons du même système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite, pour les vitesses de chauffage ($V = 10$ et 15 °C/min) (Figs. 20 et 21), présentent le même effet et ont la même allure. On remarque aussi que l'augmentation de la vitesse de chauffage conduit au décalage du pic exothermique vers les hautes températures.

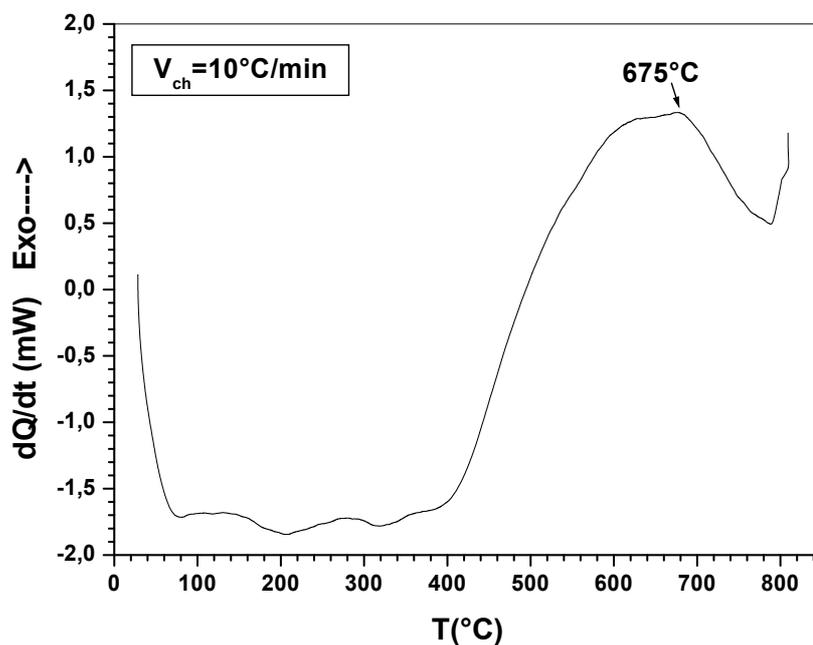


Fig. 20 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite avec la vitesse 10 $^{\circ}C/min$.

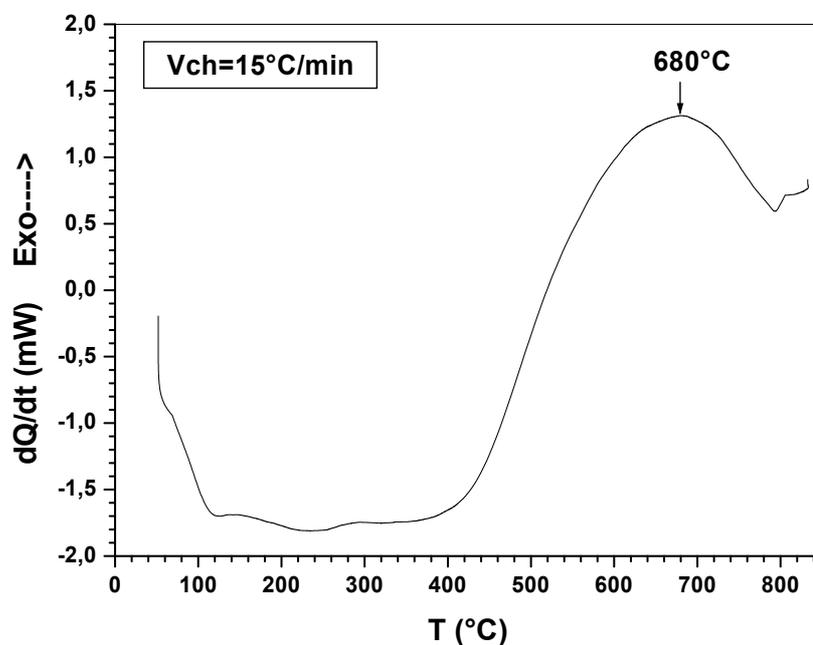


Fig. 21 : Courbe DSC du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite avec la vitesse 15 $^{\circ}C/min$.

V- 2. Paramètres cinétiques : Détermination de l'énergie d'activation

La détermination des paramètres cinétiques et principalement de l'énergie d'activation, s'appuie sur différentes méthodes. Parmi ces modèles, citons ceux de Starink, de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) et de Boswell qui donnent l'énergie d'activation d'un système à partir de l'évolution de la température du maximum des pics (T_p) en fonction de la vitesse β à l'aide des relations suivantes :

- $$\ln \frac{\beta}{T_p^{1.92}} = -1.0008 \frac{E_a}{RT_p} + C_1$$
 (équation de Starink)
- $$\ln \frac{\beta}{T_p^2} = -\frac{E_a}{RT_p} + C_2$$
 (équation de Kissinger-Akahira-Sunose)
- $$\ln \frac{\beta}{T_p} = -\frac{E_a}{RT_p} + C_3$$
 (équation de Boswell)

L'énergie d'activation E_a est obtenue à partir de la pente de la droite Y en fonction de $(1000 / T_p)$ où C_1 , C_2 et C_3 sont toujours des constantes. La droite a été tracée à l'aide du logiciel Origin (Figs. 22-30). Ces méthodes ont donné presque les mêmes valeurs dont la moyenne est prise pour analyser les résultats.

Le calcul de l'énergie d'activation du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée est présenté dans le tableau 15 :

	$\ln \frac{\beta}{T_p^{1.92}} = -1.0008 \frac{E_a}{RT_p} + C_1$ (Starink)	$\ln \frac{\beta}{T_p^2} = -\frac{E_a}{RT_p} + C_2$ (KAS)	$\ln \frac{\beta}{T_p} = -\frac{E_a}{RT_p} + C_3$ (Boswell)
Energie d'activation (kJ/mol)	317 \pm 73	316 \pm 73	324 \pm 73

Tableau 15 : Energie d'activation du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée estimée par les trois méthodes (Figs. 22-24).

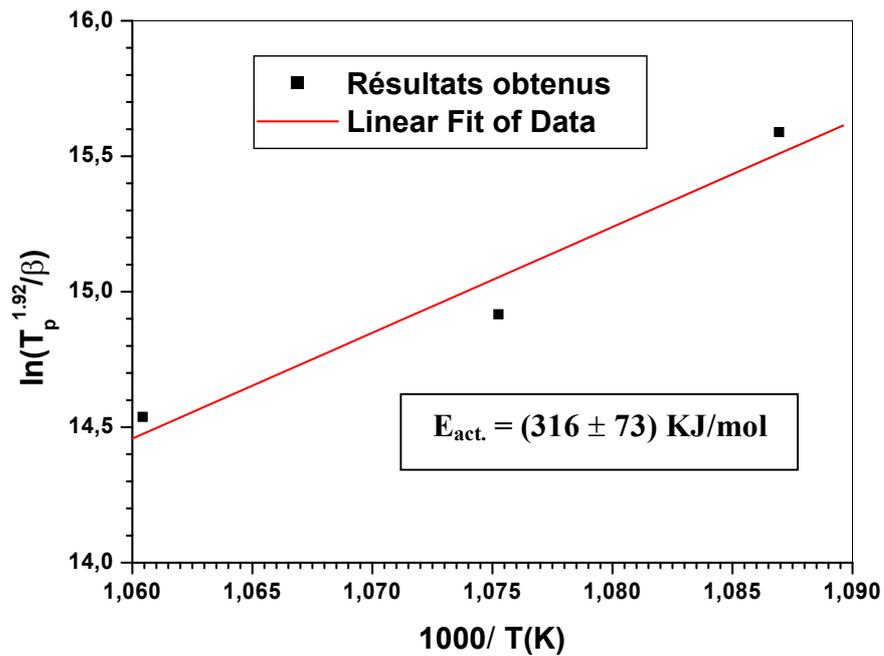


Fig. 22 : Droite selon l'équation de Starink d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée

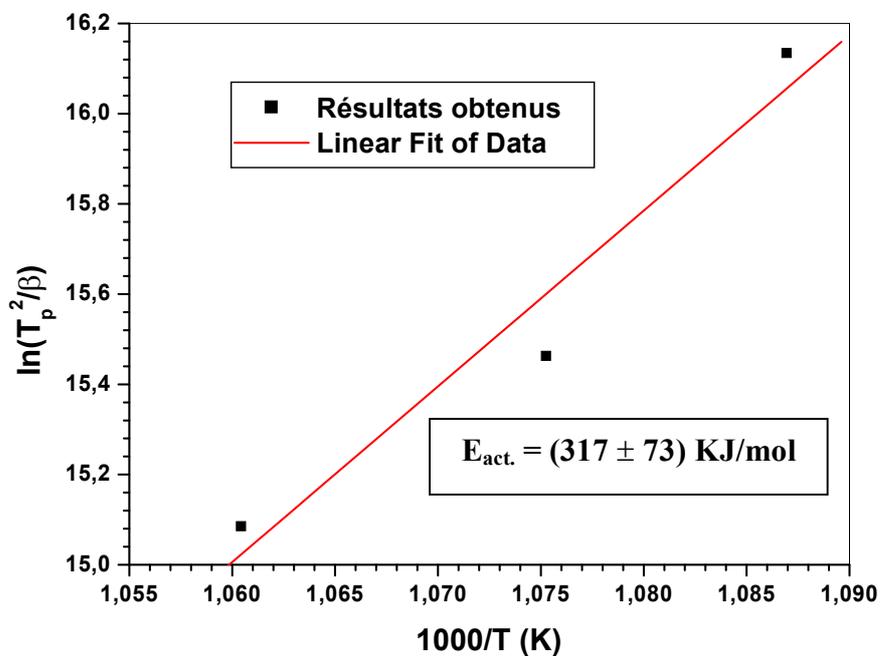


Fig. 23 : Droite selon l'équation de Kissinger-Akahira-Sunose d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée

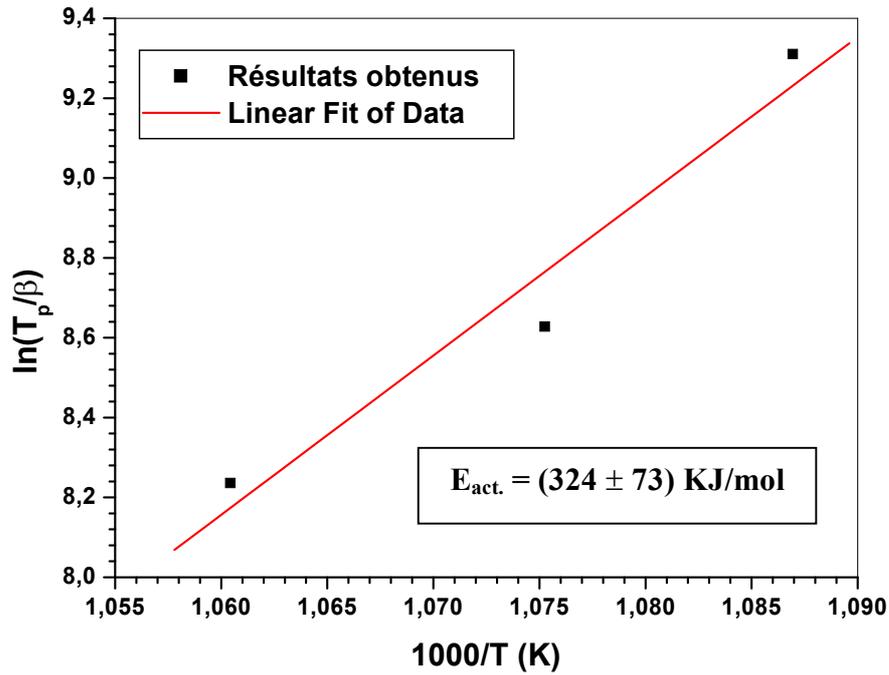


Fig. 24 : Droite selon l'équation de Boswell d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée

Le calcul de l'énergie d'activation du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée est présenté dans le tableau 16 :

	$\ln \frac{\beta}{T_p^{1.92}} = -1.0008 \frac{E_a}{RT_p} + C_1$ <p style="text-align: center;">(Starink)</p>	$\ln \frac{\beta}{T_p^2} = - \frac{E_a}{RT_p} + C_2$ <p style="text-align: center;">(KAS)</p>	$\ln \frac{\beta}{T_p} = - \frac{E_a}{RT_p} + C_3$ <p style="text-align: center;">(Boswell)</p>
Energie d'activation (kJ/mol)	533 ± 59	532 ± 59	540 ± 59

Tableau 16 : Energie d'activation du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée estimée par les trois méthodes (Figs. 25-27).

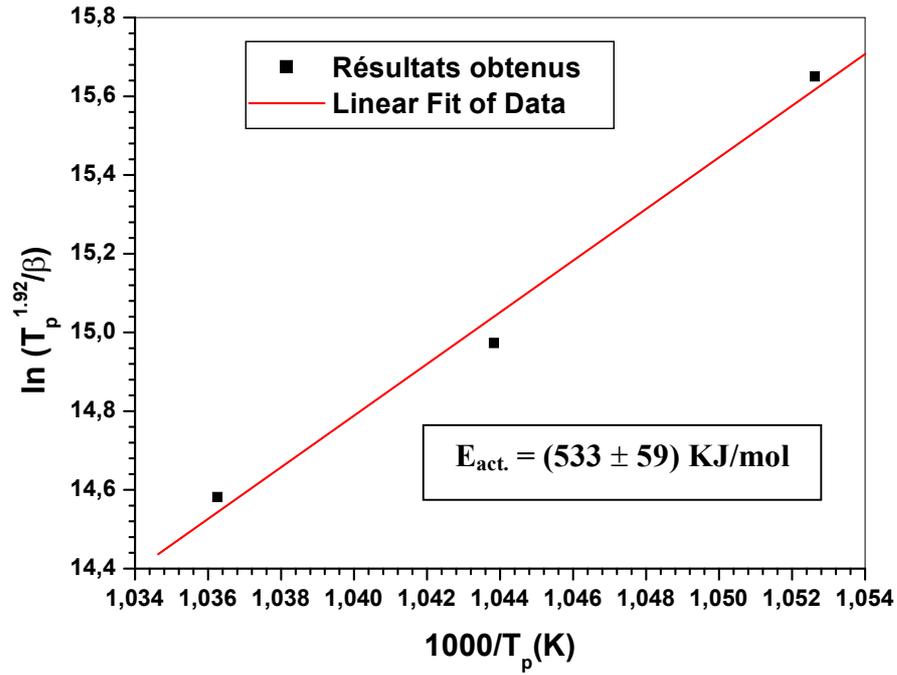


Fig. 25 : Droite selon l'équation de Starink d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée

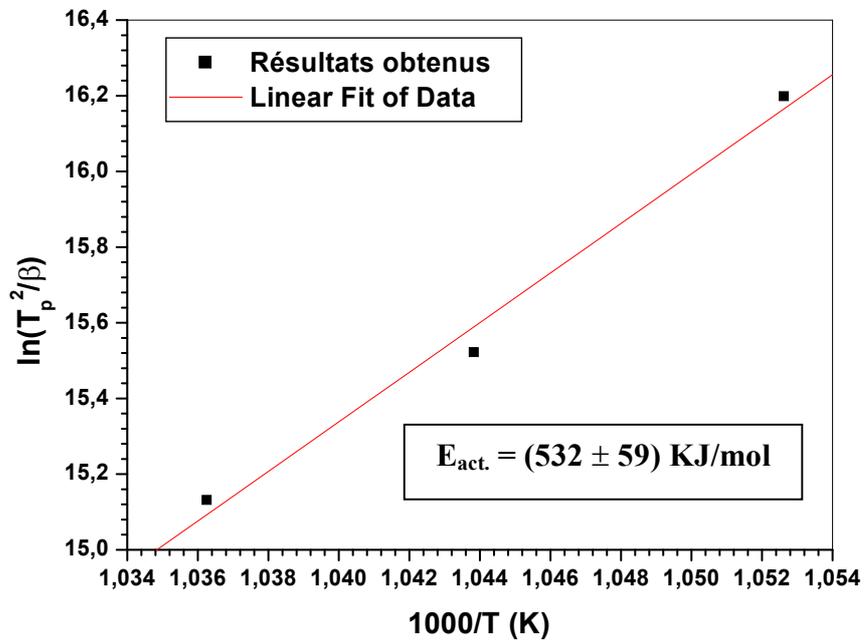


Fig. 26 : Droite selon l'équation de Kissinger-Akahira-Sunose d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée

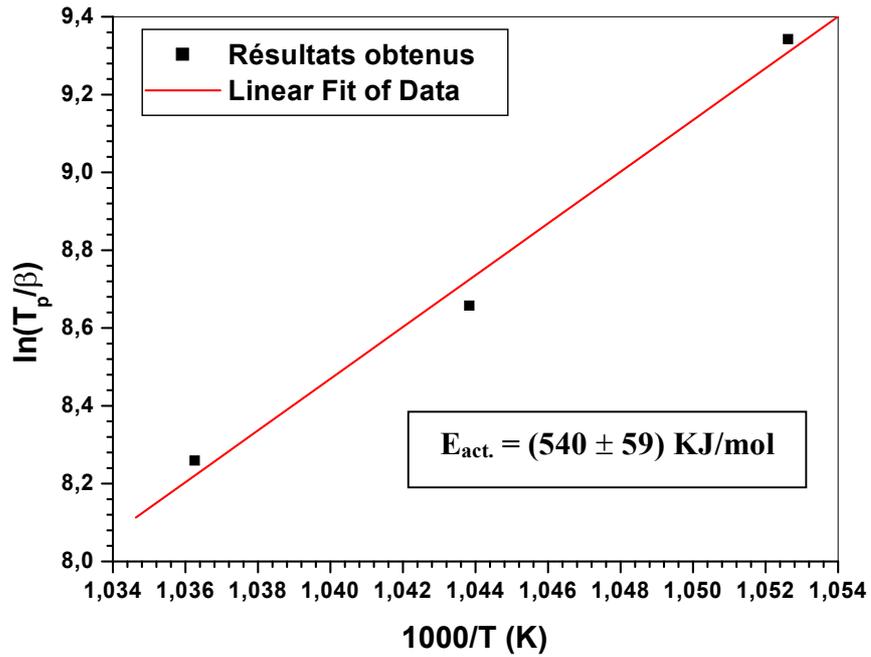


Fig. 27 : Droite selon l'équation de Boswell d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée

Le calcul de l'énergie d'activation du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite est présenté dans le tableau 17 :

	$\ln \frac{\beta}{T_p^{1.92}} = -1.0008 \frac{E_a}{RT_p} + C_1$ (Starink)	$\ln \frac{\beta}{T_p^2} = -\frac{E_a}{RT_p} + C_2$ (KAS)	$\ln \frac{\beta}{T_p} = -\frac{E_a}{RT_p} + C_3$ (Boswell)
Energie d'activation (kJ/mol)	544 ± 10	554 ± 10	561 ± 10

Tableau 17 : Energie d'activation du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite estimée par les trois méthodes (Figs. 28-30).

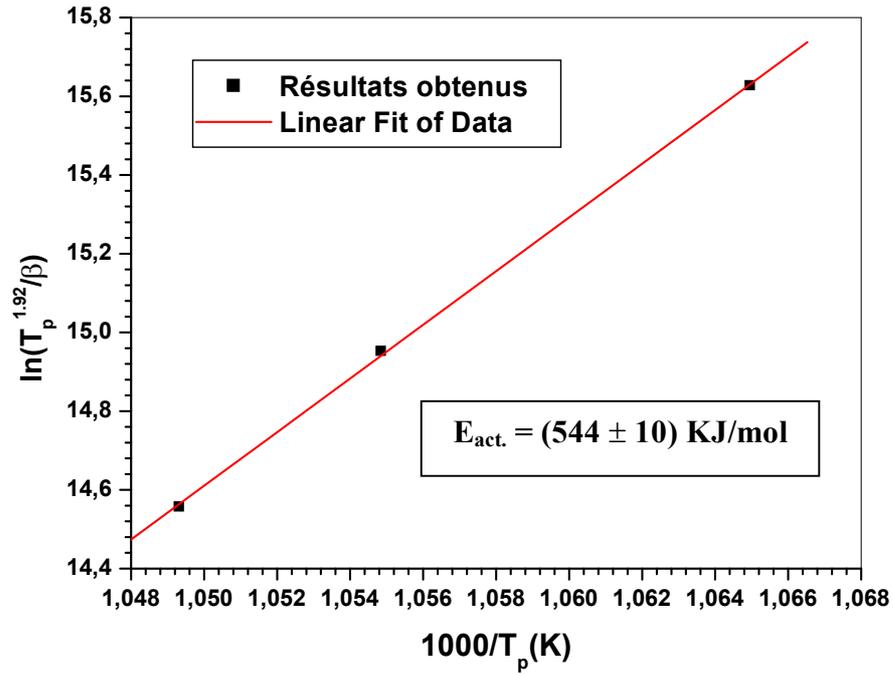


Fig. 28 : Droite selon l'équation de Starink d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite

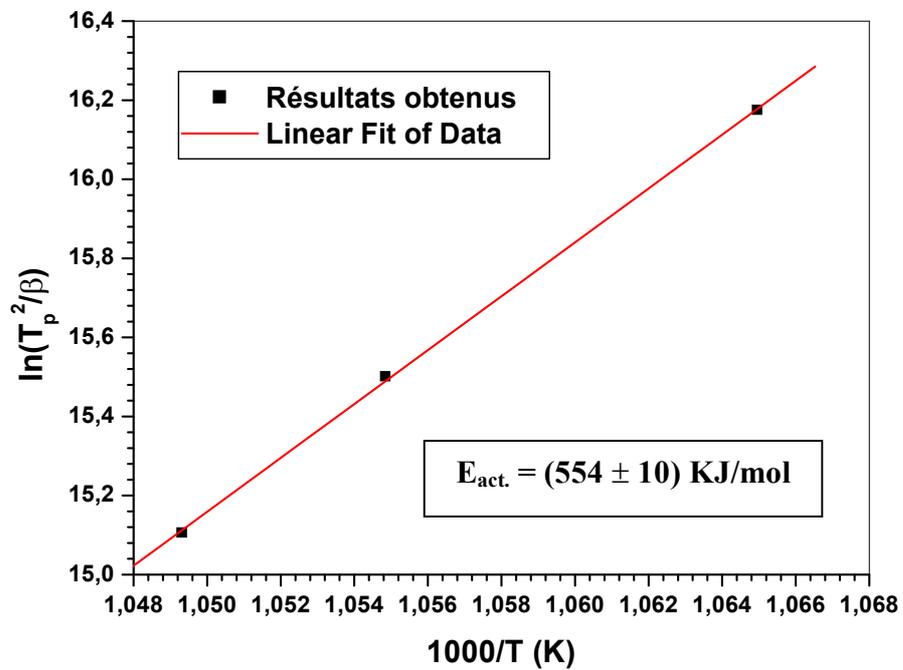


Fig. 29 : Droite selon l'équation de Kissinger-Akahira-Sunose d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite

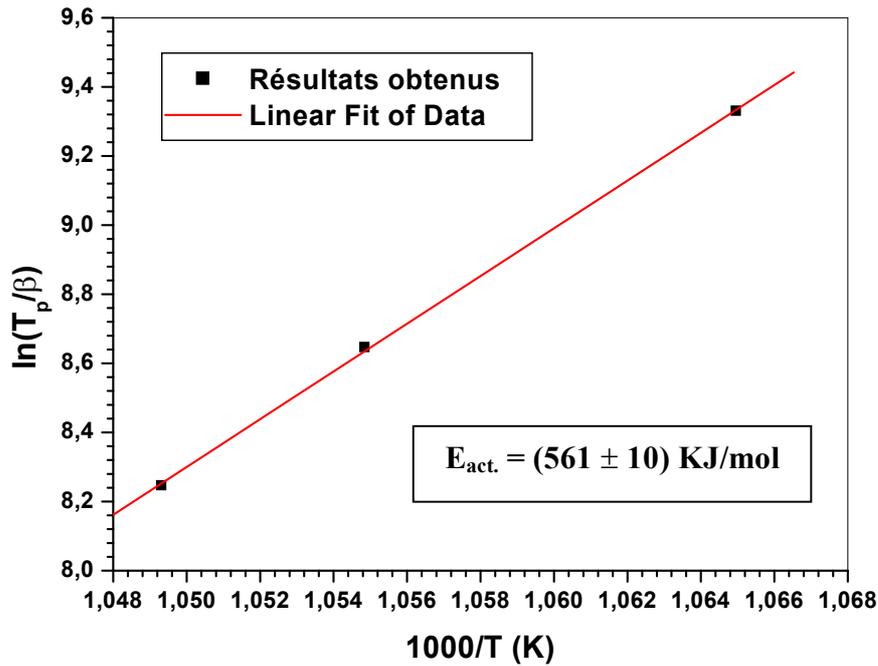


Fig. 30 : Droite selon l'équation de Boswell d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite

Les énergies d'activation des phases présentes dans les trois matériaux du système IPS Empress 2 sont présentées dans le tableau 18. On constate que les énergies d'activation de la de disilicate de lithium après pressée et la fluoroapatite sont proches, ce qui explique bien l'utilisation ensemble de ces deux matériaux : la liaison entre les deux matériaux (l'armature à base de disilicate de lithium et super structure à base de fluoro apatite) ne consiste pas en un simple collage, mais en une interpénétration des deux réseaux qui assurent ainsi une cohésion irréversible.

	La valeur moyenne de l'énergie d'activation (kJ / mol)
IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée	319 ± 73
IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée	535 ± 59
IPS Empress 2 à base de fluoroapatite	553 ± 10

Tableau 18 : Valeurs moyennes de l'énergie d'activation pour les trois matériaux du système IPS Empress 2

V- 3. Résultats de la diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) de l'échantillon de système IPS Empress 2 avant pressée la figure 31. Le dépouillement du spectre enregistré, monte que la phase principale cristalline présente est celle du disilicate de lithium $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ dont les paramètres du réseau cristallin sont : $a= 5,822 \text{ \AA}$, $b= 14,60 \text{ \AA}$, $c= 4,775 \text{ \AA}$. Cependant, on note la présence d'une phase secondaire d'orthophosphate de lithium Li_3PO_4 . Ce résultat est en bon accord avec les travaux de M.J. Cattell et al.[71].

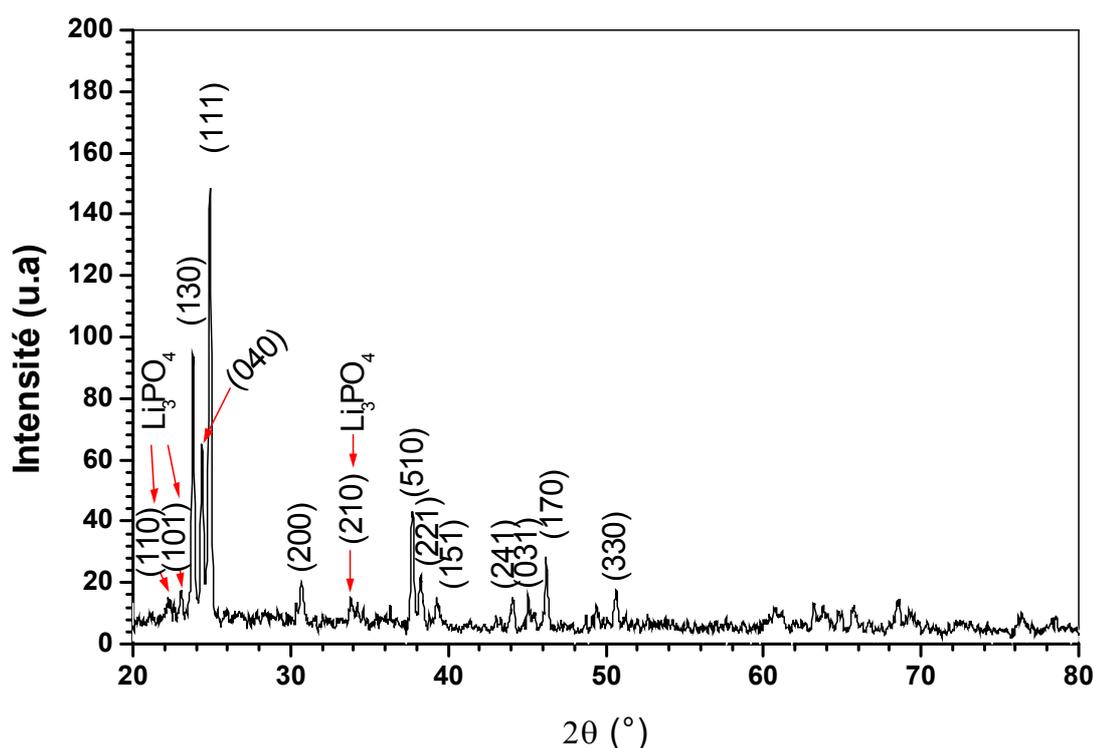


Fig. 31 : Spectre de diffraction des RX de l'échantillon de disilicate de lithium avant pressée.

Le spectre de diffraction des RX de l'échantillon IPS Empress 2 de disilicate de lithium après pressée (figure 32), montre aussi bien que la phase principale qui cristallise dans cet échantillon est disilicate de lithium $\text{Li}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ et que la phase secondaire est orthophosphate de lithium Li_3PO_4 .

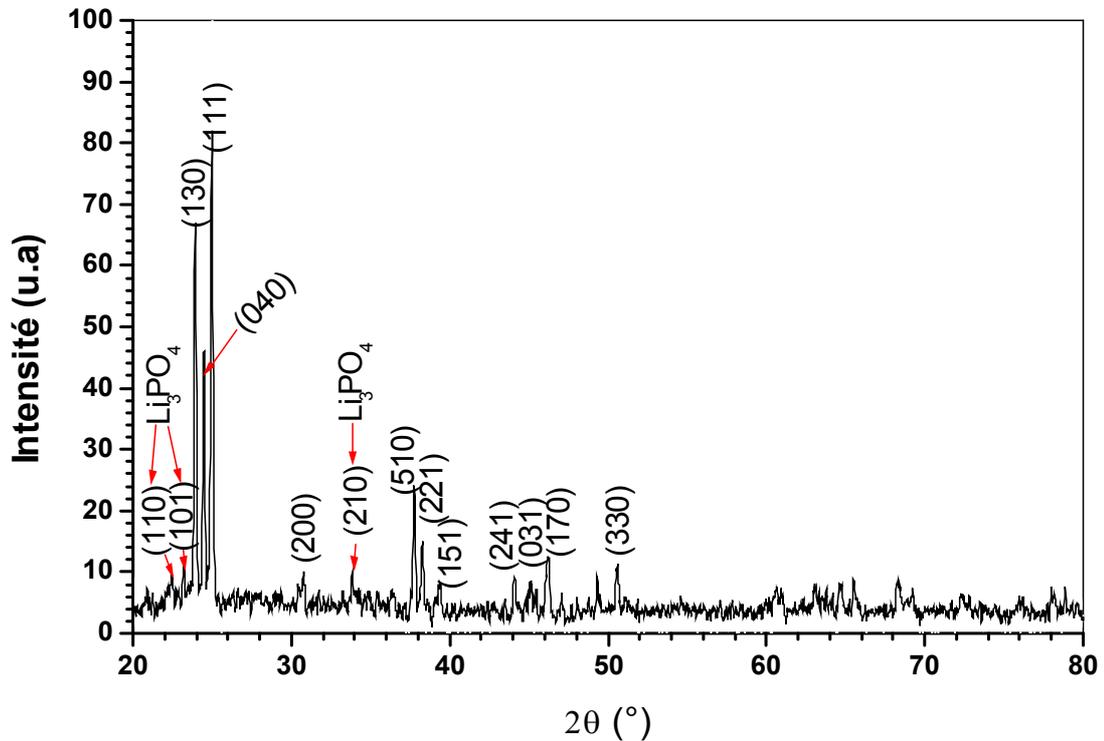


Fig. 32 : Spectre de diffraction des RX de l'échantillon de disilicate de lithium après pressée.

On constate qu'après le traitement thermique de frittage de l'échantillon IPS Empress 2 après pressée, l'intensité relative des pics se trouve diminuer par rapport à celle des pics de l'échantillon avant pressée. Ce résultat peut être expliqué par la croissance des particules de la phase dominante lors de la pressée de la céramique.

Le spectre de diffraction des RX de l'échantillon IPS Empress 2 à base de fluoroapatite (figure 33), montre bien une structure amorphe. Cependant, on note comme même la présence d'un petit pic d'une phase qui n'est pas encore déterminée. Ce résultat est en bon accord avec les travaux de W. Höland et al.[70].

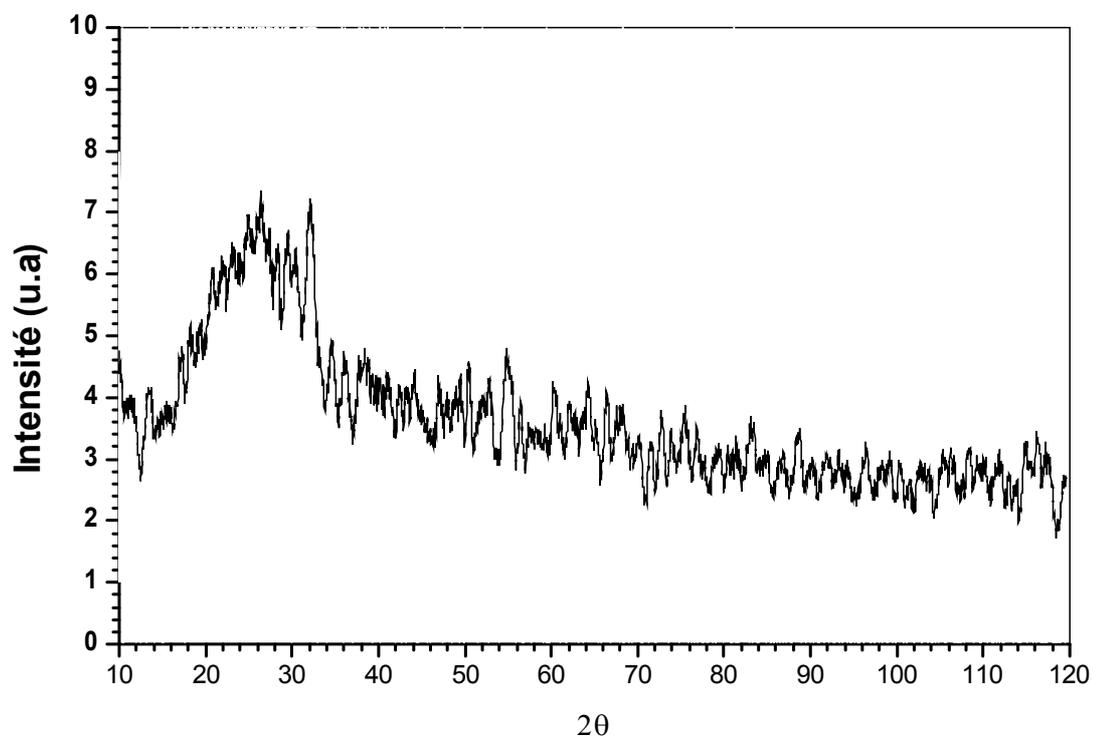


Fig. 33 : Spectre de diffraction des RX de l'échantillon IPS Empress 2 à base de fluoroapatite.

L'analyse approfondie des spectres de disilicate de lithium avant et après pressée a permis de calculer la taille des cristaux de la phase dominante avant et après pressée. Les résultats obtenus sont montrés dans le tableau 19 et calculés à partir des figures 34 et 35.

La taille des particules est calculée en utilisant la formule suivante :

$$d = \frac{k\lambda}{\omega \cos \theta}$$

θ : L'angle de Bragg

d : La taille de particule

ω : La largeur à mi-hauteur

avec : $k=0.9$ et $\lambda=1,54 \text{ \AA}$

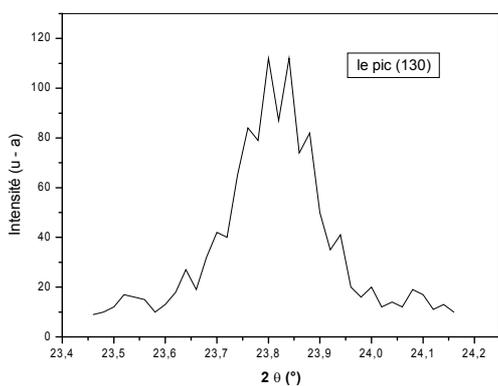
On note que la taille moyenne corrigé est calculée en tenant compte des intensités des pics.

	La taille des particules du système IPS Empress 2 à base disilicate de lithium avant pressée (μm)	La taille des particules du système IPS Empress 2 à base disilicate de lithium après pressée (μm)
(111)	0,572	0,752
(130)	0,574	0,782
(040)	0,519	0,827
Taille moyenne	0,555 \pm 0,024	0,787 \pm 0,027
Taille moyenne corrigé	0,561 \pm 0,009	0,778 \pm 0,026

Tableau 19 : Taille moyennes des particules du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant et après pressée.

A partir de ces calculs, on peut dire que la taille moyenne des particules de disilicate de lithium après pressée est nettement supérieure à celle des particules de disilicate de lithium avant pressé. Ce résultat peut être expliqué par la croissance des particules de la phase dominante lors de la pressée de la céramique.

Avant Fit



Après Fit

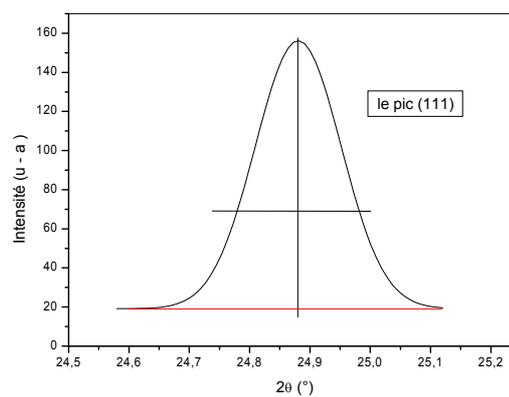
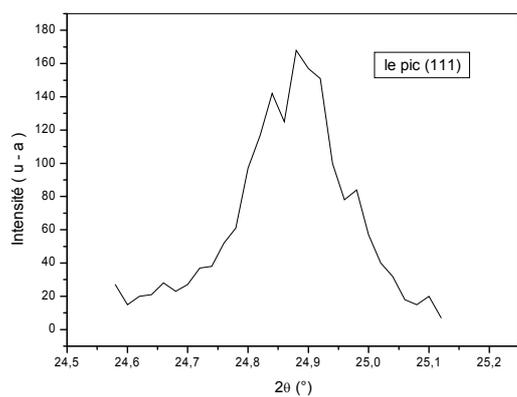
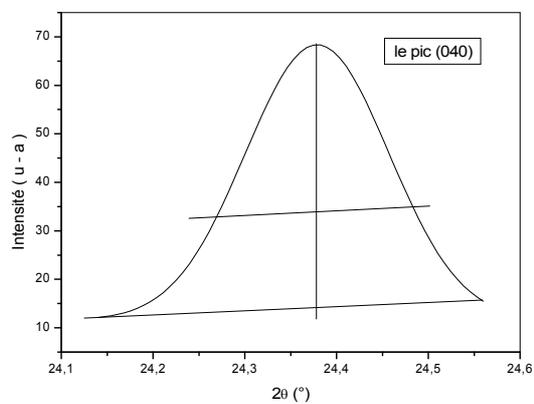
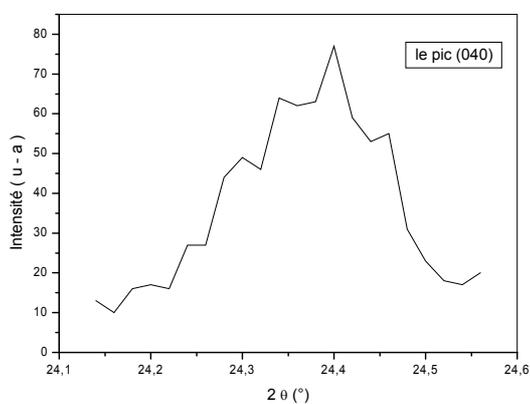
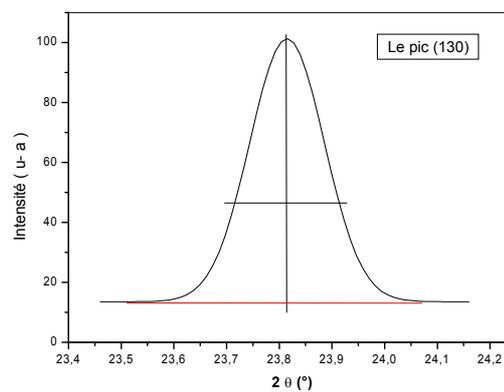


Fig. 34 : Les pics (130), (040) et (111) de l'échantillon à base de disilicate de lithium avant pressée.

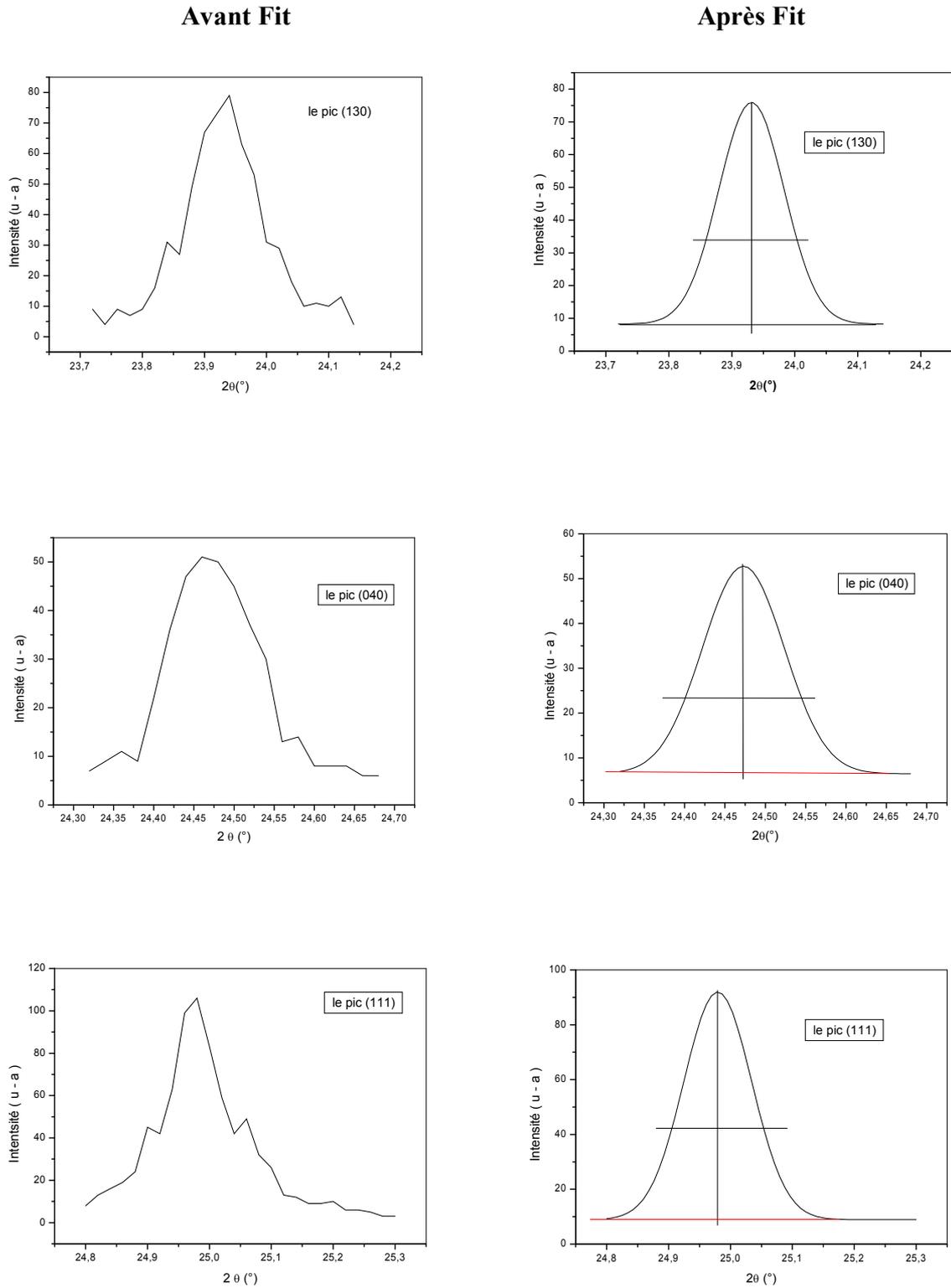


Fig. 35 : Les pics (130), (040) et (111) de l'échantillon à base de disilicate de lithium après pressée.

La pressée de l'échantillon à base de disilicate de lithium consiste à le chauffer sous une pression bien déterminée, c'est un traitement thermique sous contraintes extérieures. Le résultat est l'obtention d'un matériau plus dense et plus compacte.

Si d_0 et d désignent l'équidistance respectivement dans un état non contraint et dans l'état contraint, la déformation relative est :

$$\varepsilon = (d - d_0) / d_0 \approx \Delta d / d = -\Delta\theta / \text{tg}\theta$$

$\Delta\theta$: étant le déplacement de la raie correspondante entre l'état non contraint et l'état contraint.

Le calcul des positions des pics (130), (040) et (111) de l'échantillon à base de disilicate de lithium avant pressée (Fig. 34) et leurs positions après pressée (Fig. 35), donne une valeur de -0,44% de la déformation relative ε .

Comme toutes les mesures utilisant les rayons X, cette technique ne fait intervenir que la partie superficielle du matériau car la pénétration des rayons X dans le matériau est très faible. Cependant, le traitement du frittage permet de compacter l'échantillon donc diminuer son volume. C'est pourquoi on a une déformation relative négative.

V-4. Résultats de mesure de la microdureté

La variation de la microdureté de l'échantillon de la vitrocéramique du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée, en fonction des charges, est représentée dans la figure 36. Une variation similaire de cette propriété est observée dans les cas de Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée (Fig. 37) et à base de fluoroapatite (Fig. 38).

On constate que les valeurs de la microdureté diminuent de façon régulière quand la charge augmente et ceci pour chaque courbe. A partir d'une certaine charge les valeurs de la microdureté tendent à devenir constantes.

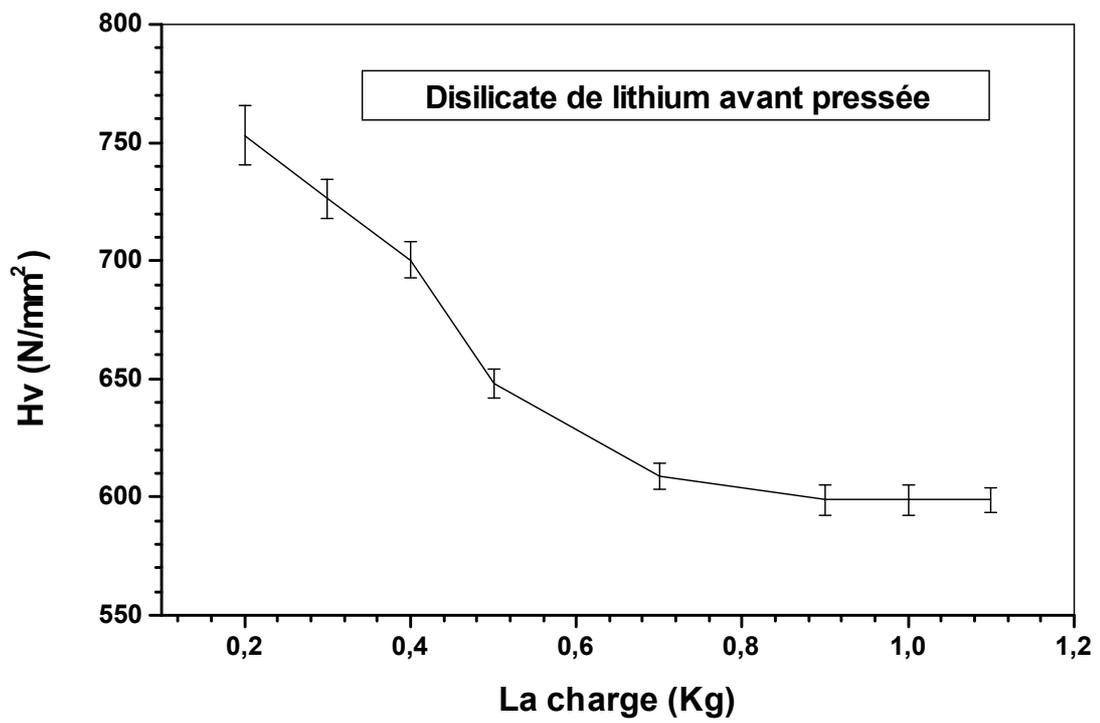


Fig. 37 : Variation de la microdureté du système Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée.

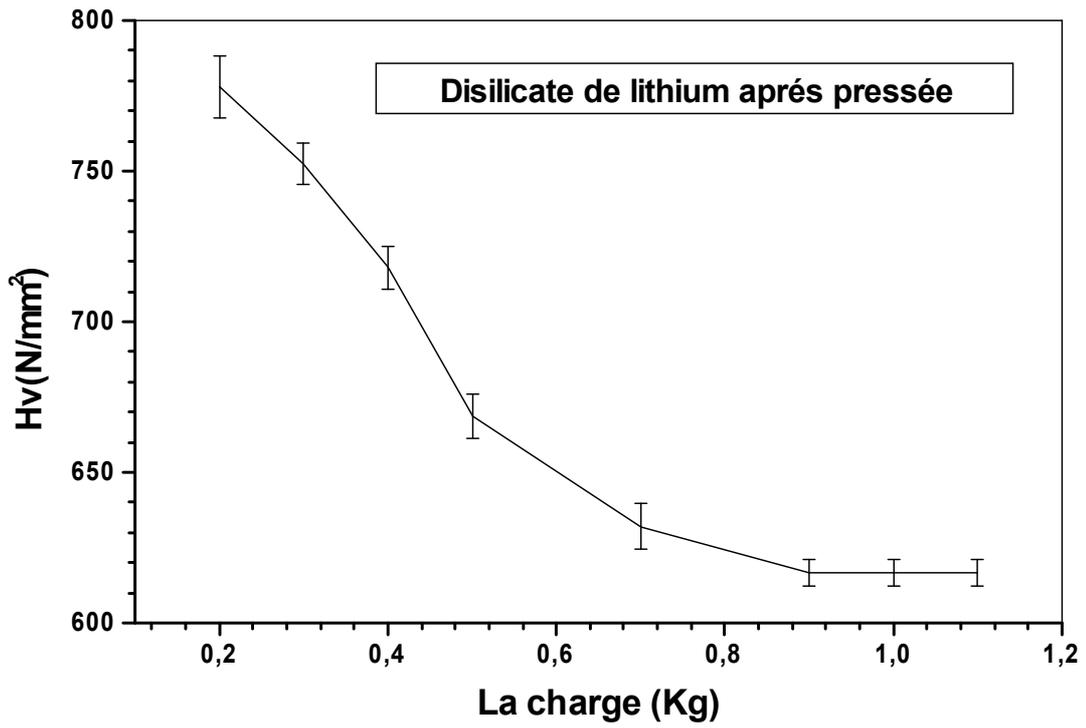


Fig. 38 : Variation de la microdureté du système Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée.

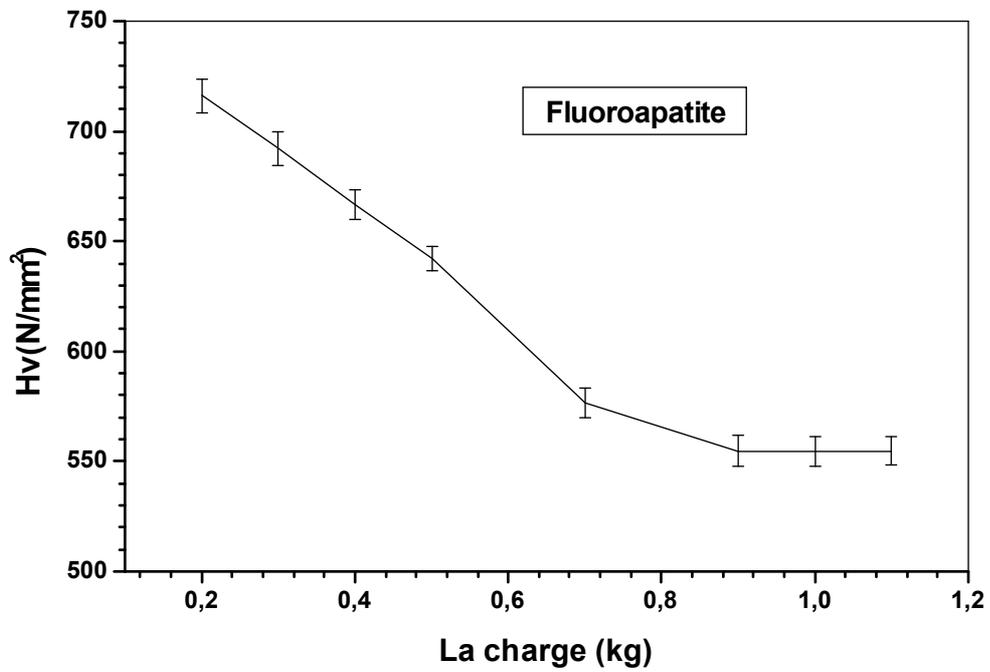


Fig. 39 : Variation de la microdureté du système Empress 2 à base de fluoroapatite.

Pour la charge 0,2 Kg, la dureté Hv vaut est 753,1 N/ mm² pour Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée, mais elle est de 777,8 N/ mm² après pressée. Cette propriété prend la valeur de 716,1 N/ mm² pour l'échantillon à base fluoroapatite, Par contre elle décroît quand la charge passe de 0,2kg à 0,7kg, pour se stabiliser à la valeur de 554,6 N/ mm² pour une charge 1,0 Kg (Fig. 38), valeur inférieure à celle obtenue pour la même charge pour l'échantillon réalisée à base disilicate de lithium avant pressée (Hv = 616,7 N/ mm²).

Les mesures de la microdureté des échantillons étudiés montrent que la valeur de dureté est plus élevée quand les charges utilisées au cours des essais sont petites, ceci est dû à l'augmentation de l'énergie potentielle des surfaces écrouies ou déformées des échantillons ayant subi le polissage mécanique qui fait augmenter la dureté de cette surface. Par contre, si les charges appliquées augmentent, la valeur de la microdureté devient plus petite que celle des surfaces écrouies ou déformées du fait le pénétrateur ou diamant atteint les couches en dessous de la surface (Fig. 39).

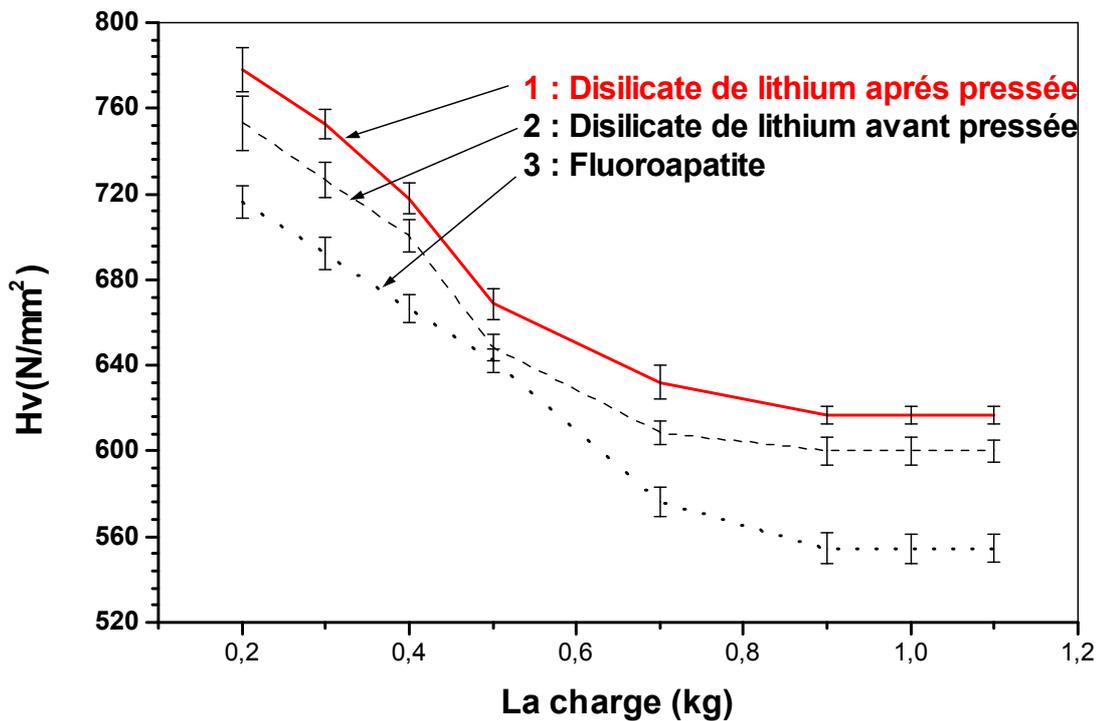


Fig. 39 : Variation de la microdureté des matériaux du système IPS Empress 2.

Si l'on compare la dureté de l'émail naturelle avec les différents matériaux céramiques comme par exemple les couronnes utilisées, on observe une dureté plus élevée des céramiques dentaires. Cette dureté associée à leur structure hétérogène favorisant un aspect rugueux de leur de surface. En effet, un matériau plus abrasif donne des résultats qui sont souvent observés cliniquement et se traduisent, entre autres, par des facettes dentaires sur les dents naturelles ou passage de la fonction masticatrice [73].

V-5. Les Résultats des mesures de l'indice de réfraction

La dent naturelle montre deux tissus très différents par leur composition : la dentine organo-minérale à structure hétérogène et l'émail minéralisé, à structure homogène.

Notre restauration en céramique s'apparente aux dents naturelles grâce à leurs microstructures qui permettent au faisceau de lumineux de suivre le même trajet au sein de la reconstruction prothétique. Depuis l'apparition de la vitrocéramique utilisant le système IPS Empress 2, il est possible actuellement de reproduire le schéma du trajet lumineux de la dent naturelle grâce à l'élaboration de l'infrastructure minérale formée de disilicate de lithium. Cette dernière reproduit la couche dentine et le fluoroapatite génère la couche de l'émail.

Le trajet du faisceau lumineux dans la dent naturelle : lorsqu'un faisceau lumineux entre en contact avec la surface de la dent, une partie de la lumière est réfléchiée par cette surface et la quantité résiduelle est réfractée et absorbée.

La première épaisseur rencontrée, de nature homogène et translucide (Email), laisse passer la lumière avec un très peu de diffusion. Lorsque la lumière entre en contact avec la bicouche composée de l'email et de la dentine, il y'a une partie qui est réfléchiée vers la surface et une autre partie qui est réfractée et absorbée par la dentine. Cette dernière a un pouvoir de diffusion très important grâce à sa structure hétérogène plus translucide.

Les résultats de mesure des indices de réfraction de la dent naturelle (Email et dentine) et les deux matériaux cités précédemment sont présentés dans le Tableau 20 et la figure 40.

	Empress 2 fluoroapatite	Empress 2 après pressée	Dentine	Email
C (PF)	10,2	11,4	11	10,6
d (mm)	1,8	1,3	1,8	1,9
2r (mm)	2,8	2,2	3	3,4
n	1,83	2,10	1,77	1,59

Tableau 20 : Valeurs de l'indice de réfraction dans la dent naturelle et de la céramique dentaire du système IPS Empress 2

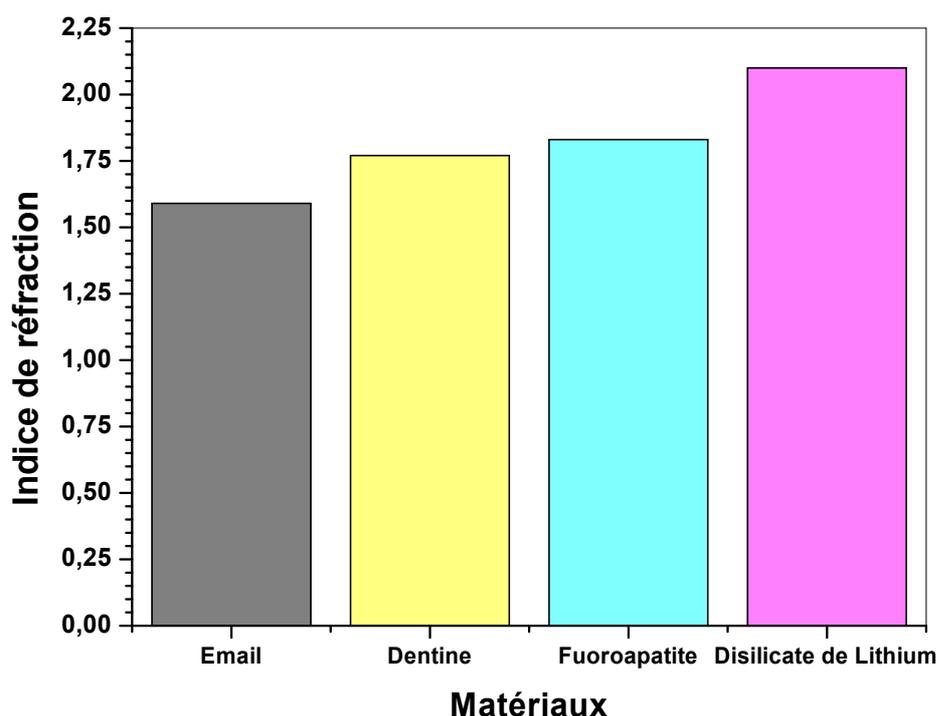


Fig. 40 : Les indices de réfraction de système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium et à base fluoroapatite et la dent naturelle (Email et Dentine).

*** la vitrocéramique dentaire de système IPS Empress 2 :**

La vitrocéramique dentaire de système IPS Empress 2 présente les mêmes particularités que celles de la dent naturelle. Une fois que la lumière atteint la surface fluoroapatite, on a une réflexion partielle du faisceau lumineux avec réfraction et absorption dans la fluoroapatite, matériau homogène et translucide, la lumière passe avec un peu de diffusion. Au contact de l'interface fluoroapatite et disilicate de lithium, on a une nouvelle réflexion partielle avec réfraction et absorption par la disilicate de lithium. Une diffusion importante de la lumière est obtenue grâce à la différences des indices de réfraction des deux matériaux (indice de la fluoroapatite est 1,83 et celui du disilicate de lithium est de 2,10) (Fig. 41).

Les dents naturelles semblent avoir un indice de réfraction plus faible. Ceci peut être dû soit à la différence dans les compositions des matériaux, soit à leur compacité.

L'indice de réfraction le plus élevé correspond à la structure la plus compacte, la plus dense et par conséquent la plus translucide.

Les dents artificielles sont plus denses et compactes que les dents naturelles (l'indice le plus élevé correspond au matériau le plus dense).

*** dent naturelle :**

L'email est plus perméable à la lumière que la dentine. L'indice de réfraction de l'email est moins élevé que celui de la dentine (Fig. 40). Il en résulte que la dentine est plus réfringente que l'email : les rayons réfractés par la dentine sont plus proches de la normale et la vitesse de la lumière est plus faible.

La réflexion totale est obtenue sur les céramiques dentaires en prothèse fixée si l'angle d'incidence du rayon est supérieur à l'angle critique – sur le bord incisif d'une couronne en céramique sur une dent antérieure, il ne faut pas reproduire exactement l'angulation des bords incisifs des dents collatérales mais le réduire de 5° , car l'angle critique de l'email est de 37° et celui de la céramique est de 32° .

*** Email – Fluoroapatite :**

L'indice de réfraction de l'email est plus faible que celui de la fluoroapatite (Fig. 41), donc la fluoroapatite est plus compacte et plus dense. Elle réfléchit plus de la lumière et la vitesse de la lumière qui la traverse est plus faible. Le milieu de la fluoroapatite est plus réfringent et l'angle limite de réfraction est plus faible.

L'email est plus perméable à la lumière que le matériau du système IPS Empress 2 à base de fluoroapatite, donc elle est moins lumineuse.

*** Dentine – Disilicate de Lithium :**

D'après la figure 42, l'indice de réfraction de la dentine est plus faible que celui du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium, c'est-à-dire que cette dernière est plus dense, plus compacte, plus lumineuse, réfléchit plus et a une faible absorption.

La dentine est plus perméable à la lumière que le système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium.

La translucidité des matériaux du système IPS Empress 2 permet à la lumière de les traverser pour illuminer l'environnement tissulaire périphérique ce qui donne un rôle esthétique positif.

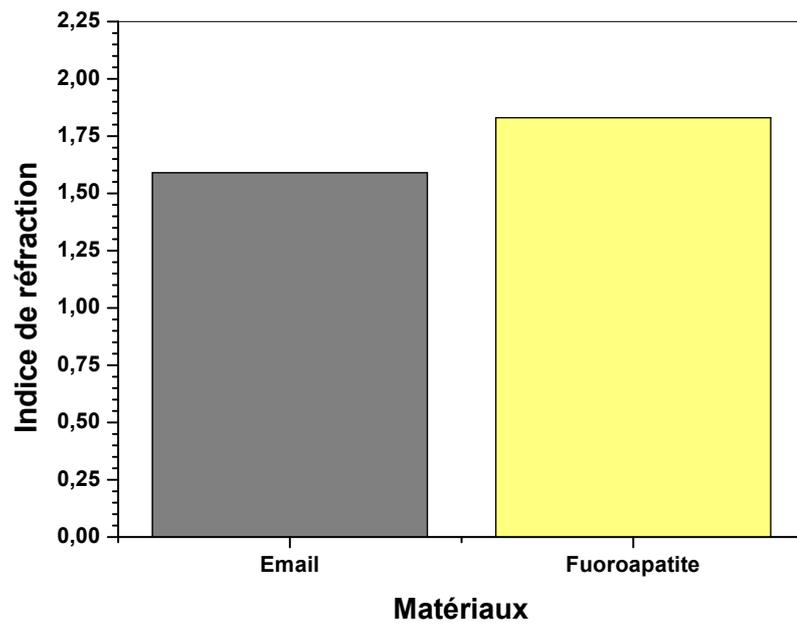


Fig. 41 : Les indices de réfraction de système IPS Empress 2 à base disilicate de lithium et la dent naturelle (Email).

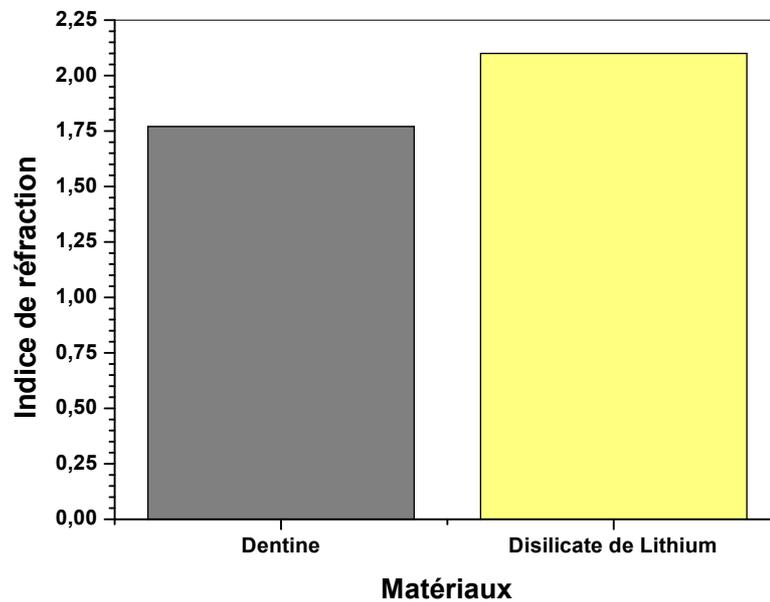


Fig. 42 : Les indices de réfraction du système IPS Empress 2 à base disilicate de lithium et dentine.

Conclusion générale

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de ce mémoire avait objectif essentiel l'étude des propriétés mécaniques et physiques de la vitrocéramique dentaire de système IPS Empress 2.

La synthèse des résultats obtenus lors de cette étude, a permis de dégager les conclusions suivantes :

- Le segment de chauffage DSC enregistré au cours du chauffage de 25 à 800 °C avec une vitesse de 5 °C/min de l'échantillon à base de disilicate de lithium avant pressée présente un pic exothermique dans l'intervalle de température [400-800°C] avec un maximum situé vers 647°C. Ce pic est lié essentiellement certainement à la formation des particules des phases cristallines de disilicate de lithium.
- Les thermogrammes obtenus lors des essais en DSC des autres échantillons du même système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium avant pressée, pour les vitesses de chauffage ($V = 10$ et 15 °C/min), présentent le même effet cité précédemment et ont la même allure. On a remarqué aussi que l'augmentation de la vitesse de chauffage conduit au décalage du pic exothermique vers les hautes températures.
- La courbe DSC obtenue au cours du chauffage avec une vitesse de 5 °C/min d'un échantillon du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée (traitement thermique de frittage), permet de constater l'existence toujours d'un seul pic exothermique mais qui est décalé vers les hautes températures.
- Les thermogrammes obtenus lors des essais en DSC des autres échantillons du même système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium après pressée, pour les vitesses de chauffage ($V = 10$ et 15 °C/min), présentent le même effet et ont la même allure. On remarque aussi que l'augmentation de la vitesse de chauffage conduit au décalage du pic exothermique vers les hautes températures.
- La détermination de l'énergie d'activation, par les méthodes de Starink, de Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) et de Boswell, a permis de constater que les énergies d'activation de la disilicate de lithium après pressée et de la fluoroapatite sont proches, ce qui explique bien l'utilisation ensemble de ces deux matériaux.
- Les spectres de diffraction des rayons X effectués sur l'échantillon Empress 2 à base disilicate de lithium avant pressée et après pressée, confirment la présence de la phase

crystalline principale de disilicate de lithium et la phase secondaire d'orthophosphate de lithium. Par contre, le spectre des RX enregistré sur l'échantillon Empress 2 à base fluoroapatite dévoile une phase amorphe.

- Les valeurs de la microdureté diminuent quand la charge augmente et celles correspondant à l'échantillon Empress 2 à base disilicate après pressée sont nettement supérieures à celles de l'échantillon Empress 2 à base disilicate de lithium avant pressée et à base fluoroapatite. Cette différence est due au traitement thermique de frittage effectué.

- Les valeurs de l'indice de réfraction révèlent que les dents artificielles élaborées à partir de disilicate de lithium et de fluoroapatite, sont plus denses et compactes que les dents naturelles (Email, dentine). La translucidité des matériaux du système IPS Empress 2 permet à la lumière de les traverser pour illuminer l'environnement tissulaire périphérique ce qui donne un rôle esthétique positif.

ANNEXE [73]

1. Equation de (J.M.A.K)

Pour décrire les cinétiques des transformations où interviennent simultanément les phénomènes de germination et de croissance, on dispose de l'équation de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (J.M.A.K) [74].

$$\alpha = 1 - \exp\left[-(Kt)^n\right] \dots\dots\dots(1)$$

où α représente la fraction transformée et t le temps ; K est une constante à une température fixée, et n un exposant empirique pouvant prendre des valeurs fractionnaires.

1.a. Détermination de l'exposant n

Un bon nombre de méthodes permettent de déterminer l'exposant n durant le chauffage linéaire [75,76] ; certaines de ces méthodes pré-supposent que le traitement de l'équation de JMAK est valide, car l'équation apporte une description tout à fait claire de la détermination des exposants n en ce qui concerne la cinétique de transformation de phases isotherme et anisotherme.

La fraction transformée (α) à une température constante T est bien arrêtée dans la relation suivante :

$$\ln(1-\alpha)^{-1} = \frac{C}{\beta^n} \left[\frac{-n.E_{act}}{RT} \right]$$

où E_{act} : l'énergie d'activation

Cette expression est dérivée par Matusita et sakka [77] à partir de l'équation classique de Johnson Mell Avrami Kolmogorov (JMAK) à une température fixée et telle que la valeur de α est indépendante de la vitesse de chauffage β à $T = T_C$. A cette température T_C l'équation devient :

$$\ln\left[\ln(1-\alpha)^{-1}\right] = -n\ln\beta + Const. \dots\dots\dots(2)$$

On remarque donc que l'évolution de $\ln\left[\ln(1-\alpha)^{-1}\right]$ en fonction de $(\ln\beta)$ est linéaire avec une pente de $(-n)$.

La fraction α transformée à n'importe quelle température T est donnée de la manière suivante :

$$\alpha = \frac{S_T}{S}$$

où : S est la surface totale des pics exothermiques (ou endothermiques) entre la température T_i où le pic commence, (c'est-à-dire la transformation commence) et la température T_f où le pic se termine (la transformation se termine), S_T est la surface partielle des pics exothermiques ou endothermiques entre la température T_i et T .

2. Détermination de l'énergie d'activation au niveau de l'analyse "isoconversionnelle"

L'analyse isoconversionnelle offre de larges possibilités quant à la cinétique de transformation de phase au sein d'une réaction thermiquement activée. Deux fonctions principales seront présentées pour déterminer l'énergie d'activation qui est considérée comme une étape cruciale dans l'analyse.

Dans ce cadre on a besoin de présenter un bon nombre de méthodes d'analyse isoconversionnelle, lesquelles déterminent les énergies d'activation dans l'alliage étudié.

3. Analyse isoconversionnelle

3.a. Définition

Les paramètres des modèles empiriques sont déterminés par ajustement des courbes expérimentales, via des régressions linéaires en imposant un critère de minimisation ([Scott et Saad 1993], [Ryan et Dutta 1979] et [Eom et al. 2000] rapportés par François [78]). Cette approche permet d'ajuster des modèles très différents sur les points expérimentaux avec des valeurs du critère de minimisation du même ordre de grandeur. Les valeurs des paramètres intervenant dans les constantes de vitesses (énergie d'activation, facteur préexponentiel) sont alors très différents, enlevant tout sens physique ([Vyazovkin et Sbirrazzuoli 1997] rapportés par François [78]). Une autre approche consiste à utiliser l'analyse isoconversionnelle qui est une méthode indépendante du choix du modèle cinétique et qui livre de précieuses informations sur les énergies d'activation. [78].

3.b. Principe

La manière générale de traiter la complexité des réactions thermiquement activées est que le taux de transformation pendant une réaction soit le produit de deux fonctions, l'une dépendant seulement de la température T et l'autre dépendant seulement de la fraction transformée α [78-80].

$$\frac{\partial \alpha}{\partial t} = k(T) \cdot f(\alpha) \dots \dots \dots (3) \quad / \quad K(T) = K_0 \cdot \exp\left(\frac{-E_0}{RT}\right) \dots \dots \dots (4)$$

Où α est la fraction transformée.

$f(\alpha)$ est une fonction cinétique dont la forme mathématique traduit le mécanisme réactionnel.

$k(T)$ est l'équation d'Arrhenius, où K_0 et E_a sont des paramètres qui varient avec la conversion α .

L'analyse isoconversionnelle décrit l'évolution de E_a avec α sans faire d'hypothèse sur K_0 et $f(\alpha)$. Cette évolution peut être interprétée en terme de mécanisme réactionnel permettant de choisir le modèle cinétique à appliquer de manière moins empirique. Si E_a est constante, le mécanisme réactionnel est complexe, nécessitant un modèle à plusieurs énergies d'activation [78].

II-3.c. Méthode de FRIEDMAN

Cette méthode utilise directement l'équation différentielle du modèle cinétique apparent (équation (3)). En effet, en prenant le logarithme de cette équation, on obtient pour chaque degré de conversion :

$$\ln \left(\frac{\partial \alpha}{\partial t} \right) = \ln [k_0 \cdot f(\alpha)] - \frac{E_a}{R T} \dots \dots \dots (5)$$

Cette méthode nécessite de connaître le taux d'avancement et la température pour chaque conversion α . Ainsi, pour une série d'expériences anisothermes, la pente de la droite obtenue en traçant le terme de gauche de l'équation (5) en fonction de l'inverse de la température donne la valeur de l'énergie d'activation pour chaque conversion. La méthode de Friedman [78, 81] est simple à utiliser et ne fait aucune approximation. Par contre, elle est sensible au bruit de mesure expérimental, si bien que d'autres méthodes ont dû être développées pour y remédier. Ces méthodes sont appelées méthodes intégrales.

II-3.d. Méthodes intégrales

Pour une série d'expériences anisothermes, dans le cas d'une réaction isotherme à la température T_i , E_a peut être obtenu de la relation connue des méthodes intégrales :

$$\ln t_f = \frac{E_a}{R T_i} + C_1 \dots \dots \dots (6)$$

Où t_f est le temps correspondant à la conversion α pour une réaction isotherme à la température T_i , et C_1 est une constante qui dépend de l'étape de la réaction et sur le modèle cinétique. A partir de l'équation (6), E_a est obtenu directement pour plusieurs expériences isothermes, en traçant le logarithme du temps en fonction de l'inversion de la température (Fig. 43).

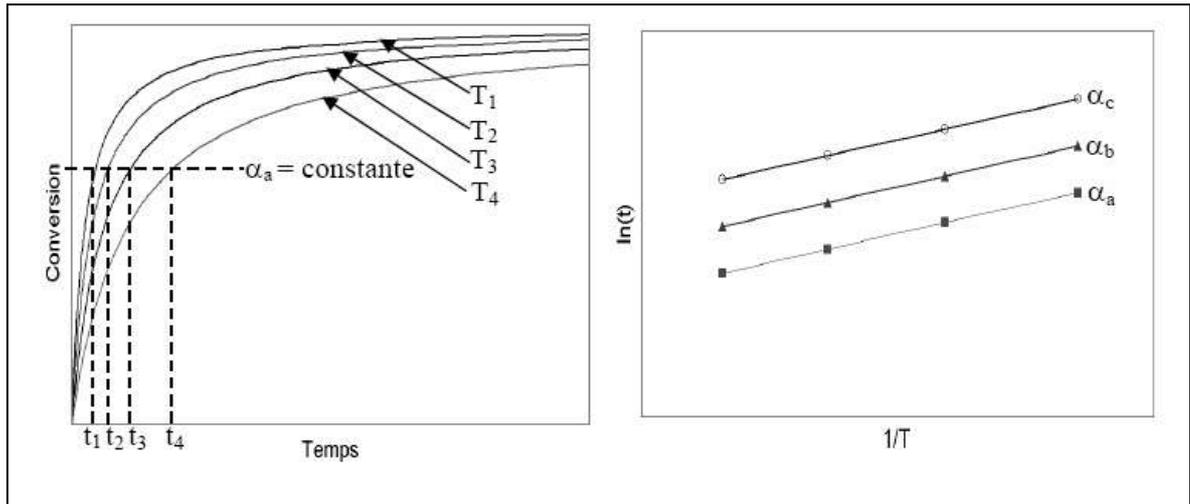


Fig. 43: Description de l'analyse de la méthode intégrale isotherme [82].

Dans le cas d'expériences anisothermes, le problème est plus complexe. Aucune intégrale rigoureuse permettant le calcul de E_a ne peut plus être obtenue. Nous obtenons cependant des expressions moyennant certaines approximations dans le cas d'expériences anisothermes [78]

II-3.d.1. Méthodes intégrales linéaires: $p(y)$ -isoconversion

Les auteurs proposent donc d'utiliser une forme approchée de $P(x)$ pour pouvoir obtenir une équation linéaire dont la pente donne accès simplement à l'énergie d'activation apparente [78]. Les différentes méthodes intégrales linéaires proposées se distinguent alors par la forme approchée de $P(x)$ utilisée.

Pour étudier la transformation exécutée à une vitesse constante, les méthodes qui interviennent pour déterminer E_a peuvent être dérivées comme suit; l'équation (3) est intégrée par séparation de variables [79, 80].

$$\int_0^{\alpha} \frac{d\alpha}{f(\alpha)} = \frac{k_0}{\beta} \int_0^{T_f} \exp\left(-\frac{E_a}{RT}\right) dT = \frac{K_0 E_a}{\beta R} \int_{y_f}^{\infty} \frac{\exp(-y)}{y^2} dy = \frac{K_0 E_a}{\beta R} p(y_f) \dots (7)$$

Où $y = E_a/RT$, $y_f = E_a/R T_f$, T_f est la température à un état fixe de transformation, et β est la vitesse du chauffage. Dans ce cas, il n'y a pas de forme analytique permettant de calculer $P(y)$.

Certains auteurs utilisent une forme approchée de $P(y)$ pour obtenir une équation linéaire dont la pente donne accès à l'énergie d'activation. Différentes méthodes sont proposées dans la littérature [78, 79].

L'intégrale partielle et le développement de la série en assumant $y_f \gg 1$:

$$p(y) \cong p_k(y) = \frac{\exp(-y)}{y} \dots\dots\dots (8)$$

La supposition $y_f \gg 1$ est raisonnable, car la quasi totalité de la réaction est à l'état solide (et beaucoup d'autres réactions), soit, $20 < y_f < 50$. En prenant le logarithme d'équation (7) et en utilisant l'équation (8), on obtient:

$$\ln \int_0^\alpha \frac{d\alpha}{f(\alpha)} = \ln \frac{K_0 E_a}{R} + \ln \frac{1}{\beta y_f^2} - y_f \dots\dots\dots (9)$$

A fraction constante transformée cela mène à :

$$\ln \frac{\beta}{T_f^2} = -\frac{E_a}{R} + C_2 \dots\dots\dots (10)$$

C_2 et C_3, C_4, C_5 (subséquent), sont des constantes qui dépendent de l'étape de la réaction et suivant le modèle cinétique. D'après l'équation (10) on trace le logarithme de $\ln \frac{\beta}{T_f^2}$ en fonction $1/T_f$. Par

conséquent, la pente de la droite est égale à E_a/k_B . Cette méthode est habituellement connue sous les noms Kissinger-Akahira-Sunose (KAS) [83, 84].

Une méthode alternative est la méthode d'Ozawa-Flynn-Wall (OFW) [85, 86]. Cette méthode fait partie des méthodes intégrales linéaires et repose sur l'approximation suivante, valable pour $20 < y_f < 60$.

$$\ln p(y) \cong 5.3305 - 1.052y \dots\dots\dots (11)$$

Ainsi, l'équation (7) devient une équation linéaire ayant la forme suivante :

$$\ln \beta = -1.0518 \frac{E_a}{R T_f} + C_3 \dots\dots\dots (12)$$

Une comparaison des méthodes "OFW" et "KAS" montre que toutes les deux sont conformes à l'équation suivante:

$$\ln \frac{\beta}{T_f^s} = -A \frac{E_a}{R T_f} + C_4 \dots\dots\dots (13)$$

Où s est une constante et A est une constante qui dépend du choix de s . Dans le cas de la méthode de "KAS" $s = 2$ et $A = 1$, d'où pour la méthode de "OFW" $s = 0$ et $A = 1.0518$. Aussi

BOSWELL [87], a proposé une méthode (moins connue) qui peut être représentée par l'équation (13), avec $s = 1$ et $A = 1$. Aussi pour l'équation (13) une approximation correspondante de $p(y)$ devrait exister. Une insertion dans l'équation (7) vérifiera que cette approximation à la forme générale:

$$p(y) \cong p_s(y) = \frac{\exp(-Ay + B)}{y^s} \dots\dots\dots(14)$$

Où B est une constante selon s , l'équation (13) étant forme généralisée incorporant les l'équations (10) et (12), l'équation (14) peut être considérée comme une forme généralisée incorporant les équations (8) et (11) [79, 80].

Pour mieux évaluer les différentes approximations pour $p(y)$, $p(y)$ a été tout d'abord calculé en convertissant l'intégrale en une sommation (de 2000 termes) et par la suite les valeurs de A et B , pour la meilleure approximation, de P_s à $P(y)$ qui ont été calculées pour $15 \leq y \leq 60$, par une régression linéaire de $\ln p(y^s)$ en fonction de y (c-à-d les différentes valeurs de A et B sont obtenues pour différentes valeurs de s). Les valeurs obtenues pour A sont présentées dans la figure 44. Sur la même figure 44, la qualité Q de l'approximation est représentée, elle est définie comme l'intégrale de $[p_s(y) / p(y) - 1]/2$. Pour $15 \leq y \leq 60$. La fraction p_s / p est présenté dans la figure 45.

La figure 44 montre que la meilleure approximation de $p(y)$ qui utilise l'équation (13) est obtenue approximativement pour s variant de 1,8 à 1,9. Pour $s = 2$, on obtient $A = 0,998$. D'où, la méthode Kissinger sous-estime moyennement Ea pour la gamme de valeurs y considérée, de 0,2 %.

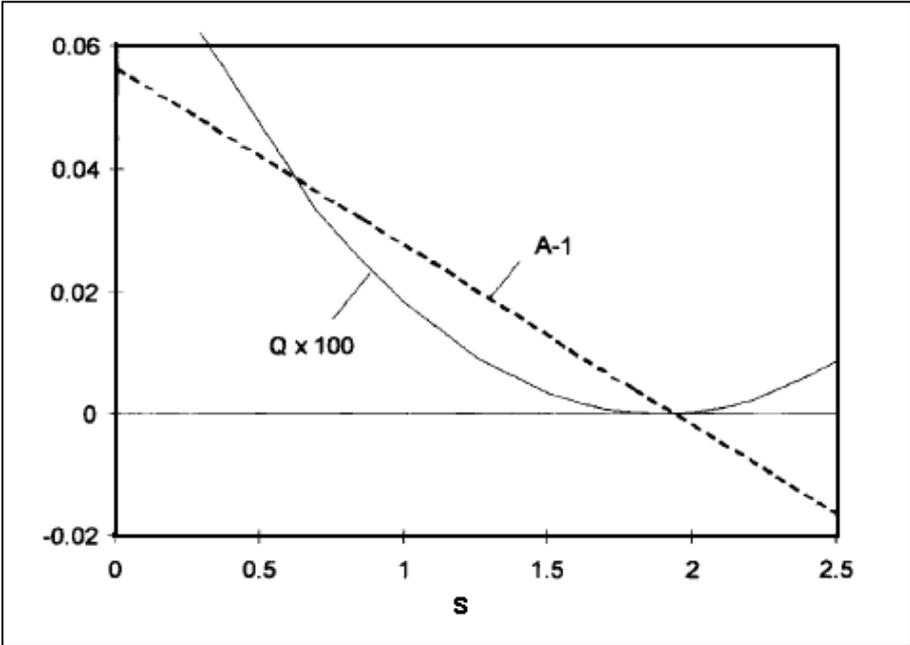


Fig. 44 : Le facteur de correction (à partir de l'équation 14) indispensable pour l'obtention de la meilleure approximation de la fonction $p(y)$, pour $15 \leq y \leq 60$ et résultant du paramètre de qualité, Q , pour une meilleure approximation de $p_s(y)$ à $p(y)$ qui sont fonctions de s [79].

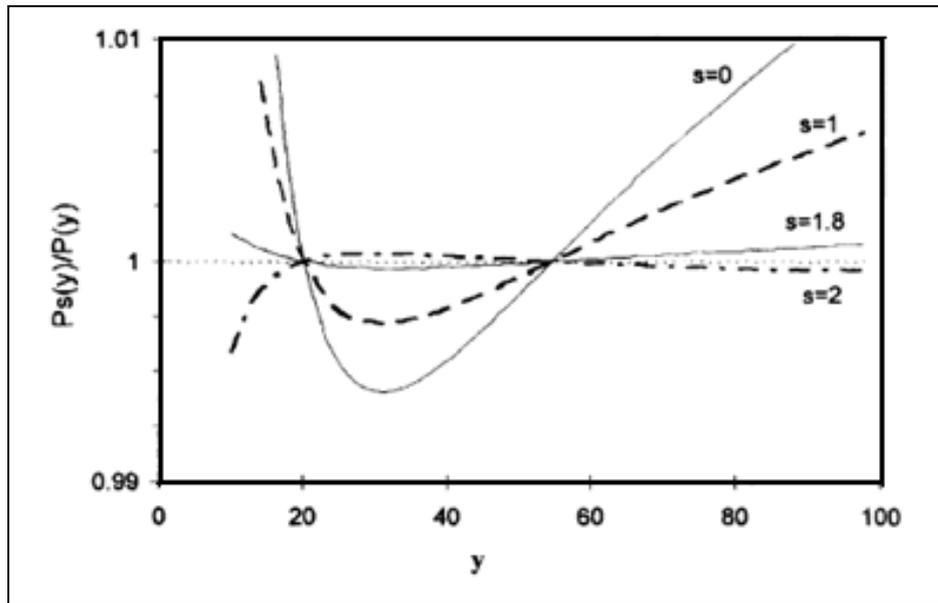


Fig. 45 : La fonction de $p(y)$ (à partir de l'équation 7) et son approximation $s(y)$ (14) est comme fonction de y pour plusieurs valeurs de s , la meilleure approximation est obtenue quand cette fonction est presque constante (c - à - d pour $s \approx 1,9$) [79].

En revanche, les approximations qui mènent à la méthode de Boswell ($s = 1$) et surtout celle d'Ozawa ($s = 0$) sont beaucoup moins exactes. Pour une valeur de s variant approximativement de 1,8 à 2 et $A = 1$ l'équation (13) est raisonnablement exacte pour obtenir les énergies d'activation, l'approximation avec $A = 1$ qui est la plus exacte pour $15 \leq y \leq 60$ est obtenue avec $s = 1,95$ qui mène à :

$$\ln \frac{\beta}{T_f^{1.95}} = -\frac{E_a}{RT_f} + C_5 \dots\dots (15), \text{ avec } p(y) \cong \frac{\exp(-y - 0.235)}{y^{1.95}} \dots\dots (16)$$

Cette méthode signée par l'équation (15) est la meilleure par rapport à celle de Kissinger-Akahira-Sunose. Dans d'autres analyses supplémentaires, d'après Starink [79], il a été observé que si la valeur de $A = 1$ n'est pas exigée, une approximation très exacte est donnée par :

$$p(y) \cong \frac{\exp(-1.0008y - 0.312)}{y^{1.92}} \dots\dots\dots(17)$$

En utilisant l'équation (13) et (17), nous pouvons déduire :

$$\ln \frac{\beta}{T_f^{1.92}} = -1.0008 \frac{E_a}{R T_f} + C_5 \dots\dots\dots(18)$$

Donc E_a est déterminé à partir du calcul de la pente en traçant $\ln \frac{\beta}{T_f^{1.92}}$ en fonction de $1/T_f$.

Leroy et Sbirrazzuoli, rapportés par François [77], montrent que la méthode de Friedman est la plus précise. Cela provient probablement du fait que cette méthode ne repose sur aucune approximation mathématique.

Les méthodes d'Ozawa-Flynn-Wall, Kissinger-Akahira-Sunose et Boswell sont également bien adaptées. D'après Starink [80], la méthode qui prend l'équation (18) est beaucoup plus performante, elle donne de bons résultats par rapport aux autres méthodes intégrales linéaires. L'approche classique consiste à utiliser les méthodes intégrales pour détecter une éventuelle influence du bruit de mesure sur la méthode de Friedman.

Les équations (15) et (18) sont aussi des méthodes, mais ne sont attribuées à aucune personnalité. Ces dernières ont été bien développées par Starink [79, 80] qui a collecté les données et les a améliorées tout en se basant sur des travaux antérieurs de Doyle, Murray et White [79, 80].

Références

- [1]- ARIOUA Mourad, thèse de Doctorat, "Elaboration et caractérisation d'un substitut osseux à base de verre bioactif", l'institut Nationale des sciences Appliquées de Lyon, (2007).
- [2]- J. Jacques Guyonnet, J. Champion, G. Gregoire, B. Grosogeat, P. Millet, F. Moya, P. Rocher, Les alliages dentaires, Association Dentaire Française, Paris, (2004).
- [3]- P. Moulin, E. Soffer, J.Y. Doukhan : Alliages précieux en odontologie, Encyclopédie Medico- chirurgicale 23-065, P. 10 (2002).
- [4]- W. J. O'Brien: Dental materials and their selection – 3 rd edition Quintessence Publishing Co, Carol Stream, (2002).
- [5]- J.F. McCABE, A.W.G. Walls: Applied dental materials – 8th edition Blackwell sciences, Oxford, (1998).
- [6]- J.L. Ferracane; Materials in dentistry, principles and application- 2nd edition Lippincott Williams & Wilkins, Baltimore, (2001).
- [7]- J.C. Wataha: Alloys for prosthodontics restorations, J Prosthet Dent, 87, P. 351-63, (2002).
- [8]- E. Papazoglou, W. A. Brantley, W. M. JOHNSTON: Evaluation of high- temperature distorsion of high-palladium metal ceramic crowns, J Prosthet Dent, 85:133-40, (2001).
- [9]- L. Reclaru, J. M. Meyer: Zonal Coulometric analysis of the corrosion resistance of dental alloys, J Dent, 23, P. 11- 301, (1995).
- [10]- J. Jacques Guyonnet, J champion, G Gregoire, B Grosogeat, Pierre Millet, Fernand Moya, Philippe Rocher. Les alliages dentaires. Association Dentaire Française, Paris : chapitre (6) 47-51, (2004).
- [11]- OL. Bezzon, H Pedraszzi, O Zaniquelli, Da Silva TB, Effect of casting technique on surface roughness and consequent mass loss after polishing of NiCr and CoCr base metal alloys: A comparative study with titanium, J Prosthet Dent, 92 (3), 7- 274, (2004).
- [12]- J. M. Meye, M. Degrange : Alliages nickel-chrome et alliages cobalt-chrome pour la prothèse dentaire, Encyclopédie Medico- chirurgicale 23065T10, P. 12, (1992).
- [13]- O. L. Bezzon, R. F. Ribeiro, J.M. Rollo, S. Crosara, Castability and resistance of ceramometal bonding in Ni-Cr and Ni-Cr-Be alloys, J Prosthet Dent, 85 (3), 299-304, (2001).

- [14]- O. L. Breme, Metals and implants. In: J. Helsen, H. Breme, eds. Metals as biomaterials. Chichester: John Wiley & Sons Ltd, (1998).
- [15]- W. J. O'Brien, Dental materials and their selection – 3rd edition. Carol Stream: Quintessence Publishing Co, (2002).
- [16]- J.D. Bumgardner, L. C. Lucas: Surface analysis of nickel- chromium dental alloys, Dent Mater 9 (4), 9-252, (1993).
- [17]- H. H. Huang: Effect of chemical composition on the corrosion behavior of Ni-Cr-Mo dental casting alloys, J Biomed Mater Res 60 (3), 65- 458, (2002).
- [18]- J. Jacques Guyonnet, J champion, G Gregoire, B Grosgeat, Pierre Millet, Fernand Moya, Philippe Rocher. Les alliages dentaires. Association Dentaire Française, Paris : chapitre (7) 52-56, (2004).
- [19]- Y. Combres, B. Champin: Traitements thermiques des alliages de titane, Techniques de l'ingénieur M 1335, 1-21, (1995).
- [20] - Z. Cai, H. Nakajima, M. Woldu, A. Berglund, M. Bergaman, T. Okabe: In vitro corrosion resistance of titanium made using different fabrication methods, Biomaterials 20 (2), 90-183, (1999).
- [21]- P. Rocher, J.-J. Guyonnet, G. Grégoire, Travail des alliages dentaires, J EMC- Dentisterie, 1, 284–311, (2004).
- [22]- http://fr.wikipedia.org/wiki/Biomat_%C3%A9riau, (2009).
- [23]- <http://WWW.cda.acd.com/jadc/vol.64/issue-10/732.html>.
- [24]- Adele carradó, Thèse Doctoral, Université de reims Champagne-Ardenne: Contribution à la caractérisation des propriétés mécaniques et microstructurales des liaisons céramique-métal utilisées pour les applications des matériaux dentaires, (2001).
- [25]- J. M. Poujade, C. Zerbib, D. Serre: Céramiques dentaires. J EMC. Dentisterie, 1, 101-117, (2004).
- [26]- R. Beressi. Les céramiques « basse fusion ». [Thèse de chirurgien dentiste], Paris VII, P. 92, (1999).
- [27]- O. Komma: Hydrothermale Dentalkeramik Système, Moded'emploi Rosbach Ducera, P. 44, (1993).
- [28]- N. Cufi, [thèse de chirurgien dentiste], Céramique basse fusion : étude de nouveaux matériaux, Toulouse, P. 69, (1994).
- [29]- M. Cristou: Mise en oeuvre et applications des céramiques « basse fusion », Réal Clin, 2, 491–498, (1991).

- [30]- Durand Girard, LFC the step into the future working instruction, Brochure Technique Rosbach Ducera, P. 21, (2000).
- [31]- Y. Mahiat, M. Cristou, Une technique nouvelle: réhabilitations en céramique basse fusion, *J Prothèse Dent*, **54**, 5–15 (1991).
- [32]- F. Revel, M. Cristou: Céramique basse fusion pour restaurations esthétiques, *Art Tech Dent*, **2**, 375–380, (1991).
- [33]- Finesse, Ceram Co, Brochure Technique, P. 21, (2000).
- [34]- T. Degorce, La céramique pour titane, *Prothèse Dent*, **99**, 13–17, (1995).
- [35]- EA. Hegenbarth: Titane et céramique progrès ou compromis? 1re partie, *Art Tech Dent*, **3**, 35–39, (1992).
- [36]- EA. Hegenbarth: Titane et céramique progrès ou compromis? 2e partie, *Art Tech Dent*, **3**, 105- 111, (1992).
- [37]-Y. Mahiat, Liaison métallo-céramique, Problèmes liés au coefficient de dilatation thermique, *Art Tech Dent*, **9**, 83–91, (1998).
- [38]- L. Pröbster L, U. Maiwald, H. Weber, Three-point bending strength of ceramics fused to cast titanium, *Eur J Oral Sci*, **104**, 313–319, (1996).
- [39]- JO. Rappo, Prothèses dentaires conjointes en titane coulé. Coulabilité, adaptation marginale et adhérence de la céramique. Comptes rendus du Symposium International sur le Titane en dentisterie, Titanium'94, Université de Genève, P. 97–110, (1994).
- [40]- T. Derand, H. Hero, Bond strength of porcelain on cast vs wrought titanium, *Scand J Dent Res*, **100**, 184–188, (1992).
- [41]- H. Luthy, Titane: Aspects métallurgiques, Comptes rendus du Symposium International sur le Titane en dentisterie, Titanium'94, Université de Genève, P. 31–45, (1994).
- [42]- L. Denry: Recent advances in ceramics for dentistry, *Crit Rev Oral Biol Med*, **7**, 134–143, (1996).
- [43]- R. Seghi, J. Sorensen: Relative flexural strength of six new ceramic materials, *Int J Prosthodont*; **8**, 239–246, (1995).
- [44]- R. Giordano: A comparison of all-ceramic restorative systems, Part 1, *Gen Dent*, **11-12**, P. 566–570, (1999).
- [45]- Harry Levy, Influence des techniques de finition de laboratoire sur les qualités mécaniques de la céramique dentaire, *L'information Dentaire* n° 12 du 26 mars(1987).
- [46]- M. Yamamoto, Metal ceramics, Quintessence edit, (1986).
- [47]- J. W. Mac lean: the science and art of dental ceramics, Vol. 1: the nature of dental ceramics and the clinical use, Quintessence edit, (1980).

- [48]- D. Oram, E. Davies, and D. Cruickshanks-Boyd: Fracture of ceramic and ceramometallic cylinders, *J. Prosthet Dent*, 2, 52, (1984).
- [49]- W. Jones, P. A. Jones, H.J. Wilson: The relationship between transverse strength and testing methods for dental ceramics, *J. Dent. Res*, 1, 85, (1972).
- [50]- G. Burdairon: *Abrégé de biomatériaux dentaires*, Masson Edit, (1981).
- [51]- R. W. Phillips, *Skinner's: Science of dental materials 8 th Edit.* WB, Saunders Company (1982).
- [52]- H. Levy: *les états de surface de la céramique dentaire*, 6^e J. P. L. Paris, (1985).
- [53]- F. Auzel, D. Pecile, D. Morin, *J. Electrochem. Soc.: Solid-state science and technology*, 122(1), 101, (1975).
- [54]- P.W. McMillan: "Glass-ceramics", Academic Press - Londres (1964).
- [55]- J. Qiu, A. Makishima, *J. Nanosci. Nanotech*, 5 (9), P. 1541, (2005).
- [56]- M. Nogami, A. Ohno, *J. Non-Crys. Solids*, 330, P. 264, (2003).
- [57]- F. Goutaland, M. Mortier, B. Capoen, S. Turrell, M. Bouzaoui, A. Boukenter, Y. Ouerdane, *Opt. Mater*, (2006).
- [58]- Géraldine DANTELLE, Thèse de doctorat, de l'Université Pierre et Marie Curie (Paris VI): Vitrocéramiques oxyfluorées transparentes dopées par des ions lanthanides Matériaux nano-composites luminescents à 1.5 μm , (2006).
- [59]- D.R. Uhlmann, A.G. Kolbeck, *Phys. Chem, Glasses* 17(5), 146, (1976).
- [60]- J.W. Cahn, R.J. Charles, *Phys. Chem, Glasses* 6(5), P.181, (1965).
- [61]- I. Gutzow, J. Schmelzer: "The vitreous State", Springer - Berlin (1995).
- [62]- A. Paul: "Chemistry of Glasses", Chapman and Hall - New York (1990).
- [63]- A.K. Varshneya: "Fundamentals of Inorganic Glasses", Academic Press – Londres, P.43, (1994).
- [64]- W. Ostwald, *Z. Phys. Chem*, 34, P. 495, (1900).
- [65]- M. Mortier, A. Monteville, G. Patriarche, G. Mazé, F. Auzel, *Opt. Mater*, 16, P. 255, (2001).
- [66]- M. Mortier, A. Monteville, G. Patriarche, *J. Non Cryst. Solids*, 284, P. 85, (2001).
- [67]- Simon Perelmuter, Jacques De Cooman, Michel Degrange, François lelièvre, Alain lecardonnel, Michel Pompignoli, Philippe Rocher, *les céramo-céramiques*, ASSOCIATION DENTAIRE FRANÇAISE, page 10-29, (2005).
- [68]- [www. Documentation scientifique. IPS Empress[®] 2 Press.](http://www.documentation.scientifique.ips-empress.com)
- [69]- W. Höland, E. Apel, Ch. van't Hoen, V. Rheinberger, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 352, P. 4041– 4050, (2006).

- [70]- W. Höland, V. Rheinberger, M. Frank, *Journal of Non-Crystalline Solids*, 253, P. 170–177, (1999).
- [71]- M.J. Cattell, R.P. Palumbo, J.C. Knowles, R.L. Clarke, D.Y.D. Samarawickrama, *Journal of Dentistry*, 30, P. 161–169, (2002).
- [72]- Yves Mahiat: *céramique et prothèse fixée*, Edition CRG, P. 171, (1998).
- [73]- Hanini Faouzi, *Mémoire de Magister, Département de physique, Faculté des Sciences Université Mentouri de Constantine* (2007).
- [74]- J. Phalippou, J. Zarzycki, J.F. Lalanne, *Science des matériaux*, vol.3, N°2, pp. 104(1978).
- [75]- E. Woldt, *J. Phys. Chem. Solids*, 35, 521 (1992).
- [76]- M. J. Starink, A. J. Hobson I. Sinclair and P. J. Gregson: *Mater.Sci. Eng. A*, 289, pp.130-142 (2000).
- [77]- Kazumasa Matusita and Sumio Sakka, *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol.38 et 39, pp. 741-746 (1980).
- [78]- D. François, *Thèse doctorat, Ecole nationale supérieure des mines de paris* (2003).
- [79]- M. J. Starink, *Thermochimica Acta* 288, p. 97-104 (1996).
- [80]- M. J. Starink, *Thermochimica Acta* 404, p. 163-176 (2003).
- [81] H.L. Friedman, *J. Polym. Sci*, Vol 6, p. 183 (1964).
- [82] LEON GUILLET, *Précis de métallographie*, Edition MASSON & Cie, PARIS 6 édition, pp.45-49 (1958).
- [83]- H. E. Kissinger, *Anal. Chem*, Vol. 29, p. 1702 (1957).
- [84]- T. Akahira and T. Sunose, *Trans. Joint Convention of Four Electrical Institutes*, p. 246, (1969).
- [85]- T. Ozawa, *J. Therm. Anal.*, Vol 2, p. 301 (1970).
- [86]- H. Flynn and L.A. Wall *J. Polym. Sci*, Vol. 4, p. 323 (1966).

دراسة الخصائص الفيزيائية و الميكانيكية للسيراميكة الزجاجية للأسنان باستخدام نظام

IPS Empress 2

ملخص

الهدف من هذا العمل هو دراسة الخواص الميكانيكية والفيزيائية للنظام Empress 2 IPS بقاعدة ديسيليكات الليثيوم و fluorapatite و التي تم تطويرها مؤخرا لتلبية الاحتياجات الطبية ، فصد محاولة الاقتراب من تقليد الأسنان الطبيعية.

لهذا ، فإننا استخدمنا عدة طرق تجريبية : التحليل الحراري التفاضلي (DSC) ، حيود الأشعة السينية ، وقياسات الصلادة و قرينة الانكسار.

النتائج المتحصل عليها سمحت لنا باستنتاج أن ديسيليكات الليثيوم هي قاعدة تعزيز اصطناعية أفضل من fluorapatite المستخدمة لتحقيق الجانب الجمالي للقطعة. من جانب آخر ، وبالنظر إلى الخصائص الفيزيائية والميكانيكية التي تم الحصول عليها للمادتين المتكونتين أساسا من ديسيليكات الليثيوم و fluorapatite ، يمكننا أن نقول أن هذه المواد يمكن أن تحل محل الأسنان الطبيعية بشكل صحيح.

الكلمات المفتاحية : السيراميكة الزجاجية، سيراميك الأسنان ، IPS Empress 2 ، التحليل الحراري

التفاضلي (DSC).

*Study of physical and mechanical properties of dental ceramic using IPS
Empress 2 system*

Abstract:

The aim of this work is to study the mechanical and physical properties of IPS Empress 2 based lithium disilicate and fluorapatite, which has recently been developed to meet clinical needs, while trying to get closer to the aspect natural teeth.

For this, we used several experimental methods: differential scanning calorimetry (DSC), X-ray diffraction, microhardness measurements and the index of refraction.

The results of our investigations have revealed that lithium disilicate, the centerpiece of the prosthetic reinforcement is better than the fluorapatite used to achieve the cosmetic part of the piece. On the other hand, given the physical and mechanical properties obtained for two materials based on the lithium disilicate and fluorapatite, we can say that these materials can correctly replace natural teeth.

Keywords: glass-ceramics, dental ceramics, IPS Empress 2 and differential scanning calorimetry (DSC).

Résumé

Le but de ce travail est d'étudier les propriétés mécaniques et physiques du système IPS Empress 2 à base de disilicate de lithium et de fluoroapatite qui a récemment été développé pour répondre aux besoins cliniques, tout en essayant de se rapprocher davantage de l'aspect des dents naturelles.

Pour cela, nous avons utilisé plusieurs méthodes expérimentales : l'analyse calorimétrique différentielle (DSC), la diffraction des rayons X, les mesures de la microdureté et de l'indice de réfraction.

Nous avons remarqué que les propriétés mécaniques et physiques des deux matériaux à base du disilicate de lithium et de la fluoroapatite, permettent de remplacer correctement les dents naturelles.

Mots clés : vitrocéramique, céramique dentaire, IPS Empress 2 et calorimétrie différentielle à balayage (DSC).