

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université « Abbas Laghrou » - Khenchela

Institut des Sciences et Technologies



Département des Sciences de la Matière

N°:

Mémoire

Pour l'obtention du diplôme de Mastère (LMD)

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie des matériaux.

Session : 2018/2019.

Intitulé :

**Effet de recuit sur les biomatériaux
dentaires.**

Présentés par :

Siad sihem

Abdi sara

Dirigé par : Dr.MALKI.A

Membres de jury :

-Docteur AICHI Mouhemed	Président	Université Abbas LAGHROUR-Khenchela
-Docteur MALKI Asma	Rapportrice	Université Abbas LAGHROUR-Khenchela
-Docteur TAKOUACHET Radouan	Examinateur	Université Abbas LAGHROUR-Khenchela
-Docteur DJEBAILI Kenza	Examinatrice	Université Abbas LAGHROUR-Khenchela

Présenté le :..../06/ 2019

Remerciement

-On remercie dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé et la volonté d'entamer et de terminer ce mémoire.

*-Tout d'abord, ce travail ne serait pas aussi riche et n'aurait pas pu avoir le jour sans l'aide et l'encadrement **Dr.MALKI Asma**. On le remercie pour la qualité de son encadrement exceptionnel pour sa patience. Sa rigueur et sa disponibilité durant notre préparation de ce mémoire.*

-Nous adressons nos sincères remerciements au, membres de jury Dr AICHI , Dr. TAKOUACHET, et Dr DJEBAILI pour avoir accepté d'examiner ce travail.

-Nos remercie aussi s'adresse également à tous nous professeurs pour leurs générosité et la grande patience dont ils ont su faire preuve malgré leur charges académique et professionnelles.

-Je remercie mon binôme qui était intéressé et m'a aidé et ensemble nous avons terminé ce mémoire.

- Nos profonds remerciements vont également à toutes les personnes qui nous ont aidé et soutenu de près ou de loin.

DÉDICACE

Avant tout, je remercie Allah tout puissant, de m'avoir accordé la force, le courage et les moyens pour la réalisation de ce travail.

Je voudrais dédier cet humble travail à toute ma famille, Ma grand-mère Nouna et ma chère maman Houria nous disons que nous vous aimons avec fierté, parce qu'ils se tenaient dans un cercueil et mon chère père Amara dieu les garde pour moi et dans leur vie.

Mes très chère sœur Nawal, Nadjet, et Rihab

Mes très chers frères Sami, Djihad, Achref, et Raouf que dieu les bénisse et prolonge leur vie.

Mes oncles Elhadi, Eldjemaï, et Saleh

Mes tantes Rebaia, Hizia, Araba, zahia, et khemissa.

Ma chère tante qui nous a quitté Aldjia que dieu la bénisse.

Les enfants de ma sœur que dieu les garde : Assil et Nourcine.

Mes très chères amies :

Nada, Houda, Fadja, Selma, Sana, Khadidja, Nirmine, Hanane, et Hiba

SARRA

Sommaire

Chapitre 1

1	Qu'est-ce qu'un biomatériau ?	3
2	Exigences pour un biomatériau	3
2.1	Exigences communes	3
2.2	Exigences de certaines propriétés mécaniques	4
3	Cahier des charges d'un biomatériau	5
4	Grandes classes de biomatériaux	5
4.1	Les biomatériaux métalliques	5
4.1.1	Application des bios matériaux métalliques	7
4.1.1.1	Les aciers inoxydables	7
4.1.1.2	Les alliages Cobalt-Chrome	8
4.1.1.3	Le Titane et ses alliages	9
4.1.1.4	Les alliages à mémoire de forme NiTi (ou Nitinol)	10
4.1.2	Etude comparative	12
4.2	Les Céramiques	12
4.3	Les Polymères	13
4.4	Les biomatériaux naturels	15
5	Domaines d'application des biomatériaux	16

Chapitre 2

1	Introduction	19
1.1	Le milieu buccal	19
1.2	Composition et propriétés des Tissus dentaires	19
1.3	Les différents problèmes de la dent	20
1.4	Les classes de cavités	20
1.5	Les solutions possibles	21
1.5.1	Obturation en amalgame	21
1.5.2	Couronne céramo-métallique	21
2	Le biomatériaux dentaires	22
2.1	Définition des biomatériaux dentaire	22
2.2	Classification des biomatériaux dentaires	22

Sommaire

2.3	Les grands groupes de biomatériaux dentaires	23
2.4	Dans quel cas utilisés chaque biomatériau dentaire (les avantages et les inconvénients)	23
2.5	Durées de vie caractéristiques et comparaisons	27
3	Etude générale sur les échantillons utilisés	27
3.1	la résine dentaire (Polyméthylméthacrylate)	27
3.2	La résine composite dentaire à base du quartz aux résines époxy	28
3.3	La céramique dentaire de type feldspathique	30
3.3.1	Classification selon la composition chimique	30
3.3.2	Définition de céramique de feldspathiques	30
3.4	Les alliages dentaires	31
3.4.1	L'alliage cobalt chrome	31
3.4.2	L'alliage Ni-Cr (Magnum Ni-Cr-Fe)	31

Chapitre 3

1	Le traitement thermique appliqué sur les échantillons	34
2	Les techniques de caractérisations	34
2.1	Analyse par diffraction des rayons x (DRX)	34
2.1.1	Introduction	34
2.1.2	L'Objectifs	34
2.1.3	Le Principe de fonctionnement du diffractomètre	35
2.1.4	Matériel utilisé	35
2.1.5	Préparation des échantillons	36
2.1.6	Exemple d'un spectre DRX	37
2.2	Analyse par Spectroscopie infrarouge (FTIR)	37
2.2.1	Introduction	37
2.2.2	Objectifs	38
2.2.3	Principe de fonctionnement de l'appareil FTIR	38
2.2.4	Matériel utilisé	39
2.2.5	Préparation des échantillons	39
2.2.6	Exemple des spectres infra rouge	41
2.3	Analyse par Fluorescence x (XRF) :	41
2.3.1	Introduction	41
2.3.2	L'objectif	42

Sommaire

2.3.3	Le principe de fonctionnement de la fluorescence x :	42
2.3.4	Matériel utilisé	42
2.3.5	Préparation des échantillons	43
2.3.6	Exemple de spectre fluorescence x	44

Chapitre 4

1	Introduction	48
2	Caractérisation par la technique de diffractions des rayons X (DRX)	48
2.1	Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine dentaire	48
2.2	Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine dentaire après traitement thermique à 100 °C	50
2.3	Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une céramique dentaire	50
2.4	Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une céramique dentaire après traitement thermique à 100 °C	52
2.5	Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine composite	53
2.5.1	La liste des pics du carbone	54
2.5.2	La liste des pics du quartz	54
2.6	Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine	55
2.7	Composite après traitement thermique à 100 °C	55
3	Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR)	56
3.1	Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR) de la résine dentaire	56
3.2	Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR) de la céramique dentaire	58

Sommaire

3.3	Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR) de la résine composite	59
4	Caractérisation par la DRX des alliages métalliques dentaires	60
4.1	Caractérisation par la DRX de l'alliage métallique dentaire Nickel-Chrome (Ni-Cr)	60
4.2	Caractérisation par la DRX de l'alliage métallique dentaire Cobalt-Chrome (Co-Cr)	62
5	Caractérisation par la Fluorescence X	63
5.1	Introduction	63
5.2	Caractérisation par la Fluorescence X de l'alliage Nickel-Chrome (Ni-Cr)	64
5.3	Caractérisation par la Fluorescence X de l'alliage Cobalt-Chrome (Co-Cr)	64
5.4	Caractérisation par la Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en résine	65
5.5	Caractérisation par la Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en céramique	66

La liste des figures

Figures	Titre	Page
Fig 01	les différentes utilisations des biomatériaux métalliques.	6
Fig 02	les différents matériaux fabriqués par les aciers inoxydables	8
Fig 03	les différents matériaux fabriqués par alliages cobalte-chrome	9
Fig 04	les différents matériaux fabriqués par le titane et ses alliages.	10
Fig 05	les différents matériaux fabriqués par Alliage Nickel-Titane	11
Fig 06	les différents matériaux fabriqués par la céramique	13
Fig 07	Polyéthylène de type (UHMWPE)	14
Fig 08	les différents matériaux fabriqués par polymères	15
Fig 09	composition et propriétés des tissus dentaires	19
Fig 10	Les différents problèmes de la dent	20
Fig 11	les classes de cavités	20
Fig 12	Des biomatériaux dentaires	22
Fig 13	les grands groupes de biomatériaux dentaires.	23
Fig 14	Représentation d'une série de dents restaurées avec (a) un ciment, (b) par une résine composite et (c) par un matériau métallique (amalgame)	27
Fig 15	la résine dentaire (Polyméthylmethacrylate)	28
Fig 16	Représentation schématique d'une résine composite	29
Fig 17	les différents problèmes esthétiques et électrochimiques des amalgame	30
Fig 18	facette en céramique feldspathique.	31
Fig 19	Principe de fonctionnement d'un diffractomètre.	35
Fig 20	Diffractomètre PANalyticalX'PertProMRD	36
Fig 21	Échantillons sous atmosphère inertes	36
Fig 22	Echantillon des poudres sur différents supports	36
Fig 23	Exemple de l'analyse par diffraction des rayons x de KNiF ₃	37
Fig 24	Les différents domaines de rayonnements	37
Fig 25	Principe de fonctionnement de la spectroscopie infra rouge	38
Fig 26	Spectromètre infra rouge Perkin-Elmer	39
Fig 27	Matériels utilisés pour Préparation des échantillons	40
Fig 28	Exemple d'analyse infra-rouge	42
Fig 29	Analyse par Fluorescence x (XRF)	43
Fig 30	Le principe de fonctionnement de la fluorescence x	44
Fig 31	Appareil de fluorescence X de marque Bruker-AXS	45
Fig 32	Spectre de fluorescence x d'un échantillon métallique	46
Fig 33	Le spectre DRX de la résine dentaire	49
Fig 34	Le spectre DRX de la résine dentaire après traitement thermique à 100 °C.	50
Fig 35	Le spectre DRX de la céramique dentaire	51
Fig 36	Le spectre DRX de la céramique dentaire après traitement thermique à 100°C.	52
Fig 37	Le spectre DRX de la résine composite.	53
Fig 38	Le spectre DRX de la résine composite après traitement thermique à 100 °C.	56
Fig 39	Le spectre IR de la résine dentaire.	57

La liste des figures

Fig 40	Le spectre IR de la résine acrylique (le méthacrylate de méthyle PMMA).	57
Fig 41	Le spectre IR de la céramique dentaire	58
Fig 42	Le spectre IR de la leucite	58
Fig 43	Le spectre IR de la résine composite.	59
Fig 44	Le spectre IR du quartz.	60
Fig 45	Le spectre DRX de l'alliage Ni-Cr.	61
Fig 46	Le spectre de l'alliage Co-Cr.	62
Fig 47	Le spectre Fluorescence X de l'alliage Ni-Cr.	64
Fig 48	Le spectre Fluorescence X de l'alliage Co-Cr.	65
Fig 49	Le spectre Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en résine.	66
Fig 50	Le spectre Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en céramique.	67

La liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tabl 01	Classification des biomatériaux dentaires	22
Tabl 02	Durées de vie caractéristiques et comparaisons.	27

Introduction générale

Depuis des siècles, les dentistes ont tenté de remplacer les dents manquantes avaient eu recours à toutes sortes de techniques, en général sans grand succès [1].

L'origine des prothèses dentaires remonte à fort longtemps. La raison est simple. Être édenté a toujours posé deux problèmes majeurs : d'une part, ça rend le processus d'alimentation plus difficile ; d'autre part, ça ne fait pas un beau sourire [1].

Les matériaux dentaires ont été le centre de la recherche considérable et de développement durant les 50 dernières années. Ils sont supposés avoir les propriétés mécaniques comparables à ceux des dents naturelles, en plus d'une excellente qualité esthétique [2].

Le développement de la chimie des matériaux a conduit à la production des matériaux dentaires de plus en plus performants avec des propriétés physico-chimiques remarquables et une bonne stabilité dans l'environnement buccal. Donc les matériaux dentaires sont utilisés en clinique et au laboratoire où ils apparaissent comme un matériau de choix pour la réalisation des pièces prothétiques mobile et fixé [2].

Quatre familles de matériaux sont retrouvées :

- Les alliages métalliques.
- Les résines.
- Les composites.
- Les céramiques.

Le travail de notre mémoire sera articulé comme suite :

En une première partie, nous présentons l'origine des biomatériaux, leurs caractéristiques, et leurs applications.

Dans une seconde partie nous avons identifié le domaine d'étude sur les biomatériaux dentaires utilisés par les dentistes, leurs propriétés, et leurs applications dans le milieu buccal.

Dans une troisième partie nous exposons les techniques expérimentales utilisées (l'analyse par la diffraction des RX, la spectroscopie infrarouge IR, et la Fluorescence X).

Finalement dans la quatrième partie concerne la présentation des résultats obtenus par les méthodes des caractérisations citée ci-dessus, nous rapportons les caractérisations systématiques (composition chimique, et la résistance thermique) des différents échantillons formés par chauffage à 100°C.

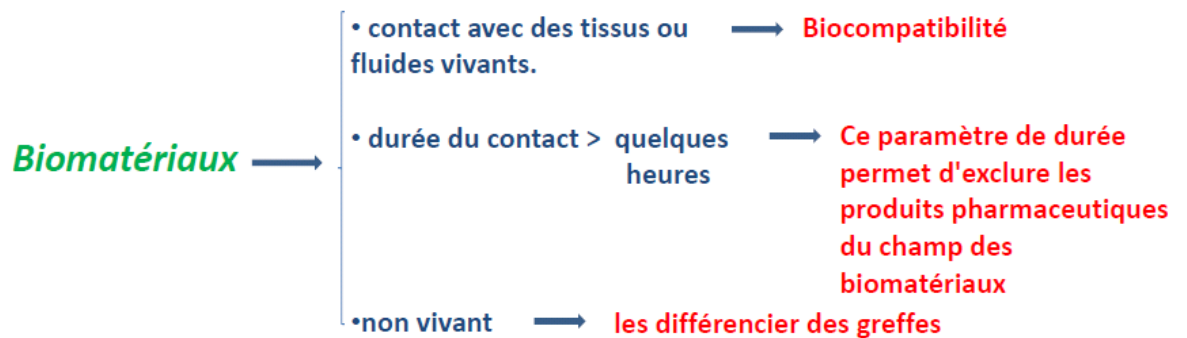
CHAPITRE**1****GÉNÉRALITÉ SUR LES
BIOMATÉRIAUX**

Ce chapitre a pour objectifs de donner des informations bibliographiques sur les bios matériaux, leurs caractéristiques et leurs applications industrielles. En effet, une vision claire sur les domaines d'applications, ainsi que des diverses données sur ces matériaux, permet de comprendre certains de leurs caractéristiques.

1. Qu'est-ce qu'un biomatériau ?

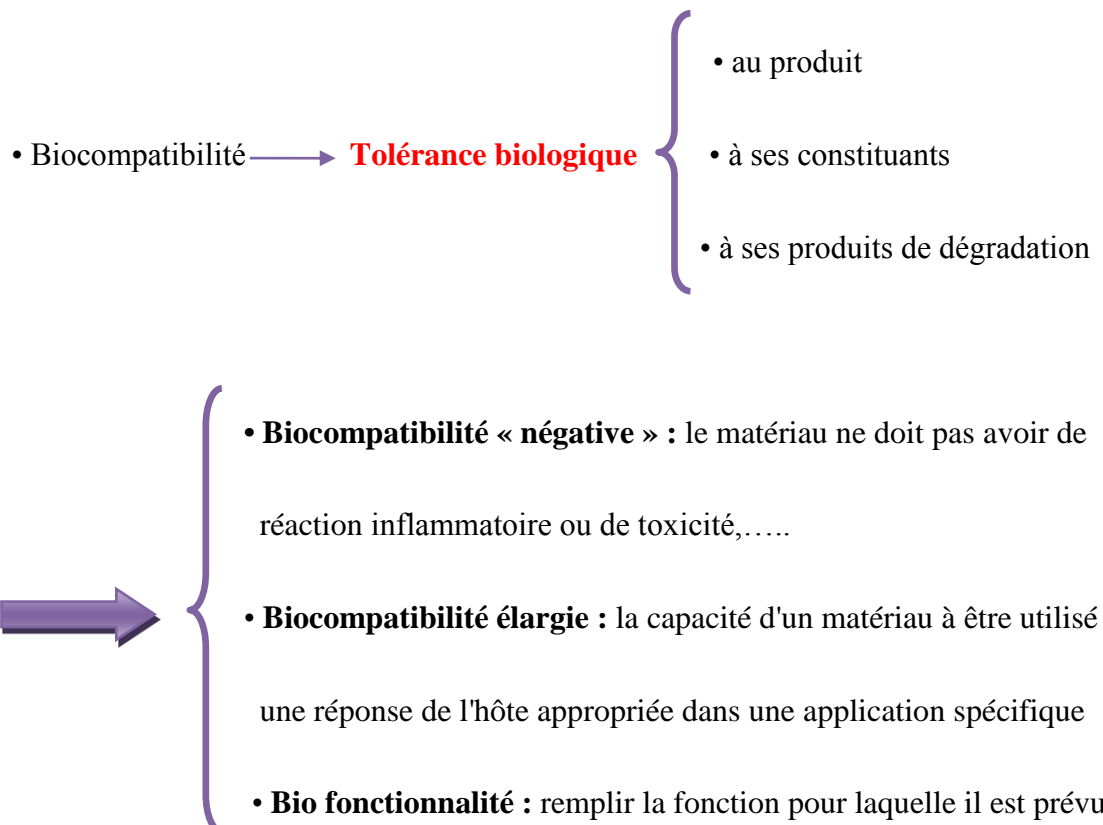
Tout matériau non vivant utilisé dans un dispositif médical et visant à remplacer, ou traiter, un tissu, un organe ou une fonction

Conférence de consensus – Chester - 1991



2. Exigences pour un biomatériau

.2.1 Exigences communes :



2.2. Exigences de certaines propriétés mécaniques :

Suivant la nature du produit :

- résistance à la rupture
- résistance à l'usure
- résistance à la fatigue
- résistance au fluage
- résistance au choc

Ce qu'il ne faut pas oublier :

Le biomatériau va se dégrader :

- **Corrosion des métaux**
- **Vieillessement des plastiques**
- **Détérioration mécanique**
 - débris
 - fissures
 - fractures

Le biomatériau va modifier :

- **Positivement** : adaptation tissulaire au nouveau régime des contraintes
- **Négativement** :
 - réactions inflammatoires
 - mort cellulaire
 - toxicité locale ou générale

3. Cahier des charges d'un biomatériau :

- Stérilisable
- Absence de risque de transmission de maladie infectieuse ou parasitaire
- Absence de réaction immunitaire
- Pas de toxicité du produit d'origine et de ses produits de dégradation
- Fabrication et stockage faciles
- Moindre coût

4. Grandes classes de biomatériaux :

- Dans ce chapitre nous décrirons les propriétés mécaniques, physico-chimiques et de biocompatibilité des différentes classes de biomatériaux ainsi que les domaines d'utilisation de chacune d'entre eux.

x

- Biommatériaux métalliques
- Biommatériaux céramiques et composites
- Biommatériaux polymériques
- Biommatériaux naturels

4.1. Les biommatériaux métalliques :

Par rapport à d'autres biommatériaux comme les céramiques et polymères, les biommatériaux métalliques ont la propriété d'être capable de supporter des contraintes élevées et aussi de nature cycliques

* C'est la raison pour laquelle ces alliages, par exemple ceux qui ont suffisamment de résistance à la fatigue de flexion, sont largement utilisés comme :

- substituts passive pour le remplacement des tissus durs (os) comme dans la prothèse totale de la hanche et du genou,
- aides à la guérison des fractures osseuses comme les plaques et les vis,
- des dispositifs de fixation vertébrale des implants dentaires en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion
- des implants dentaires en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et de résistance à la corrosion

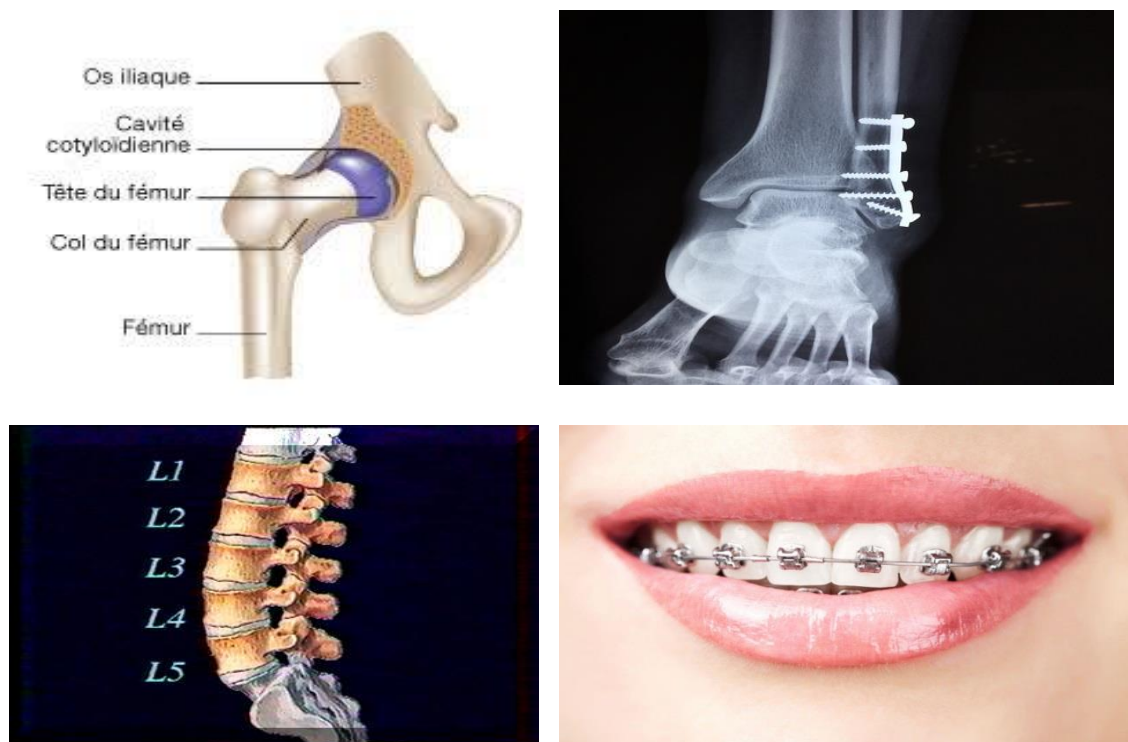


Fig 01 : les différentes utilisations des biomatériaux métalliques.

Les principaux problèmes mal résolus avec les métaux et alliages métalliques sont le

Suivants :

- corrosion électrochimique et durabilité,
- mécanismes de dégradation non électrochimiques incluant les interactions protéine/métal
- réactions immunitaires et d'hypersensibilité

- adaptation des propriétés mécaniques
- propriétés de frottements et problèmes de débris.

4.1.1. Application des bios matériaux métalliques

4.1.1.1. Les aciers inoxydables :

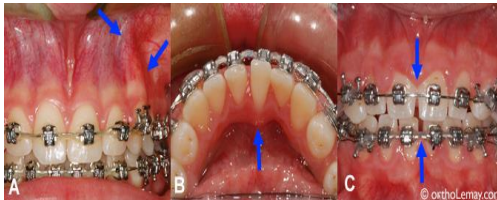
Parmi les biomatériaux métalliques, le plus important par les volumes est sans doute l'acier inoxydable, encore largement utilisé en chirurgie orthopédique



tige fémorale et tête en inox



Clous inox



Arc dentaire en acier Inoxydable



Vis orthopédique en inox



Prothèse de l'épaule

Fig 02 : les différents matériaux fabriqués par les aciers inoxydables.

4.1.1.2. Les alliages Cobalt-Chrome :

Il existe 2 types des alliages Cobalt-Chrome :

- 1- l'alliage Co-Cr-Mo destiné à être coulé
- 2- l'alliage Co-Ni-Cr-Mo façonné par forgeage à chaud

Les alliages coulables Co-Cr-Mo ont été utilisés pour plusieurs décennies dans la médecine dentaire et récemment pour la fabrication des implants articulaires.

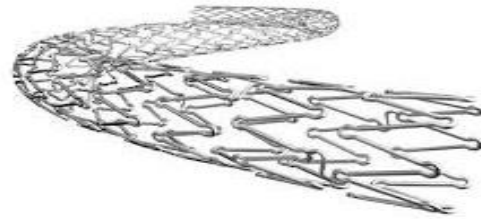
Les alliages forgeables Co-Ni-Cr-Mo sont relativement nouveaux et sont utilisés pour faire les tiges de prothèses pour les articulations lourdement chargés comme le genou et la hanche.



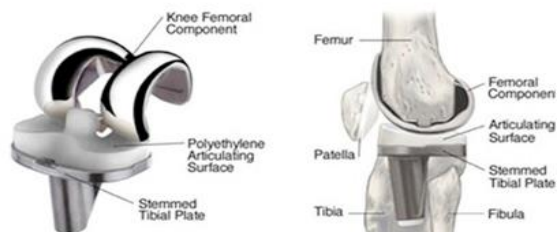
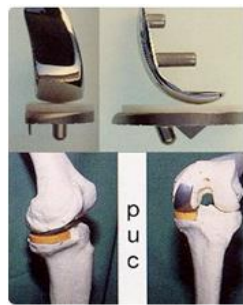
Implants dentaires en CoCr



Prothèse totale de la hanche en alliage CoCr (état après 38 ans d'implantation)



Stent en alliage CoCr d'épaisseur très réduite grâce aux propriétés mécaniques de l'alliage CoCr



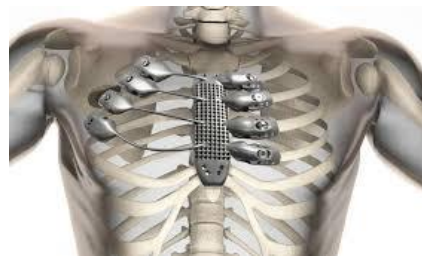
Prothèse totale de genou

Pièce fémorale en alliage de Chrome- Cobalt de bonnes capacités d'élasticité et de résistance.

Fig 03 : les différents matériaux fabriqués par alliages cobalte-chrome .

4.1.1.3. Le Titane et ses alliages :

Le titane est l'un des métaux les plus biocompatibles, avec l'or et le platine, c'est-à-dire qu'il résiste totalement aux fluides corporels.



Prothèse de côtes en titane expansible



Les tiges des prothèses de hanche



Systèmes de fixation en Titane : Tiges, plaques, vis, clous



La Prothèse tibiale est en générale en Titane Ti6Al4V

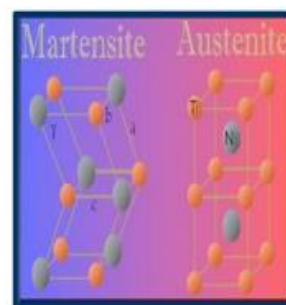
Fig 04 : les différents matériaux fabriqués par le titane et ses alliages.

4.1.1.4. Les alliages à mémoire de forme NiTi (ou Nitinol) :

-Alliage Nickel-Titane à presque 50%-50%

-Biocompatible

- Microstructure : Deux états de phase solide, une à haute température appelé MARTENSITE, et une autre stable à basse température appelé AUSTENITE

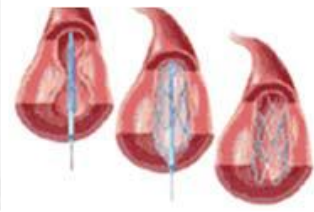
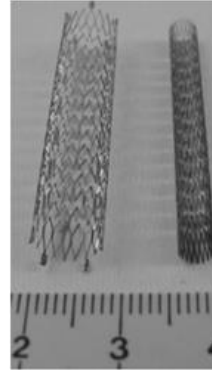
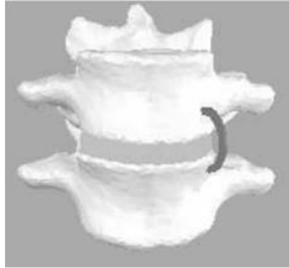


Réseau cristallin



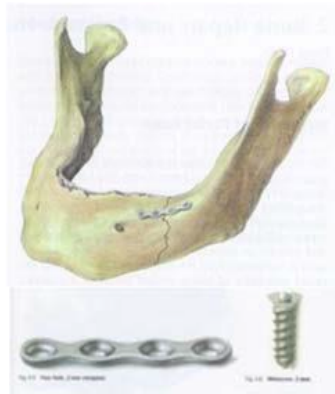
Avant l'intervention Après l'intervention

pince en Nitinol



Agrafe en AMF pour la correction de la scoliose idiopathique par modulation de la croissance

stent

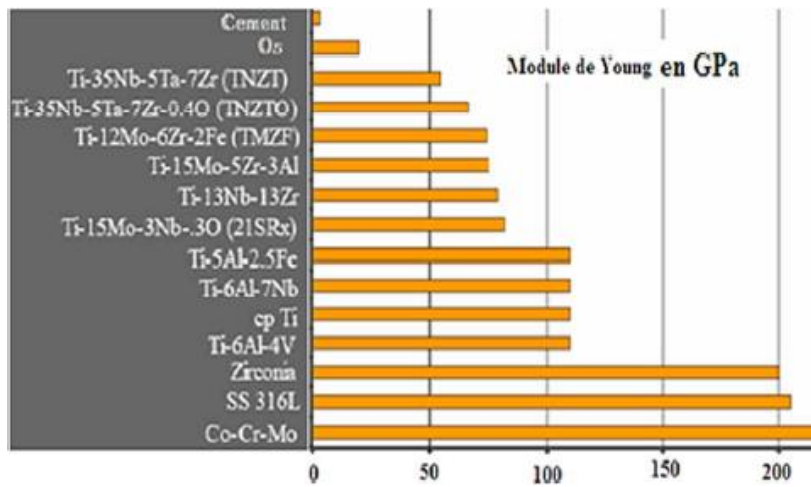


Plaque de fixation en AMF

Arc pour appareil dentaire

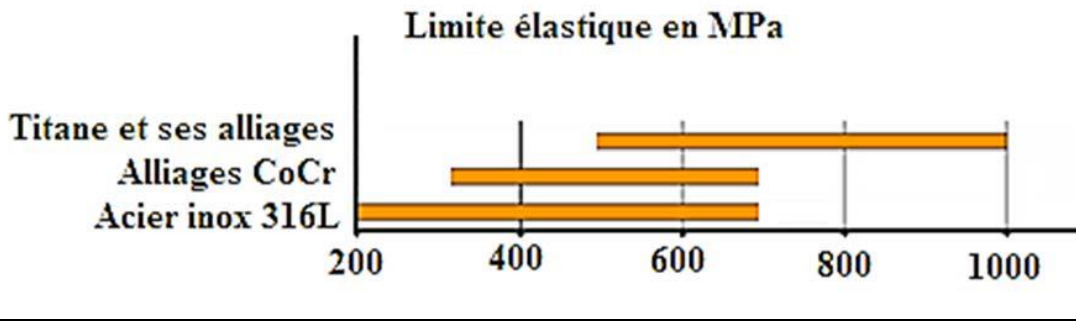
Fig 05 : les différents matériaux fabriqués par Alliage Nickel-Titane

4.1.2. Etude comparative :



densités des biomatériaux métalliques

Alliages	densité (g/cm ³)
Ti et ses alliages	4.5
316 acier inox	7.9
CoCrMo	8.3
CoNiCrMo	9.2
NiTi	6.7



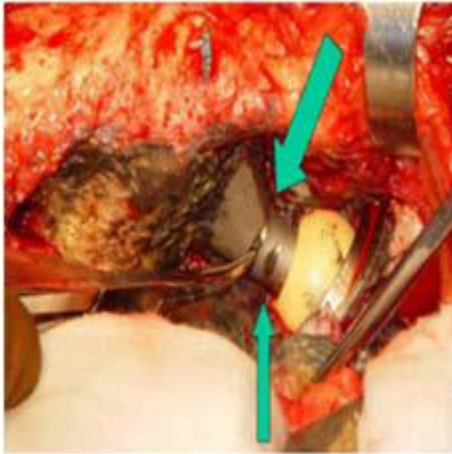
4.2. Les Céramiques :

La céramique est défini comme étant l'art et la science de fabriquer des pièces solides composées principalement de matériau non organique et non métalliques [Kingery et al., 1976]. Les céramiques utilisés dans la fabrication des implants peuvent être classés en deux catégories :

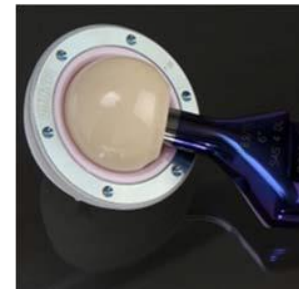
- Bio-inertes ou non résorbables (relativement inerte)
- Biodégradables ou résorbables (non inertes)



Prothèse dentaire



Prothèse totale de la hanche



Prothèse totale de hanche
Zircone-Zircone



Différentes formes de
substituts osseux de synthèse



Prothèse totale de hanche Alumine-
Alumine

Fig 06 : _les différents matériaux fabriqués par la céramique.

4.3. Les Polymères :

Les biomatériaux polymériques sont des polymères organiques (chaines de carbones et d'hydrogènes). L'enchaînement des unités répétitives peut se faire de façon linéaire (polymères linéaires), présentant des ramifications aléatoires (polymères branchés) ou systématiques et régulières (dendromètres).

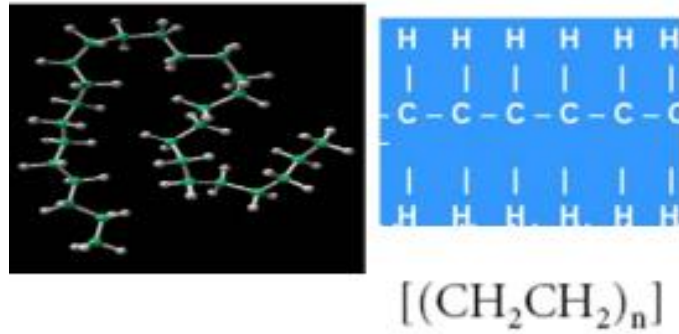
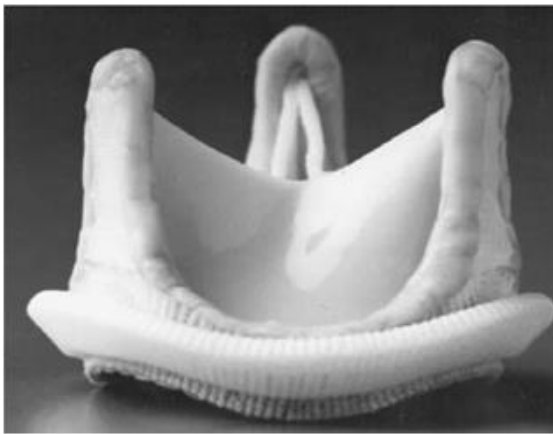


Fig 07: Polyethylene de type (UHMWPE)

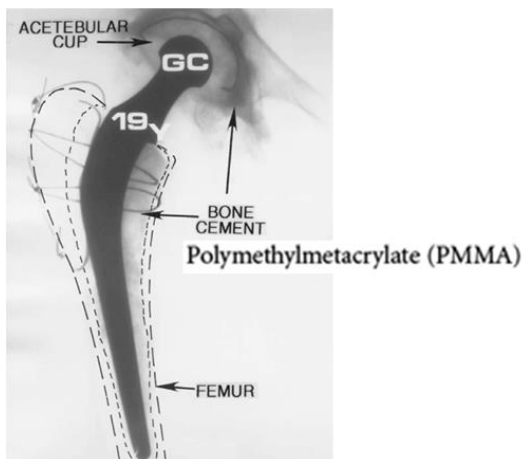
Les utilisations des polymères dans le domaine des biomatériaux sont extrêmement nombreuses. On peut citer parmi ces biomatériaux :



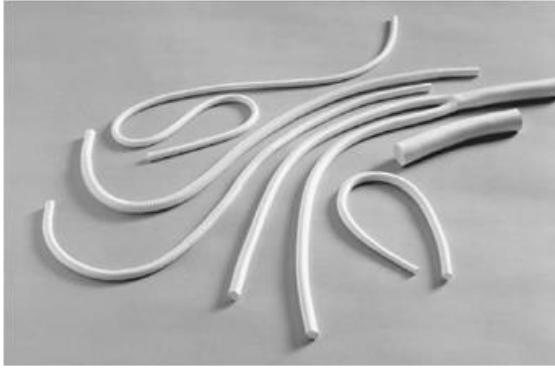
Valve cardiovasculaire



**Bouclier fémorale en CoCr
glisse sur un plateau tibial en
polyéthylène.**



Sten couvert



Greffes vasculaires



**Bouclier fémorale en CoCr
glisse sur un plateau**

Fig 08 : les différents matériaux fabriqué par polymères

4.4. Les biomatériaux naturels :

Le souci de biocompatibilité des implants a orienté les chercheurs vers des matériaux logiquement biocompatibles puisque d'origine naturelle.

- **la chitine**, polysaccharide extrait des coquilles de crabe, qui est susceptible d'application pour les fils de suture, la chirurgie reconstructive et la peau artificielle
- **les furanes**, polysaccharides extraits des algues marines (anticoagulants - anti complémentaires, etc...) ;
- **la cellulose**, traditionnellement utilisée pour les membranes de dialyse, mais dont d'autres applications sont à l'étude, notamment comme ciment de prothèse de hanche
- **le corail**, qui pourrait être utilisé en chirurgie orthopédique et/ou maxillo-faciale, grâce à la possibilité de recolonisation de ce matériau par les cellules osseuses ;
- **le collagène, d'origine animale (extrait de la peau) ou humaine (extrait du placenta humain)** et dont les applications existantes ou envisageables sont très nombreuses (cosmétologie et chirurgie esthétique, pansements et éponges hémostatiques, implants oculaires et pansements ophtalmologiques,...)

5. Domaines d'application des biomatériaux

Ophtalmologie :

lentilles, implants, coussinets de récupération, produits visqueux de chambre postérieure



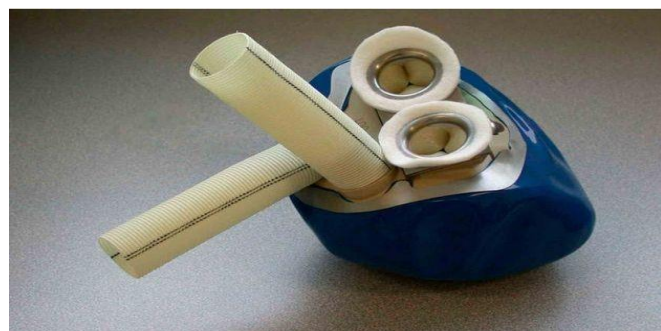
Chirurgie orthopédique :

prothèses articulaires (hanche, coude, genou, poignet,...), orthèses, ligaments et tendons artificiels, cartilage, remplacement osseux pour tumeur ou traumatisme, chirurgie du rachis, réparation de fractures (vis, agrafe, plaques, clous, broches), matériaux de comblement osseux injectable



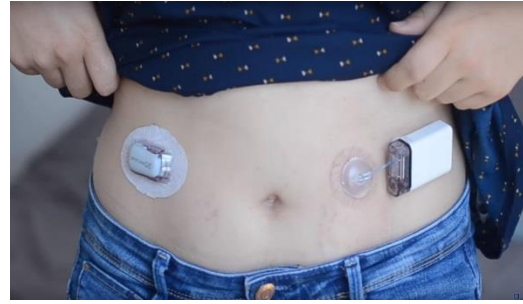
Cardiovasculaire :

valves cardiaques, matériel pour circulation extra - corporelle (oxygénateurs, tubulures, pompes, ...), coeur artificiel, assistance ventriculaire, stimulateurs cardiaques, prothèses vasculaires, matériels pour angioplastie luminale coronarienne et stents, cathéters endoveineux



Urologie/ nephrologie :

dialyseurs, poches, cathéters et tubulures pour dialyse péritonéale, rein artificiel portable

**Endocrinologie
chronotherapie :**

pancréas artificiel, pompes portables et implantables, systèmes de libération contrôlée de médicaments, biocapteurs

**Odontologie
stomatologie :**

matériaux de restauration et comblement dentaire et osseux, traitements prophylactiques, orthodontie, traitement du parodonte et de la pulpe implants, reconstruction maxillo -faciale



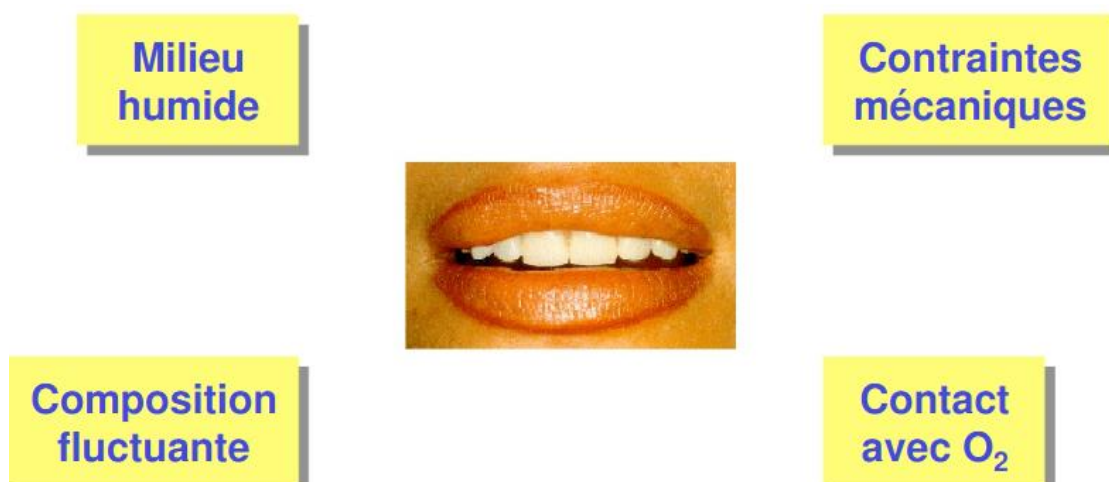
CHAPITRE**2****LES BIOMATÉRIAUX DENTAIRES**

Le chapitre II a pour objectifs d'étudier les différents types des biomatériaux dentaires produits dans les laboratoires ; de plus nous avons identifiés les échantillons de notre étude de recherche (La résine polyméthacrylate «PMMA», les céramiques feldspathiques, Les résines composites quartz aux résines époxy, les alliages métalliques cobalt-chrome et Nickel-chrome)

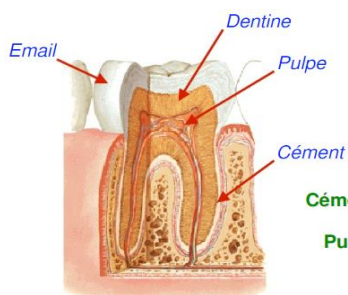
1. Introduction

Le dentiste analysera avec soin l'état de santé de la **cavité bucco-dentaire** de son patient et préconisera la solution qui lui sera la plus adaptée. Avant de passer à l'étude des types des biomatériaux utilisés pour traiter les problèmes dentaires, il faut d'abord renseigner le milieu buccal et les différentes sections de la dent, et connaître également les types de problèmes exposés aux dents pour trouver des solutions et puis on identifie les matériaux utilisés dans les traitements des dents dans le milieu buccal.

1.1. Le milieu buccal :



1.2. Composition et propriétés des Tissus dentaires :



	Email	Dentine	Cément
Densité (g/cm ³)	2.97	2.14	2.03
Conductibilité thermique (mcal / s . cm ² .(°C / cm))	2.23	1.36	
Limite proportionnelle (MPa)	353	167	
Limite de rupture (MPa)	384	297	
Module d'élasticité (GPa)	84.1	18.3	
Dureté Knoop (kg / mm ²)	343	68	40

Fig 09 : composition et propriétés des tissus dentaire.

1.3. Les différents problèmes de la dent :

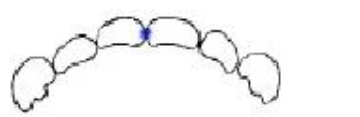
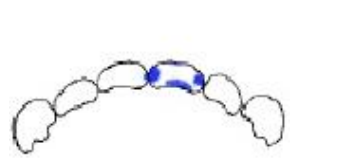
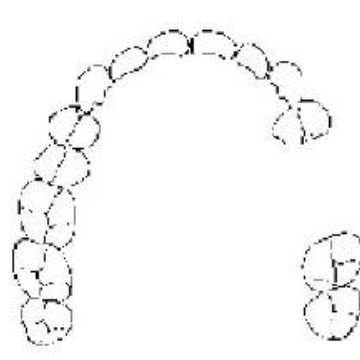
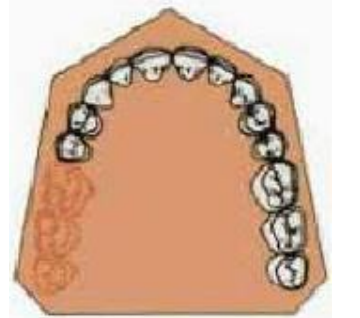
	<p>Atteinte carieuse légère</p>	<p>OBTURATION</p>
	<p>Atteinte carieuse importante</p>	<p>COURONNE CERA MO-METALLIQUE</p>
	<p>Edentation intercalaire (perte de deux dents)</p>	<p>PONT DE 4 ELEMENTS</p>
	<p>Indentation postérieure unilatérale</p>	<p>Deux solutions possibles : A) PROTHESE PARTI ELLE ADJOINTE B) IMPLANTS ET SUPRA- STRUCTURE</p>

Fig 10: Les différents problèmes de la dent

1.4. Les classes de cavités :

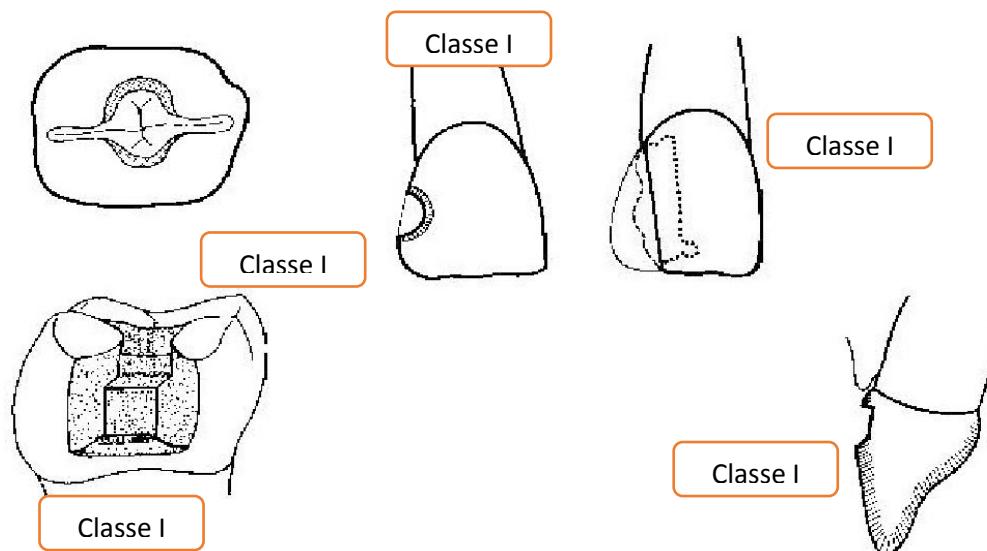


Fig 11 : Les classes de cavités

1.5. Les solutions possibles :



1.5.1. Obturation en amalgame :

Travail direct au fauteuil par le médecin

Deux composants à mélanger :

Poudre + liquide : p.ex.
ciments, amalgame, alginate

Deux pâtes : p.ex.
mat. d'empreinte, résines, composites
(obsolète)

Un seul composant un à activer
(lumière ou chaleur)

Une pâte (lumière) : p.ex.
résine composite, compomère

Un solide (chaleur) : p.ex.
Cire, composition thermoplastique,
hydro colloïde réversible



1.5.2. Couronne céramo-métallique :

Travail extemporané au laboratoire par le technicien

Deux Composants à mélanger

Poudre + liquide : p.ex.
Plâtre, résine synthétique pour
prothèse, revêtements

Poudre + liquide + chaleur :
porcelaine

Deux liquides : p.ex.
Résines époxy

Un composant unique

Chaleur : p.ex.
Alliages à couler, cire

Mécanique : p.ex.
blocs céramique

2. Le biomatériaux dentaires :

2.1. Définition des biomatériaux dentaires :

Un biomatériau dentaire est un ensemble des biomatériaux utilisés pour la réstoration des cavités dentaires dans le milieu buccal comme par exemple les résines composites les céramiques prothétiques les alliages dentaires ... ect



Fig 12 : Des biomatériaux dentaires

2.2. Classification des biomatériaux dentaires

Métaux	Alliages nobles Alliages nickel-chrome Alliages cobalt-chrome	Amalgames d'argent Or compacté
Céramiques	Porcelaine Inlays, onlays Sur métal Tout céramique Ciment au verre ionomère	
Polymères	Résines composites Classes I, II Acrylique - Elastomères Résines composites Cl. III,IV	

Tabl 01: Classification des biomatériaux dentaires

2.3. Les grands groupes de biomatériaux dentaires :



Fig 13 : les grands groupes des biomatériaux dentaires.

2.4. Dans quel cas utilisés chaque biomatériau dentaire (les avantages et les inconvénients) :

Chaque dent doit être évaluée individuellement afin de déterminer le meilleur matériau à utiliser.

Composites directe

Indications :

Lorsque la cavité à restaurer est de petite taille (moins de la moitié de la largeur de la dent).

Obturations



Antérieures

Fabrication :

La cavité est d'abord nettoyée et scellée avec une résine liquide. Le composite est ensuite inséré sous forme de pâte et polymérisé (durci) à l'aide d'une lumière intense. **Les composites sont fabriqués d'environ de 85% de particules de silice et de quartz ainsi que de 15% de résine.**

Avantage :

De couleur blanche, ils sont esthétiques. Ils sont beaucoup plus biocompatibles que les amalgames au mercure (environ 5000 fois plus). Ce matériau est l'alternative à l'amalgame la plus économique.

Désavantage :

Chez ceux qui grincent des dents, ils s'usent plus rapidement que les amalgames. **La dent peut demeurer légèrement sensible aux changements de température et à la pression au début.** Il faut voir le composite comme une restauration temporaire car les composites ont une durée de vie moyenne de huit ans.

Restaurations de céramique :**Indications :**

Lorsque la cavité ou la restauration à remplacer est plus volumineuse. Si la dent présente des signes de fragilité tels des fissures, c'est le matériau de choix car c'est la seule restauration qui redonne la solidité originale des dents.

**Fabrication :**

En une seule visite, photo numérique, conception par ordinateur et usinage.

Avantage :

Conservation optimale de la structure dentaire saine avoisinante. Très esthétiques, elles redonnent 98% de la solidité originale à la dent. Elles sont également plus résistantes à la fracture et à l'usure. C'est le type de restauration dentaire le plus durable.

Désavantage :

Coût plus élevé.

Restaurations en or**Indications :**

L'or résiste mieux que la céramique lorsqu'il est en couche mince. Ce matériau sera donc tout indiqué lorsque l'espace disponible pour le matériau de restauration est limité et que nous souhaitons recouvrir une ou plusieurs cuspides fragiles (les pointes des dents postérieures).

**Fabrication :**

Nécessairement au laboratoire – en deux rendez-vous.

Préparation :

À peine plus extensive que pour les composites directs, elle permet de rester très conservateur sur l'épaisseur du matériau, tout en étant beaucoup plus durable que les composites.

Avantage :

Restaurations très solides et durables, très douces pour la dent ou la restauration opposée, plus résistantes que la céramique lorsqu'employée en couche mince.

Désavantage :

Moins esthétiques. Les incrustations en or peuvent nécessiter une recimentation à l'occasion. **Les métaux peuvent augmenter les courants électriques dans la bouche,**

c'est pourquoi l'or n'est pas recommandé s'il y a d'autres métaux à proximité (amalgames, partiels, etc.). Coût élevé.

Couronnes

Indications :

Lorsque la restauration ou la cavité est très extensive et la dent doit être protégée par une structure plus forte. Si une réhabilitation complète de la bouche est nécessaires car les dents sont très usées ou brisées, il sera plus pratique de restaurer les dents avec des couronnes de laboratoire.



Fabrication :

La majorité des couronnes de céramique peuvent être réalisées en une seule séance à l'aide de la technologie. Par ailleurs, pour certains travaux plus élaborés ou lorsque l'esthétique exige un travail de précision, les couronnes sont réalisées au laboratoire. Le centre de la dent est reconstruit en **composite** et l'extérieur de la dent est meulé. La couronne (genre de chapeau qui recouvre la dent) peut être fabriquée toute en **porcelaine**, toute en **or ou en or recouvert de porcelaine**.

Avantage :

Bonne protection à long terme. Très esthétique lorsque la porcelaine est utilisée. Excellente fonction et durabilité.

Désavantage :

Moins de conservation biologique de la dent (6% de risque de traitement de canal). Coût élevé.

2.5. Durées de vie caractéristiques et comparaisons :

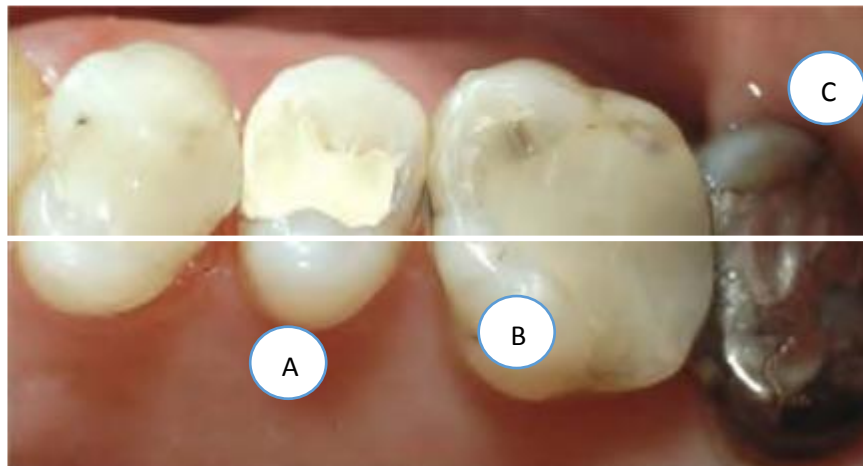


Fig 14 : Représentation d'une série de dents restaurées avec (a) un ciment, (b) par une résine composite et (c) par un matériau métallique (amalgame).

+/- 8 ans	Résines composites, classes I & II, Ciments au verre ionomère
+/- 10 ans	Résines composites, cl. III, IV, V, Inlays et onlays en porcelaine
+/- 13 ans	Couronne Jacket en porcelaine
+/- 14 ans	Amalgame d'argent
+/- 15 ans	Couronnes en porcelaine alumineuse
+/- 20 ans	Couronne céramo-métallique, Restaurations coulées en or (inlays, onlays, couronnes)
+/- 24 ans	Aurifications (or compacté dans la cavité)

Tab 2 : Durées de vie caractéristiques et comparaisons.

3. Etude générale sur les échantillons utilisés :

3.1. la résine dentaire (Polyméthylmethacrylate) :

Le disque de PMMA est fait de méthacrylate de Polyméthyl spécial, qui a augmenté la translucidité et les propriétés mécaniques supérieures. Il est conçu pour de production de

longs ou à court terme remplacements provisoires de restaurations, cimenté ou par vis maintenue.



Bloc clair de la couleur PMMA pour les accolades



Disque provisoire Pmma
davantage que la force
50MPA

Fig 15: la résine dentaire (Polyméthylméthacrylate)

Avantages :

- Résistance de recourbement,
- Biocompatibilité,
- Stabilité de la couleur,
- Excellente capacité de fraisage
- Couleurs naturelles de gradient

3.2. La résine composite dentaire à base du quartz aux résines époxy :

En odontologie, on appelle **résine composite** un matériau constitué d'une **matrice organique résineuse** et d'un renfort constitué de **charges**. La cohésion entre ces deux matériaux est assurée par un agent de couplage, un **silane**

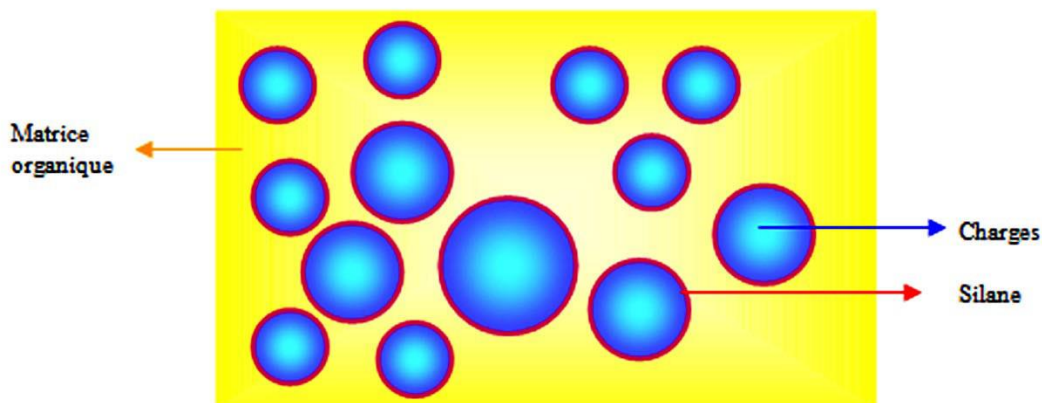


Fig 16 : Représentation schématique d'une résine composite

Les problèmes esthétiques et électrochimiques des amalgames, la fragilité, la solubilité et la mauvaise biocompatibilité des silicates et des résines PMMA (Poly Methyl Methacrylates), ont conduit au développement d'un nouveau type de matériau dans les années 60 : les résines composites. Celles-ci ont donc été développées pour palier notamment les insuffisances esthétiques des obturations précédentes : Les silicates et les résines acryliques.

1953 : Bowen ajoute des charges de quartz aux résines époxy,

1955 : Buonocore introduit la notion de « mordantage »

1956 : Bowen crée le Bis-GMA (diméthacrylate glycidique de bisphénol A),

1962 : Bowen dépose le brevet du Bis-GMA.



Fig 17 : les différents problèmes esthétiques et électrochimiques des amalgames

Depuis les années 70, le **quartz silice** (SiO_2) a été la charge la plus fréquemment utilisée car il est très stable chimiquement et a un indice de réfraction élevé. Cependant, il n'est pas radio opaque, il possède un coefficient d'expansion **thermique élevé**, sa structure cristalline implique une géométrie des particules avec des arêtes agressives qui confèrent au matériau composite un pouvoir abrasif, le rendant difficile à polir. Par contre, le silane se lie plus facilement au quartz qu'au verre, ce qui permet une meilleure stabilité de teinte et le quartz est moins sensible à l'érosion.

3.3. La céramique dentaire de type feldspathique :

Les propriétés finales des prothèses en céramique, 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 ces propriétés. Un même procédé de mise en forme peut être utilisé pour différents matériaux. Il est donc indispensable d'établir une classification basée sur : (1) **la composition chimique**, (2) **la microstructure** et (3) **les procédés de mise en forme**.

3.3.1. Classification selon la composition chimique :

Présentation générale des 5 types de matériaux

- 1- céramiques feldspathiques :
- 2- vitro-céramiques :
- 3- Céramiques ou plutôt verres hydrothermaux
- 4- Céramiques alumineuses
- 5- Céramiques à base d'oxyde de zirconium (zircone)

3.3.2. Définition de céramique de feldspathiques :



Fig 18 : facette en céramique feldspathique.

Ce sont les céramiques traditionnelles destinées à l'émaillage des coiffes céramo-métalliques. De nouvelles céramiques feldspathiques à haute teneur en cristaux de leucite, ont une résistance mécanique améliorée et un coefficient de **dilatation thermique augmenté**. Elles peuvent être, dans certaines situations cliniques, utilisées sans armature.

3.4. Les alliages dentaires :



Les alliages dentaires métalliques, se caractérisent par une résistance élevée à la traction et par une excellente usinabilité et propriété mécanique qui permettent de réaliser surfaces lisses et compactes. Il y a plus de 20 types d'alliages, des plus tendres aux moyens, moyens-dur et durs, et tous assurent une formation d'oxyde réduite. Nous avons choisis l'alliage de l'**alliage Ni-Cr** (Chrome Fer Nickel) (CrNiFe).et l'**alliage Co-Cr** (Chrome Cobalt Molybdène) (CrCoMo). Pour notre étude de recherche

3.4.1. L'alliage cobalt chrome :



Alliage Chrome Cobalt
CoCr pour stratification
céramo-métallique

est un alliage chrome cobalt pour la réalisation de couronne et bridge recouvert de céramique ou d'un matériau acrylique. Avec ses propriétés techniques remarquables et sa performance optimale de coulée, il offre une procédure facile et simple. Grâce à sa structure moléculaire extra fine, on obtient, après la procédure de coulée, des surfaces lisses et compactes. L'alliage, sans beryllium, indium et gallium, est hautement résistant à la corrosion. il se démarque par ses caractéristiques : Compatible avec les céramiques les plus courantes du marché : expansion thermique de $14,1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Propriétés de manipulation remarquable : fluidité optimale. Une structure moléculaire extra fine : surface lisse et compacte après coulée. Formation d'oxyde réduite : esthétique améliorée.

3.4.2. L'alliage Ni-Cr (Magnum Ni-Cr-Fe) :



Les alliages pour bridges et couronnes présentent une excellente résistance à la corrosion et une biocompatibilité idéale, comme en témoigne les tests médicaux. Il existe trois types d'alliage pour les bridges et couronnes : un à base de cobalt-fer, appelé Magnum Ductile, qui se démarque par son degré de dureté élevé, mais également par une excellente résistance à la corrosion ; un deuxième alliage à base de nickel-chrome, appelé Magnum Adamanta 2, qui présente une dureté inférieure ; et enfin un troisième alliage à base de nickel-fer, appelé **Magnum Ni-Cr-Fe**, caractérisé par une dureté inférieure et un coût réduit.

CHAPITRE**3****LES TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES**

Le chapitre III a pour objectifs d'étaler les diverses techniques utilisées pour la caractérisation des échantillons de notre étude de recherche (DRX, FTIR, XRF), et enfin de définir l'intérêt de chaque technique de caractérisations.

1. Le traitement thermique appliqué sur les échantillons

La poudre des dents broyées à été calcinée à l'air à des températures 100 °C dans un four à moufle prothèrm selon le mode opératoire de traitement thermique suivant :

- La température spécifiée (température de chauffage) est 10 K / min,
- Maintenu pendant à 1 h la température de calcination,
- Refroidir rapidement à la température ambiante (refroidissement à l'air).

L'incertitude de la température était de $\Delta T = \pm 2$ K.

2. Les techniques de caractérisations

2.1. Analyse par diffraction des rayons x (DRX)

2.1.1. Introduction

Les rayons X sont une forme de rayonnement électromagnétique à haute fréquence. La plage de longueurs d'onde correspondante est comprise approximativement entre 5 pico mètres et 10 nanomètres. L'énergie de ces photons va de quelques eV (électronvolt), à plusieurs dizaines de MeV. La distinction entre les rayons X et les rayons gamma (qui sont de même nature et d'énergie semblable) vient de leur mode de production : les rayons X sont des photons produits par les électrons des atomes alors que les rayons gamma sont produits par les noyaux des atomes

2.1.2. L'Objectifs

- ✓ Du point de vue qualitatif, les techniques de diffraction par des matériaux pulvérulents permettent :
- ✓ Déterminer la composition chimique de la poudre en comparant le spectre obtenu avec ceux contenus dans une base de données.
- ✓ Déceler la présence d'impuretés.

Tester la cristallinité du matériau...

- ✓ De point de vue quantitatif, ces méthodes permettent d'étudier :

Les paramètres cristallins a, b, c, α , β , γ .

- ✓ Des mélanges de poudres, des solutions solides.
- ✓ La présence d'un éventuel désordre structural.

- ✓ L'évolution en température des paramètres de l'échantillon

2.1.3. Le Principe de fonctionnement du diffractomètre :

Cette méthode permet de retrouver les paramètres de maille d'un cristal. On pile dans un mortier un cristal afin de le réduire en poudre très fine, et de faire ainsi apparaître beaucoup de tout petits cristaux de l'entité chimique, dits cristallites. On fixe cette poudre sur une lame de microscope avec du ruban adhésif double face, et on opère la diffraction, en introduisant cette lame dans la chambre d'un générateur de rayons X



Fig 19 : Principe de fonctionnement d'un diffractomètre.

2.1.4. Matériel utilisé :

La diffraction de rayons X c'est une technique de base pour la caractérisation des matériaux, elle permet de déterminer les phases minérales micro et poly-cristallines des matériaux. Notre analyse de diffraction des rayons X a été effectuée avec un diffractomètre PANalytical X'Pert ProMRD (Fig.29) avec Cu K α de rayonnement ($\lambda = 0,15418$ nm).



Fig 20 : Diffractomètre PANalyticalX'PertProMRD

2.1.5. Préparation des échantillons

Si l'échantillon n'est pas monocristallin, on utilise une autre technique qui est la diffraction sur poudre. On observe des cercles concentriques au lieu des taches de diffractions

Cette technique permet une analyse rapide et non destructive d'un mélange de phases cristallines. Elle est donc très largement utilisée dans de nombreux domaines tels que la minéralogie, la biologie, l'archéologie, la pharmacologie, ...

Poudres cristallines

Une poudre est constituée de microcristaux présentant idéalement toutes les orientations cristallines possibles. Il en résulte que l'espace réciproque observé pour un monocristal est projeté selon une seule dimension. L'image de diffraction d'une poudre formée d'une phase cristalline est constituée de cercles spécifiques de la phase. Un diffractomètre peut donc être considéré comme une empreinte digitale d'une phase cristalline



Fig 21 : Échantillons sous atmosphère inertes supports

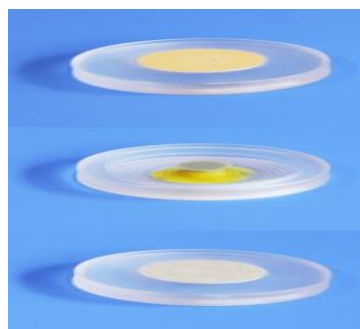


Fig 22 : Echantillon des poudres sur défient supports

2.1.6. Exemple d'un spectre DRX :

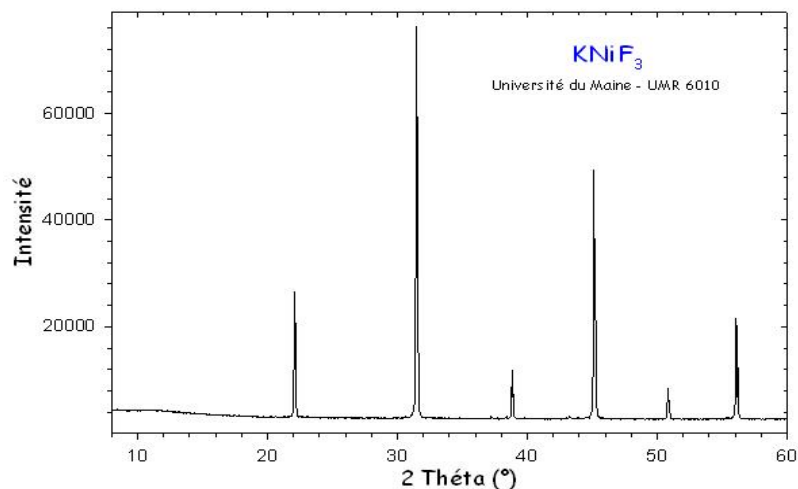
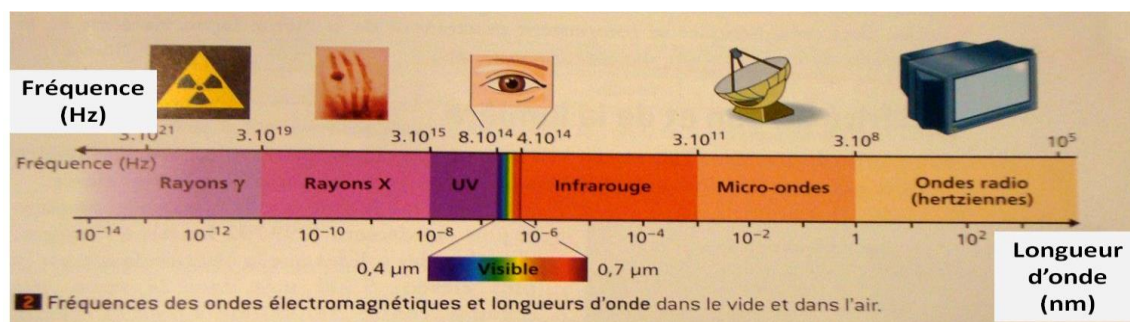


Fig 23 : Exemple de l'analyse par diffraction des rayons x de KNiF₃

2.2. Analyse par Spectroscopie infrarouge (FTIR)

2.2.1. Introduction

Le rayonnement infrarouge (IR) fut découvert en 1800 par Frédéric Wilhelm Herschel. Ces radiations localisées au-delà des longueurs d'onde dans le rouge, sont situées entre la région du spectre visible et des ondes hertziennes. Le domaine infrarouge s'étend de 0,8 μm à 1000 μm . Il est arbitrairement divisé en 3 catégories, le proche infrarouge (0,8 à 2,5 μm) soit 12500-4000 cm^{-1}), le moyen infrarouge (2,5 à 25 μm soit 4000-400 cm^{-1}) et le lointain infrarouge (25 à 1000 μm soit 400-10 cm^{-1})



Plus la fréquence est élevée, plus la longueur d'onde est courte

Fig 24: Les différents domaines de rayonnements

2.2.2. Objectifs

- ✓ La spectrométrie infrarouge est l'un des outils les plus utilisés pour la caractérisation et l'identification des molécules organiques.
- ✓ La spectrométrie IR est une méthode de caractérisation rapide et sensible de la plupart des molécules existantes
- ✓ La spectrométrie infrarouge s'utilise principalement pour l'analyse qualitative d'une molécule en mettant en évidence la présence de liaisons entre les atomes (fonctions et groupements)

2.2.3. Principe de fonctionnement de l'appareil FTIR

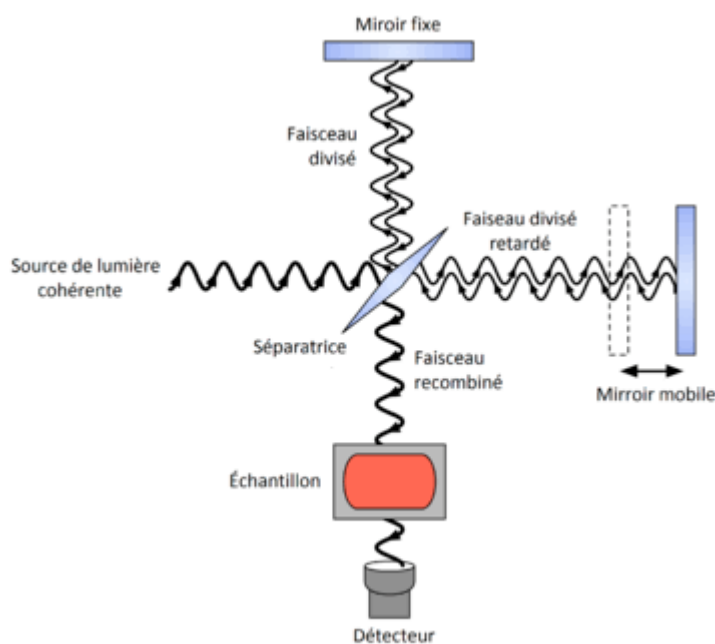


Fig 25 : Principe de fonctionnement de la spectroscopie infra rouge

La spectroscopie IR est basée sur l'interaction de la lumière IR avec le nuage électronique des liaisons chimiques. Généralement dans la majorité des spectroscopies optiques comme la spectroscopie de fluorescence, l'absorption d'énergie permet à un électron d'une liaison chimique de passer d'un état fondamental à un état excité. Dans le cas de la spectroscopie d'absorption IR, le rayonnement émis par la source polychromatique n'est généralement pas assez énergétique pour provoquer des transitions électroniques, mais il induit des transitions entre les niveaux d'énergie vibrationnelle. La transition vibrationnelle est également observée lors de la diffusion Raman qui est une spectroscopie de diffusion inélastique utilisant une radiation monochromatique (laser) pour exciter les électrons d'une liaison chimique. Lors de cette interaction il y a émission de radiation as des longueurs d'onde différentes de celle de la radiation incidente.

2.2.4. Matériel utilisé

La spectroscopie infrarouge est un moyen de diagnostic permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule. Les spectres IR ont été obtenus en utilisant un spectromètre Perkin-Elmer (Fig.34) avec une résolution de 8 cm^{-1} . Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a été utilisé dans la **technique** du mode de transmission dans la gamme $200\text{-}4000\text{cm}^{-1}$. Pour chaque échantillon, 120 scans ont été utilisés.



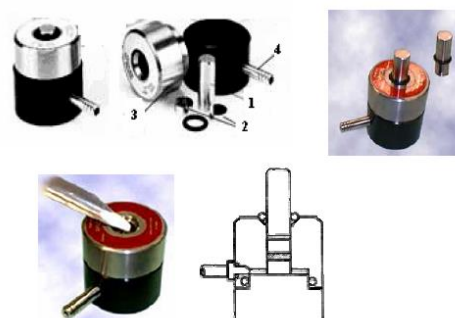
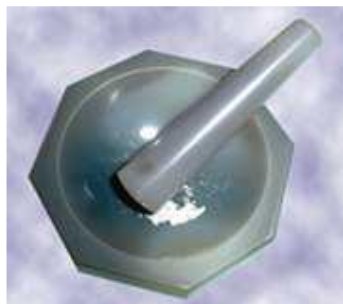
Fig 26 : Spectromètre infra rouge Perkin-Elmer

2.2.5. Préparation des échantillons



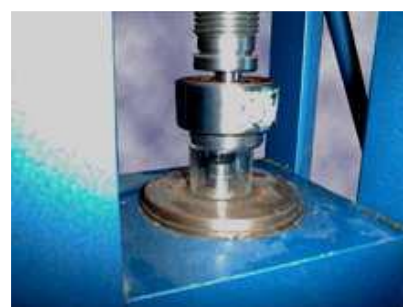
Fig 27 : Matériels utilisés pour Préparation des échantillons

- Moule a pastiller
- KBr
- Mortier en agathe
- Presse hydraulique
- Support pour pastille



Etape 1 : 0,5 à 2 mg de la substance à analyser sont mélangés avec 100 mg de dispersif (KBr, KCl, Cs Cl, CsI ...) dans un mortier en agathe. Le mélange est broyé très finement.

Etape 2 : Mélange : dans un moule ou pastilleuse



Etape 3 : Moule sous la presse Pression de 8 tonnes 2 à 5 minutes Connexion latérale : faire le vide

Etape 4 : Faire sortir les pastilles métalliques du moule en utilisant une bague d'extraction.



Etape 5 : Séparer maintenant les deux pastilles de métal pour obtenir la pastille de solide qui devrait être transparente.

Etape 6 : Placer la pastille dans le support et ensuite l'anneau pour la maintenir en place.

2.2.6. Exemple des spectres infra-rouge

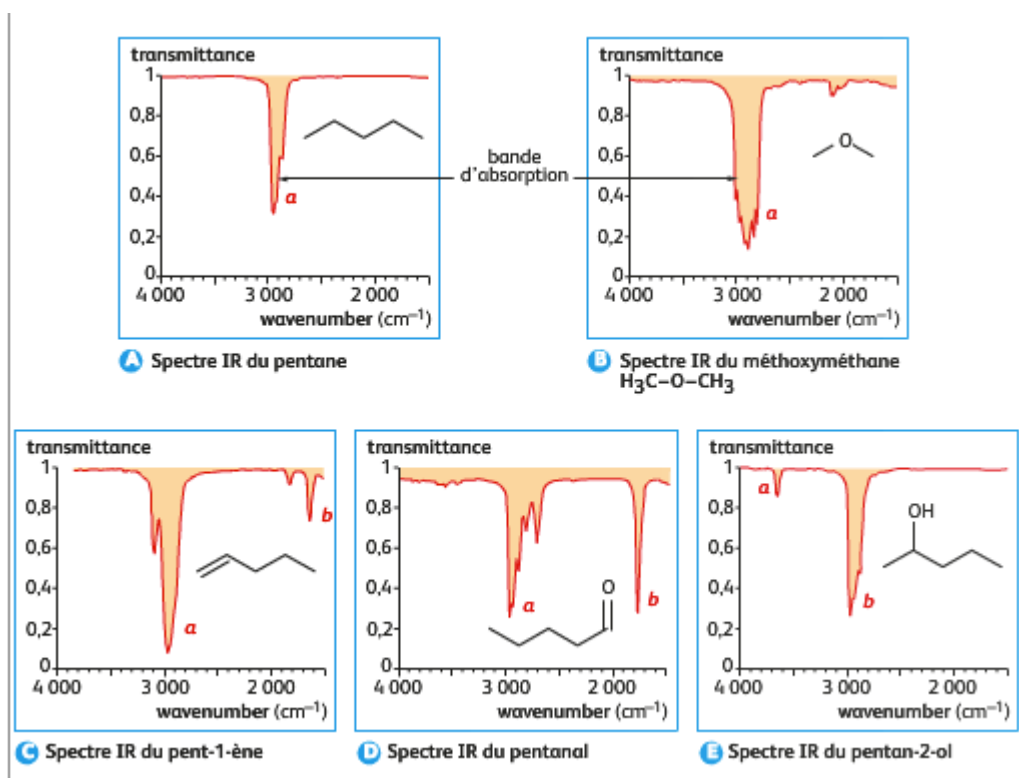


Fig 28: Exemple d'analyse infra-rouge

2.3. Analyse par Fluorescence x (XRF) :

2.3.1. Introduction :

La spectrométrie de fluorescence X est une méthode d'analyse chimique utilisant une propriété physique de la matière.

Lorsque l'on bombarde de la matière avec des rayons X, la matière réémet de l'énergie sous la forme, de rayons X ; c'est la fluorescence X, ou émission secondaire de rayons X. Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments.

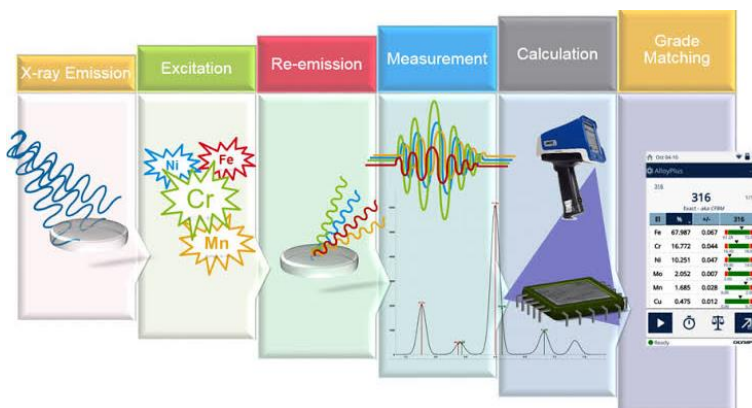


Fig 29 : Analyse par Fluorescence x (XRF)

2.3.2. L'objectif :

- C'est donc une méthode d'analyse de surface (par comparaison, la fluorescence X analyse entre quelques microns et quelques millimètres et l'échantillon).
- C'est une méthode d'analyse utilisée pour la détection et la quantification des éléments présents dans des échantillons liquides, solides ou en poudre.
- Elle permet de doser tous les éléments dont le numéro atomique « Z » supérieur ou égal à 13 ($Z < 13$).
- Elle est plus utilisée dans l'analyse des échantillons biologiques : La matrice biologique est principalement composée de matériaux organiques, les éléments majeurs sont des éléments légers, qui ne donnent aucun signal dans un spectre X.

2.3.3. Le principe de fonctionnement de la fluorescence x :

Le principe de la fluorescence X est montré dans la figure. Un électron des couches internes est excité par un photon de la région des rayons X.

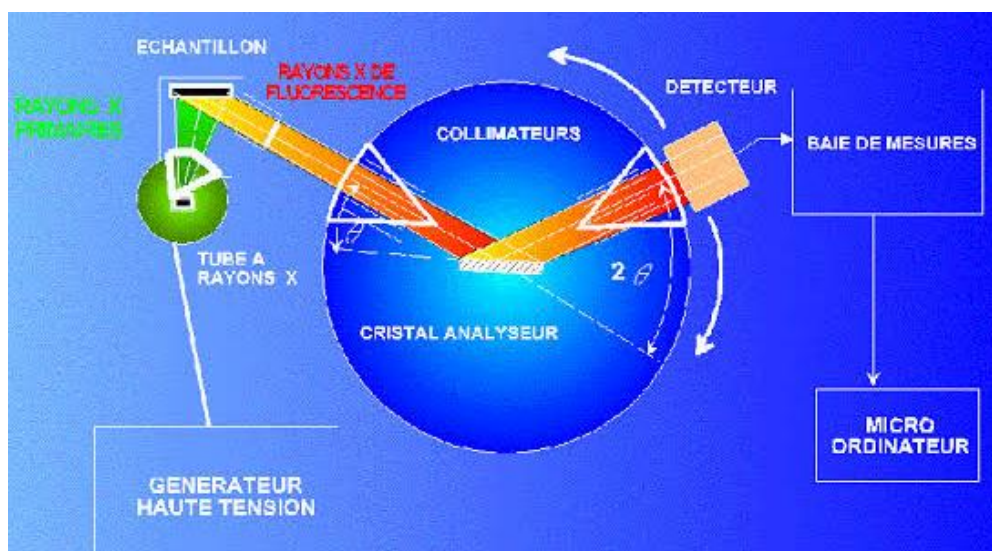


Fig 30 : Le principe de fonctionnement de la fluorescence x

- Pendant le processus de désexcitation, un électron saute d'un niveau d'énergie supérieur pour remplir la lacune ainsi formée. La différence d'énergie entre les deux couches apparaît comme un rayon X émis par l'atome.
- Le spectre des rayons X accumulé pendant ce processus révèle un certain nombre des pics caractéristiques. Les énergies des pics nous permettent d'identifier les éléments présents dans l'échantillon (analyse qualitative), tandis que les intensités des pics fournissent la concentration relative ou absolue (analyse semi quantitative ou quantitative).

2.3.4. Matériel utilisé :

Un système typique pour la spectroscopie XRF contient une source de radiation primaire (d'habitude un radio-isotope ou un tube X) et un équipement pour la détection des rayons X secondaires. Notre analyse de fluorescence X a été effectuée avec la Appareil de fluorescence X de marque Bruker-AXS. La résolution des spectres (les raies sont

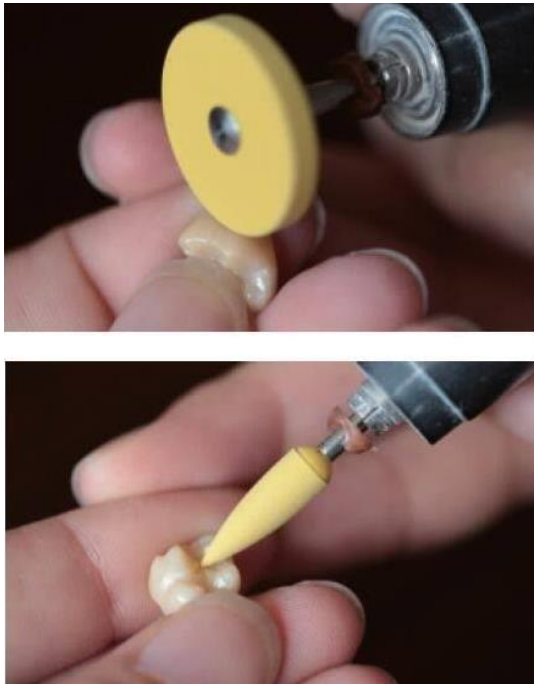
beaucoup plus fines), la raie $K K\alpha$, située à 3,3 keV, a typiquement une largeur de 3 eV (contre 150 eV en EDS).



Fig 31: Appareil de fluorescence X de marque Bruker-AXS

2.3.5. Préparation des échantillons :

1. Le broie d'échantillon avec des appareils différents pour obtenir une poudre de plus en plus fine.





2. Le reste de La méthode de préparation de l'échantillon est la même comme l'analyse FTIR

2.3.6. Exemple de spectre fluorescence x :

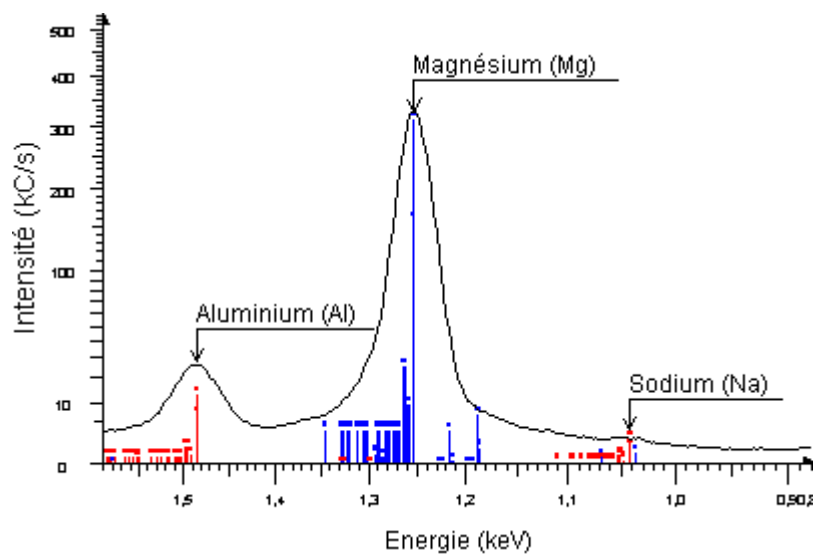


Fig 32 : Spectre de fluorescence x d'un échantillon métallique

CHAPITRE**4****RÉSULTATS ET DISCUSSIONS**

Lorsque on applique un traitement thermique (chauffage jusqu'à 100 °C) sur les biomatériaux dentaires suivants (Les alliages métalliques, Les résines, Les composites, Les céramiques).

Nous avons étudié l'influence de la température de cuisson ou la résistance thermique des différents échantillons en fonction des analyses mentionnées déjà dans le chapitre III ; l'autre objectif dans ce chapitre est de connaître la composition chimique des échantillons de notre étude de recherche.

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter et interpréter les résultats obtenus sur les matériaux utilisés pour la fabrication des prothèses dentaire. Des résines, céramiques ainsi que des alliages métalliques avec des compositions inconnues pour les dentistes et les prothésistes. Ces échantillons ont été caractérisés par la diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) et La Fluorescence X.

2. Caractérisation par la technique de diffractions des rayons X (DRX) :

On a ramené chez les dentistes et les prothésistes des prothèses dentaires. Ces matériaux sont des dents synthétiques fabriquées dans leur laboratoire soit en résine, céramique ou résine composite dont la composition chimique est inconnue. Les pectres DRX des échantillons utilisés pour la fabrication des prothèses dentaires sont représentés sur les figures ci-dessous.

2.1. Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine dentaire :

Après le broyage de la dent en résine, nous avons analysé la poudre en résine par la technique de diffraction des rayons X (DRX) pour identifier les phases en présence. La figure (III.1) ci-dessous représente la DRX de la résine dentaire.

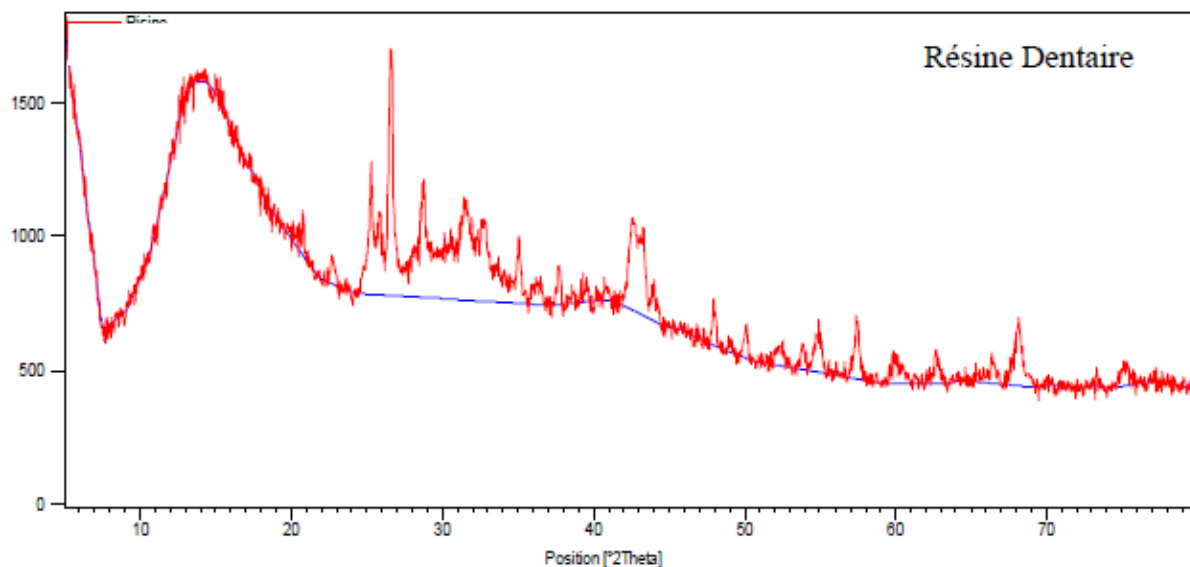


Fig 33 : Le spectre DRX de la résine dentaire.

L'analyse DRX de la résine dentaire a montré la présence des phases d'un composé organique qui est le (Polyméthacrylate) (($C_5H_8O_2$) n).

Les pics observés entre 8 et 41° sont tous des pics de diffraction assignés à ceux de ce composé (Polyméthacrylate) (($C_5H_8O_2$) n). Les pics autour de 8.335°; 14.509°; 20.352°; 22.491°; 29.455°; 41.989° correspondent aux pics de cette structure (ASTM (00-013-0835)).

La figure (III.1) présente l'intensité importante des raies qui nous renseigne sur les phases cristallines Du polyméthacrylate de méthyle. Aucune seconde phase due à un autre élément n'a été observée dans les spectres. Donc les résultats d'analyse DRX confirme que la résine dentaire est bien le polymère Polyméthacrylate de méthyle (PMMA).

La liste des pics :

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1				10,60000	8,335	25,0
2				6,10000	14,509	100,0
3				4,36000	20,352	25,0
4				3,95000	22,491	75,0
5				3,03000	29,455	25,0
6				2,15000	41,989	25,0

2.2- Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine dentaire après traitement thermique à 100 °C :

L'échantillon en poudre de la résine a été recuit à 100 °C dans un four à moufle puis caractérisés par DRX. Pour étudier l'effet de la température élevée dans milieu buccal sur les propriétés structurales de cette résine on va comparer les pics de la résine avec et sans recuit. On a obtenu le spectre suivant (figure (III.2)).

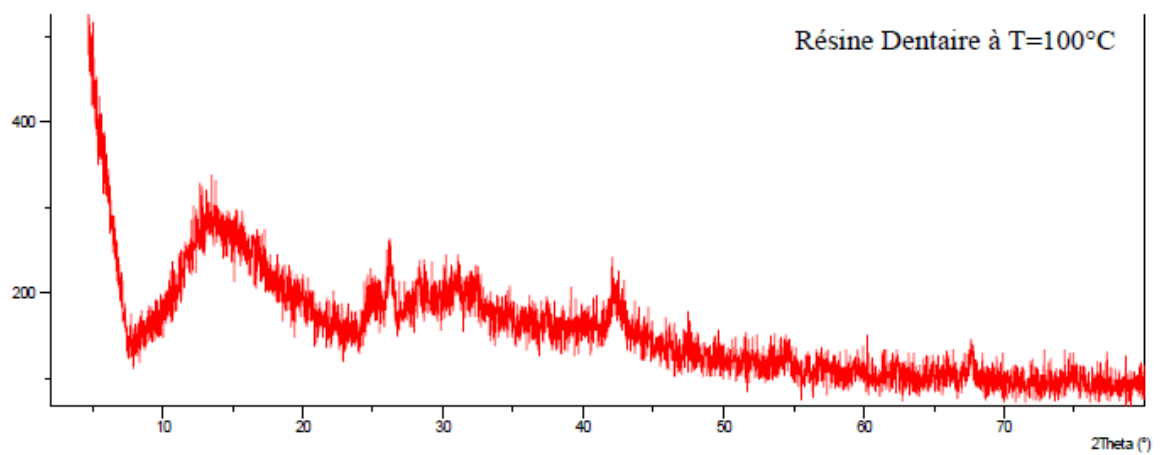


Fig 34 : Le spectre DRX de la résine dentaire après traitement thermique à 100 °C.

Les spectres DRX de la résine recuit est représenté sur la figure (III.2) mais vu que la qualité des diffractogrammes est mauvaise ne peut que deviner que la structure est probablement la même que celui de PMMA.

L'analyse DRX de la résine après traitement thermique à T=100°C est présenté sur la figure (III.2). La résine dentaire a une bonne résistance thermique en milieu buccal.

2.3- Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une céramique dentaire :

Après le broyage de la dent en céramique, nous avons analysé la poudre en céramique par la technique de diffraction des rayons X (DRX) pour identifier les phases en présence. La figure (III.3) ci-dessous représente la DRX de la céramique dentaire.

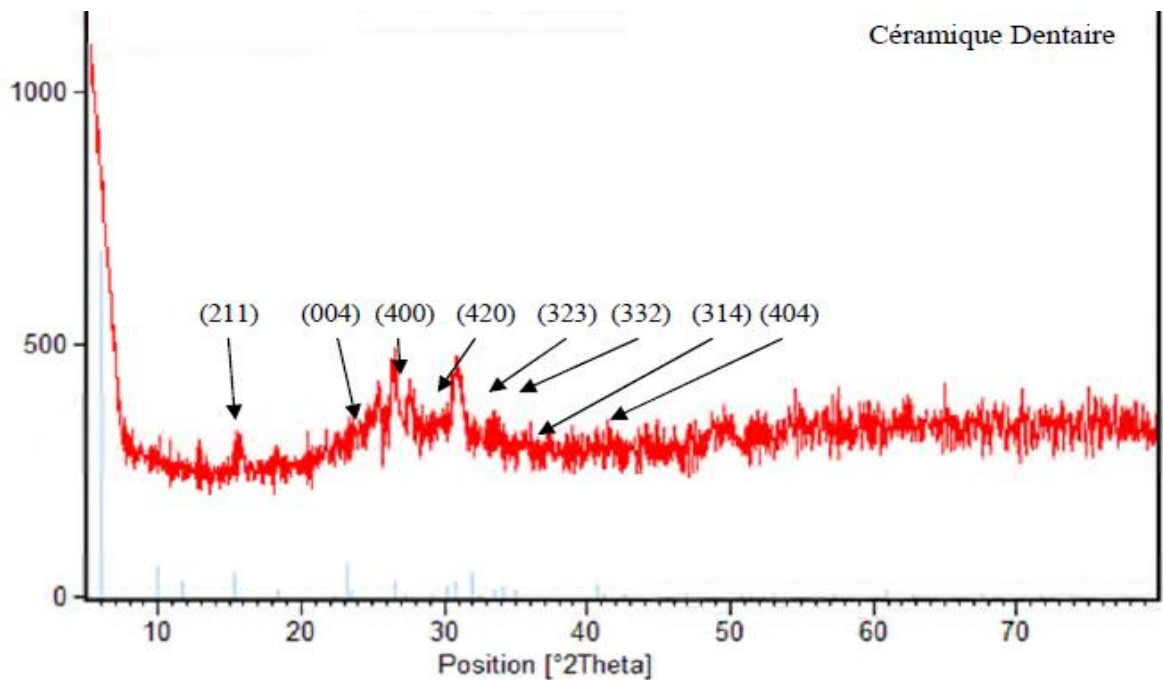


Fig 35: Le spectre DRX de la céramique dentaire.

L'analyse DRX de la céramique dentaire a montré la présence des phases d'un composé inorganique qui est la Leucite synthétique (Potassium Aluminium Silicate) (**KAISi₂O₆**) de structure cristalline Tétraonal. Les paramètres de maille de la Leucite sont :

$$a = 13,0654 \text{ (Å)} ; b = 13,0654 \text{ (Å)} ; c = 13,7554 \text{ (Å)}$$

Les pics observés entre 9 et 70° sont tous les pics de diffraction assignés à ceux de la Leucite synthétique (Potassium Aluminum Silicate) (**KAISi₂O₆**). Ces pics autour des positions 16,461°; 25,892°; 27,277°; 30,569°; 31,437°; 31,810°; 33,889°; 37,964° correspondent respectivement aux plans (211), (004), (400), (420), (323), (332), (314), (404) de cette structure (ASTM (00-038-1423)).

Les diffractogrammes des 4 pics les plus importants sont représentés sur la figure (III.3). L'intensité importante des raies nous renseigne sur la bonne qualité cristalline des Céramiques dentaires et l'élargissement des pics nous informent sur la taille nanométrique des cristallites.

Aucune seconde phase due à un autre élément n'a été observée dans les spectres. Donc les résultats d'analyse DRX indique que la céramique dentaire est la Leucite (**KAIS**

La liste des pics les plus intenses :

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
4	2	1	1	5,38084	16,461	37,0
11	0	0	4	3,43833	25,892	69,0
12	4	0	0	3,26681	27,277	100,0
17	4	2	0	2,92209	30,569	29,0
18	3	2	3	2,84336	31,437	44,0
19	3	3	2	2,81087	31,810	23,0
21	3	1	4	2,64303	33,889	12,0
26	4	0	4	2,36818	37,964	20,0

2.4- Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une céramique dentaire après traitement thermique à 100 °C :

L'échantillon en poudre de la céramique a été recuit à 100 °C dans un four à moufle puis caractérisés par DRX. Pour étudier l'effet de la température élevée dans milieu buccal sur les propriétés structurales de cette céramique on va comparer les pics de la céramique avec et sans recuit. On a obtenu le spectre suivant (figure (III.4)).

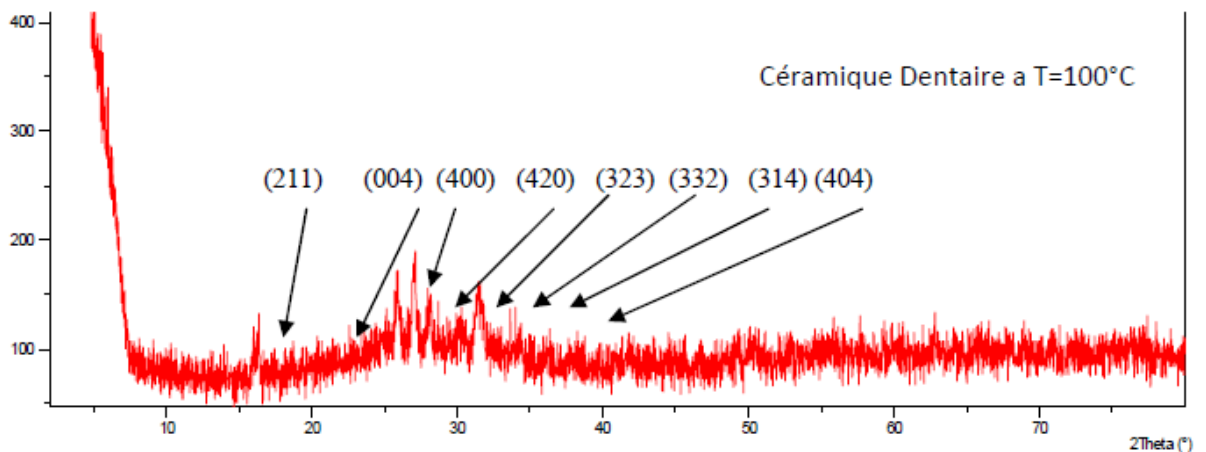


Fig 36 : Le spectre DRX de la céramique dentaire après traitement thermique à 100°C.

Les spectres DRX de la céramique recuit est présenté sur la figure (III.4). L'intensité des pics est probablement les mêmes avant et après cuisson.

L'analyse DRX de la céramique après traitement thermique à T=100°C, pratiquement on a trouvé le même spectre qui représente les phases cristalline de la Leucite synthétique

(Potassium Aluminium Silicate) (KAlSi_2O_6). La céramique dentaire a une bonne résistance thermique en milieu buccal.

2.5- Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine composite :

Après le broyage de la dent en résine composite, nous avons analysé la poudre en résine composite par la technique de diffraction des rayons X (DRX) pour identifier la composition chimique des phases en présence. La figure (III.5) ci-dessous représente la DRX de la résine composite.

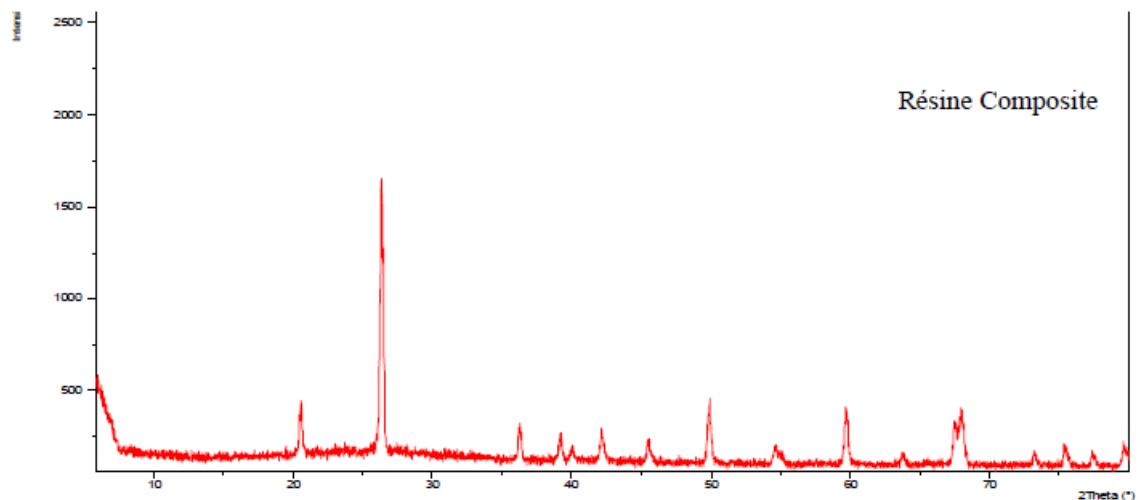


Fig 37 : Le spectre DRX de la résine composite.

L'analyse DRX de la résine composite a montré la présence d'un mélange de phase :

- Un composé organiques qui est le Carbone (**C**) de structure Hexagonale avec les paramètres de maille : **a =2,4704 (Å) ; b =2,4704 (Å) ; c=6,7244 (Å)**
- Un composé inorganique qui est le quartz (**SiO₂**) de structure Hexagonal avec les paramètres de maille : **a =13,0654 (Å) ; b = 13,0654 (Å) ; c=13,7554 (Å)**

L'identification des différents pics observés :

-Pour le carbone (C) on observe 10 pics. Ces pics autour des positions 26,382°; 42,223°; 44,393°; 50,453°; 54,544°; 59,694°; 77,245°; 83,186°; 86,82;93,598° correspondent respectivement aux plans (002), (100), (101), (102), (004), (103), (110), (112), (006), (201) de cette structure (ASTM (00-041-1487)).

-Pour le quartz (SiO_2) on observe 18 pics. Ces pics autour des positions 20,447°; 26,189°; 35,892°; 38,958°; 41,584°; 45,068°; 49,584°; 54,025°; 54,830; 58,930°, 62,870°; 74,268°; 76,156°; 78,613°; 82,181° correspondent respectivement aux plans (100), (101), (110), (102), (200), (201), (112), (202), (103), (211), (113), (302), (220), (213), (311) de cette structure (ASTM (00-011-0252)).

2.5.1. La liste des pics du carbone :

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	0	0	2	3,37563	26,382	100,0
2	1	0	0	2,13865	42,223	2,0
3	1	0	1	2,03901	44,393	6,0
4	1	0	2	1,80737	50,453	1,0
5	0	0	4	1,68110	54,544	4,0
6	1	0	3	1,54777	59,694	1,0
7	1	1	0	1,23408	77,245	3,0
8	1	1	2	1,16038	83,186	3,0
9	0	0	6	1,12084	86,826	1,0
10	2	0	1	1,05672	93,598	1,0

2.5.2. La liste des pics du quartz :

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	4,34000	20,447	20,0
2	1	0	1	3,40000	26,189	100,0
3	1	1	0	2,50000	35,892	2,0
4	1	0	2	2,31000	38,958	2,0

5	2	0	0	2,17000	41,584	4,0
6	2	0	1	2,01000	45,068	4,0
7	1	1	2	1,83700	49,584	10,0
8	2	0	2	1,69600	54,025	2,0
9	1	0	3	1,67300	54,830	2,0
10				1,62400	56,631	2,0
11	2	1	1	1,56600	58,930	4,0
12	1	1	3	1,47700	62,870	2,0
13				1,43300	65,033	2,0
14				1,34700	69,761	2,0
15	3	0	2	1,27600	74,268	2,0
16	2	2	0	1,24900	76,156	2,0
17	2	1	3	1,21600	78,613	2,0
18	3	1	1	1,17200	82,181	2,0

Les diffractogrammes des pics des deux composés sont représentés sur la figure (III.5). L'intensité importante des raies nous renseigne sur la bonne qualité cristalline de la Résine Composite renforcés par la présence de la Leucite qui a des phases cristallines. Donc les résultats d'analyse DRX indique la présence de deux phases qui sont :

- La premier est phase du carbone.
- L'autre est le quartz.

2.6- Caractérisation par la technique de diffraction des rayons X d'une résine Composite après traitement thermique à 100 °C :

L'échantillon en poudre de la résine composite a été recuit à 100 °C dans un four à moufle puis caractérisés par DRX. Pour étudier l'effet de la température élevé dans milieu buccal sur les propriétés structurales de cette résine composite on va comparer les pics de la résine composite avec et sans recuit. On a obtenu le spectre suivant (figure (III.6)).

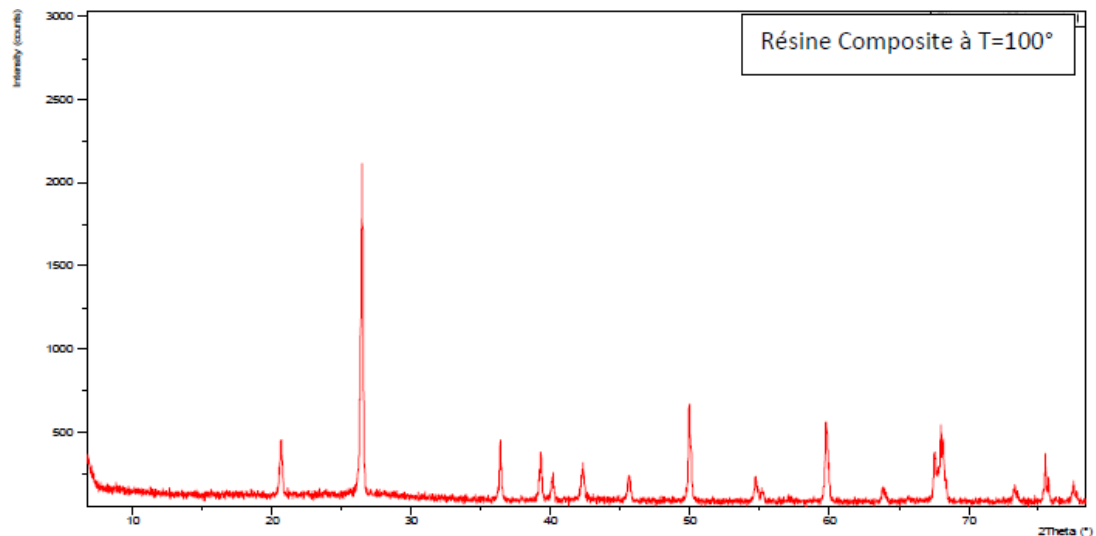


Fig 38 : Le spectre DRX de la résine composite après traitement thermique à 100 °C.

L'analyse DRX de la résine composite après traitement thermique à $T=100^{\circ}\text{C}$, pratiquement on a trouvé le même spectre qui représente les phases cristalline du carbone et quartz. La résine composite a une bonne résistance thermique en milieu buccal.

3. Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR) :

3.1- Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR) de la résine dentaire :

Après le broyage de la résine, une caractérisation de cette poudre était nécessaire pour connaître sa composition chimique et sa structure cristalline. Nous avons donc procédé à sa caractérisation par la spectroscopie IR pour connaître les groupements fonctionnels. La figure (III.7) présente le spectre IR de la résine dentaire.

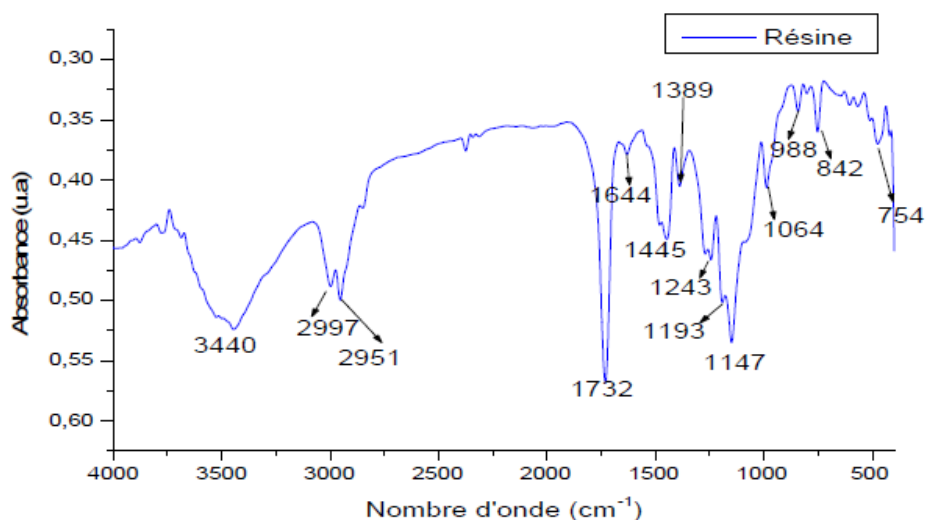


Fig 39 : Le spectre IR de la résine dentaire.

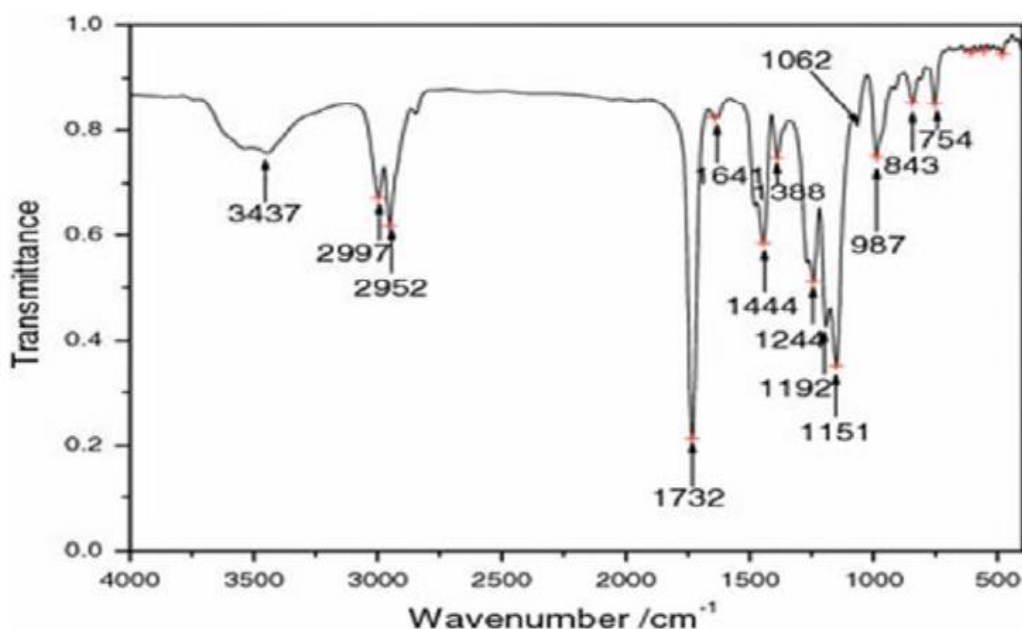


Figure 40 : Le spectre IR de la résine acrylique (le méthacrylate de méthyle PMMA).

Lorsqu'on compare entre les deux spectres de la résine dentaire (Figure III.7) et la résine acrylique (Polyméthacrylate de méthyle PMMA) (Figure III.8) on remarque que les deux spectres présentent les mêmes bandes. On peut voir qu'il existe une bande d'absorption distincte de 1150 cm^{-1} à 1250 cm^{-1} , qui peut être attribuée à la vibration de valence (C-O-C). Les deux bandes à 1389 cm^{-1} et 754 cm^{-1} peuvent être attribués à des vibrations du groupe α -méthyle. La bande à 988 cm^{-1} est la vibration d'absorption caractéristique de PMMA, ainsi que les bandes à (1064 cm^{-1}) et (842 cm^{-1}) qui est le (C=O).

La bande à (1732 cm^{-1}) indique la présence du groupe **acrylate carboxyle**. La bande à 1445 cm^{-1} peut être attribuée à la vibration de flexion des liaisons (C-H) du groupe (-

CH3). Les deux bandes à 2997 cm^{-1} et 2951 cm^{-1} peuvent être affectées à la liaison (**C-H**) vibrations d'élongation des groupes (**-CH3**) et (**-CH2-**), respectivement. En outre, il ya deux bandes d'absorption faibles à 3440 cm^{-1} et 1644 cm^{-1} , qui peuvent être attribués au groupe (**-OH**) étirement et de flexion vibrations, respectivement, de humidité (présence de H_2O). Sur la base de la discussion ci-dessus et les résultats obtenue dans la DRX, on peut conclure que la Résine Dentaire est le Polyméthacrylate de méthyle (PMMA).

3.2- Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR) de la céramique dentaire :

Après le broyage de la céramique dentaire, une caractérisation de cette poudre était nécessaire pour connaître sa composition chimique et sa structure cristalline. Nous avons donc procédé à sa caractérisation par la spectroscopie IR pour connaître les groupements fonctionnels. La figure (III.9) présente le spectre IR de la céramique dentaire.

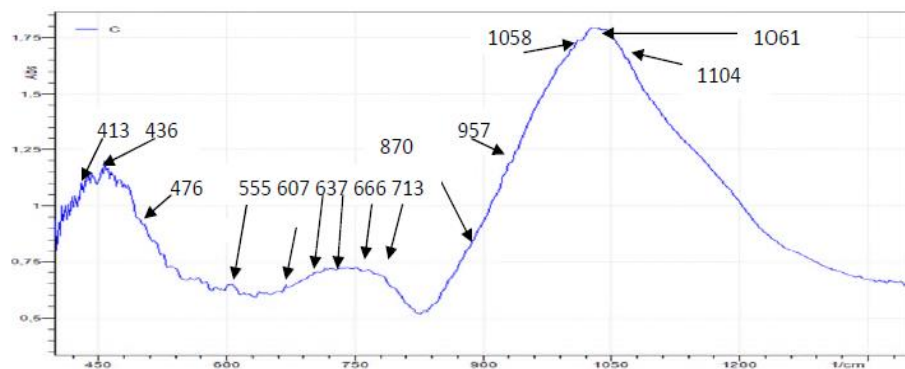


Fig 41: Le spectre IR de la céramique dentaire.

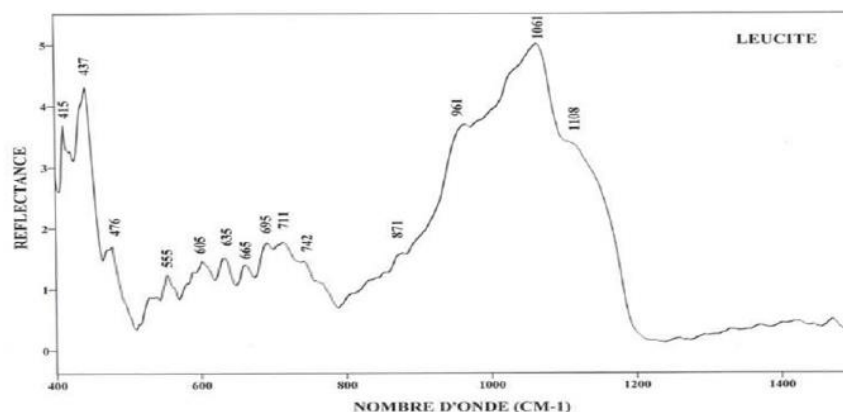


Fig 42 : Le spectre IR de la leucite.

Lorsque on compare les deux spectres (figure III.9) de la céramique dentaire et (figure III.10) de la leucite qui est une céramique de formule chimique (KAlSi_2O_6) on remarque que il présente presque les mêmes bande d'absorbation.

On compare les résultats d'IR et DRX on conclue que la céramique dentaire est une céramique à base de Leucite (KAlSi_2O_6).

3.3- Caractérisation par la spectroscopie Infra Rouge (IR) de la résine composite :

Après le broyage de la résine composite, une caractérisation de cette poudre était nécessaire pour connaître sa composition chimique et sa structure cristalline. Nous avons donc procédé à sa caractérisation par la spectroscopie IR pour connaître les groupements fonctionnels. La figure (III.11) présente le spectre IR de la résine composite.

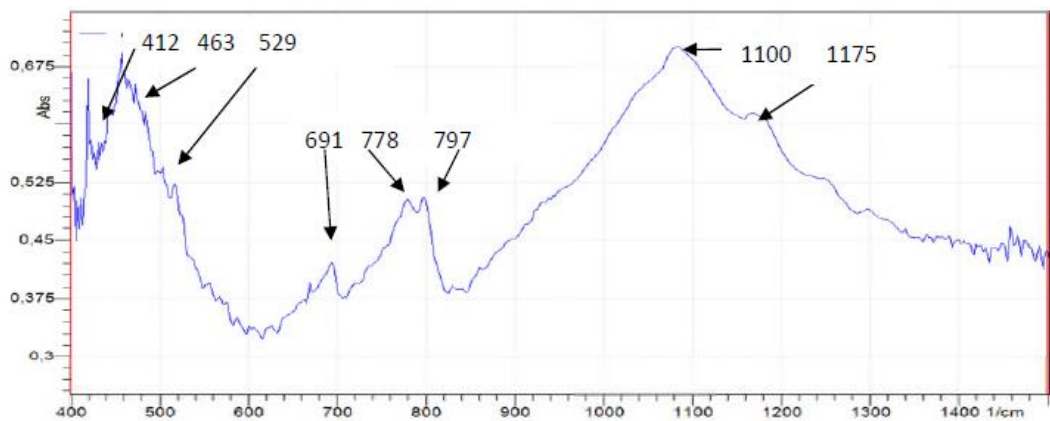


Fig43: Le spectre IR de la résine composite.

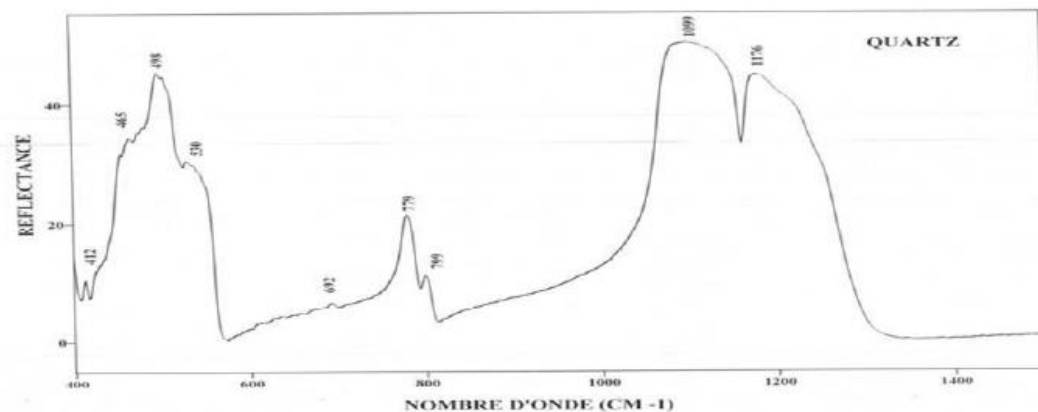


Figure 44 : Le spectre IR du quartz.

Lorsque on compare les deux spectres (figure III.11) de la résine composite et (figure III.12) du quartz (SiO_2) on remarque que il présente presque les mêmes bande d'absorption. On en déduit que le quartz est certainement un composé majoritaire mais il reste encore d'autres éléments qui font partie de la composition.

4- Caractérisation par la DRX des alliages métalliques dentaires :

4.1- Caractérisation par la DRX de l'alliage métallique dentaire Nickel-Chrome (Ni-Cr) :

Nous avons fait un polissage pour la surface de l'alliage (Ni-Cr) et nous avons analysé cet alliage métallique par la technique de diffraction des rayons X (DRX) pour identifier les phases en présence. La figure (III.13) ci-dessous montre le spectre DRX de l'alliage métallique Ni-Cr.

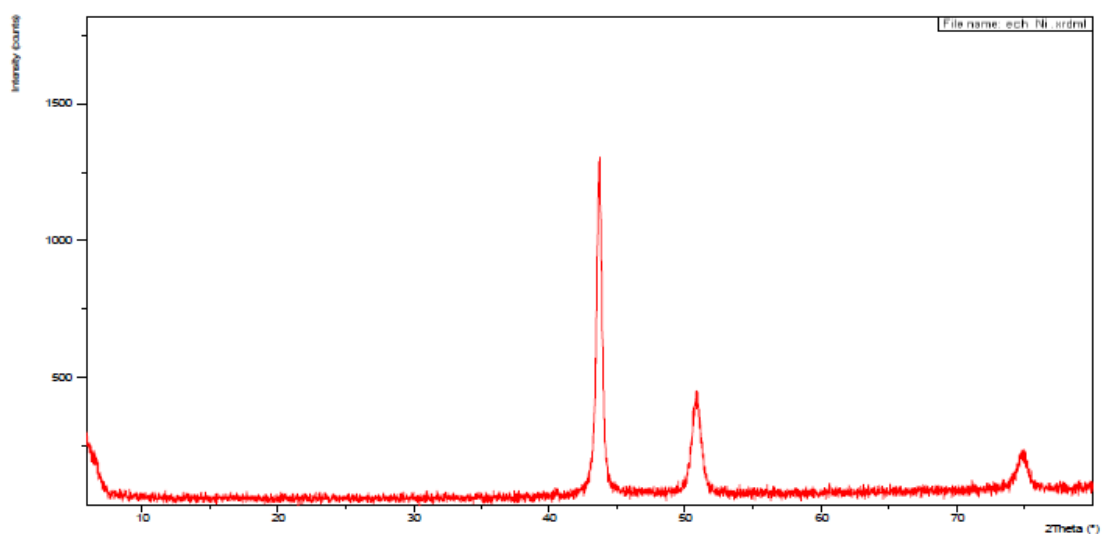


Fig 45 : Le spectre DRX de l'alliage Ni-Cr.

L'analyse DRX de l'alliage métallique dentaire a montré la présence des phases d'un alliage qui est le (Chrom Fer Nickel) (CrNiFe) de structure cristalline Hexagonale. Les paramètres de maille de la Céramique Dentaire sont :

$$a = 2,7720 \text{ (Å)} ; b = 2,7720 \text{ (Å)} ; c = 4,4680 \text{ (Å)}$$

Les pics observés entre 37 et 84° sont tous des pics de diffraction assignés à l'alliage métallique (Chrom Fer Nickel) (CrNiFe). Les pics autour de 37,442° ; 40,340° ; 42,718° ; 56,216° ; 67,528° ; 74,955° ; 81,673° ; 83,307° correspondent respectivement aux plans (100), (002), (101), (102), (110), (103), (112), (201) de cette structure (ASTM (00-018-0388)). La figure (III.13) présente l'intensité importante des raies qui nous renseigne sur les phases cristallines de l'alliage métallique Nickel-Chrome.

Donc les résultats d'analyse DRX confirme que l'alliage est le (Chrome Fer Nickel) (CrNiFe).

La liste des pics :

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1	1	0	0	2,40000	37,442	15,0
2	0	0	2	2,23400	40,340	40,0
3	1	0	1	2,11500	42,718	100,0
4	1	0	2	1,63500	56,216	25,0
5	1	1	0	1,38600	67,528	20,0
6	1	0	3	1,26600	74,955	30,0
8	1	1	2	1,17800	81,673	35,0
9	2	0	1	1,15900	83,307	30,0

4.2- Caractérisation par la DRX de l'alliage métallique dentaire Cobalt-Chrome (Co-Cr) :

Nous avons fait un polissage pour la surface de l'alliage (Co-Cr) et nous avons analysé cet alliage métallique par la technique de diffraction des rayons X (DRX) pour identifier les phases en présence. La figure (III.14) ci-dessous montre le spectre DRX de l'alliage métallique Co-Cr.

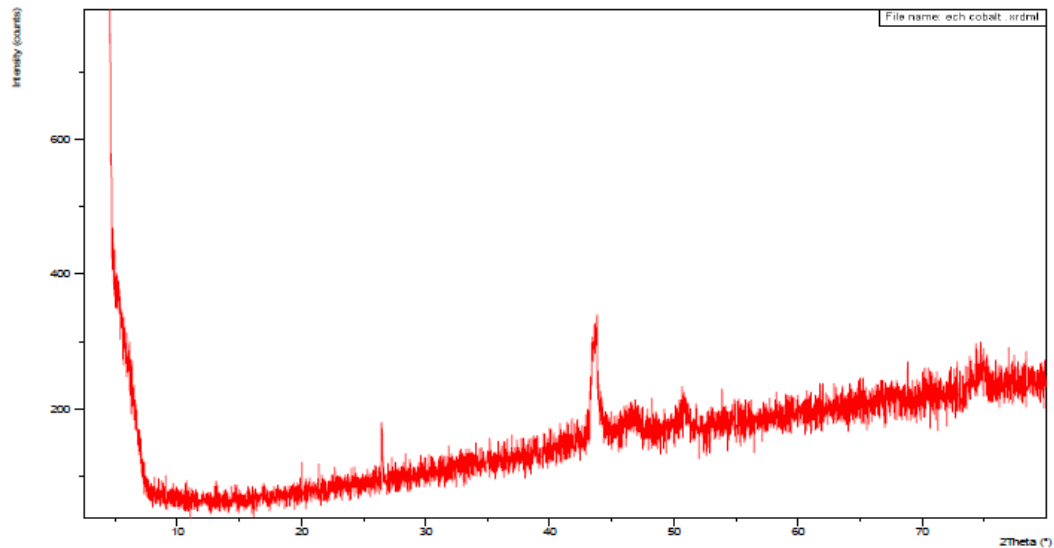


Fig 46 : Le spectre de l'alliage Co-Cr.

L'analyse DRX de l'alliage métallique du (Cobalt-Chrome) a montré la présence des phases d'un alliage qui est le (Chrome Cobalt Molybdène) (CrCoMo).

Les pics observés entre 35 et 67° sont tous des pics de diffraction assignés à l'alliage métallique de Cobalt-Chrome. Les pics autour de 41,286°; 41,584°; 42,675°; 43,782°; 44,880°; 45,258°, 45,790°, 46,085°, 47,969°, 48,958°, 51,254° correspond à la structure (ASTM (00-007-0056)).

La figure (III.14) présente l'intensité importante des raies qui nous renseigne sur les phases cristallines de l'alliage métallique (Chrome Cobalt Molybdène) (CrCoMo).

Donc les résultats d'analyse DRX confirme que l'alliage est le (Chrom Fer Nickel) (CrNiFe).

La liste des pics :

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
1				2,51100	35,729	30,0
2				2,38600	37,670	20,0
3				2,36700	37,984	30,0
4				2,30400	39,064	30,0
5				2,25300	39,985	30,0
6				2,18500	41,286	100,0
7				2,17000	41,584	100,0
8				2,11700	42,675	100,0
9				2,06600	43,782	60,0
10				2,01800	44,880	60,0
11				2,00200	45,258	80,0
12				1,98000	45,790	60,0
13				1,96800	46,085	60,0
14				1,90300	47,755	20,0
15				1,89500	47,969	60,0
16				1,85900	48,958	60,0
17				1,78100	51,254	60,0
18				1,75500	52,070	20,0
19				1,74000	52,553	20,0
20				1,70100	53,854	20,0
21				1,50400	61,617	20,0

5- Caractérisation par la Fluorescence X :

5.1. Introduction :

Nous avons étudié les différents matériaux utilisés dans les prothèses dentaires afin de connaître leur composition chimique. C'est une méthode d'analyse utilisée pour la détection et la quantification des éléments présents dans des échantillons liquides, solides ou en poudre. Elle permet de doser tous les éléments dont le numéro atomique « Z » supérieur ou égal à 13.

La figure ci-dessous montre les différents alliages métalliques utilisés en dentisterie :



5.2. Caractérisation par la Fluorescence X de l'alliage Nickel-Chrome (Ni-Cr) :

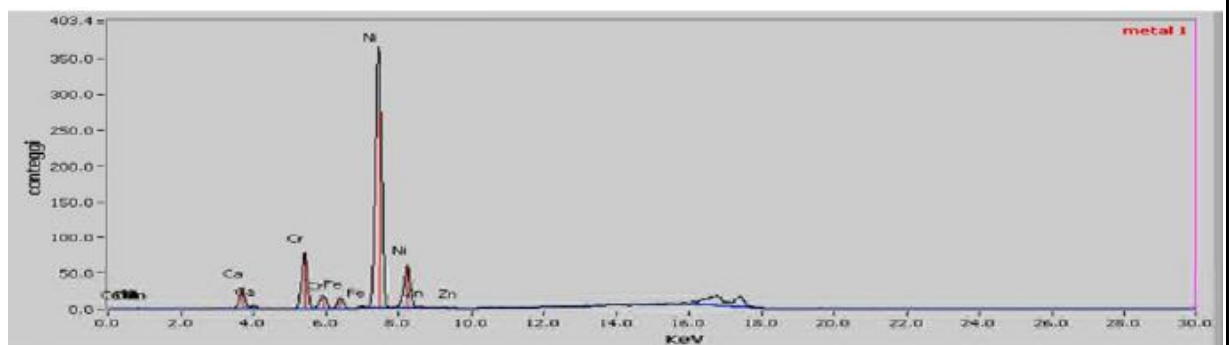


Fig 47 : Le spectre Fluorescence X de l'alliage Ni-Cr.

Nous avons analysé un alliage métallique (Ni-Cr) utilisé dans les prothèses dentaires afin de connaître sa composition chimique. Nous avons trouvé que l'alliage métallique dentaire de Nickel-Chrome contient une grande quantité de Nickel et Chrome et en plus de ça nous avons trouvé des petites quantités de Calcium (Ca), Fer (Fe) et Zinc (Zn) les résultats sont montrés dans la figure (III.15).

5.3. Caractérisation par la Fluorescence X de l'alliage Cobalt-Chrome (Co-Cr) :

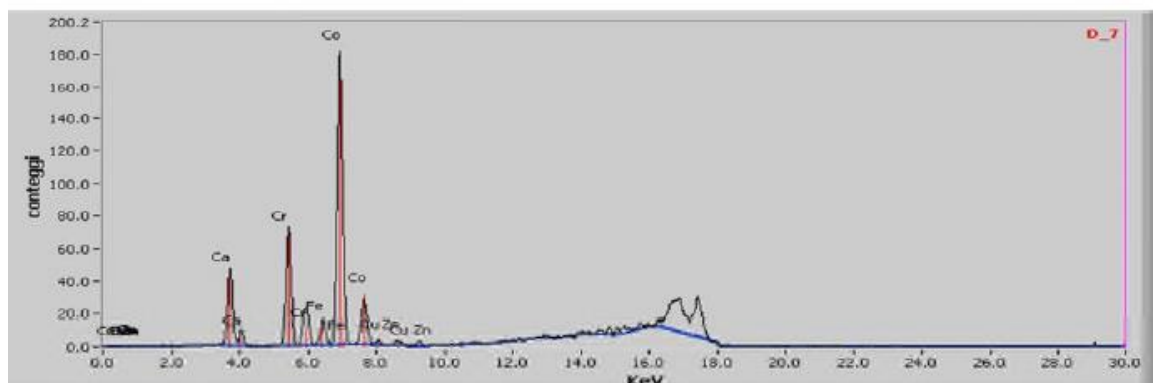


Fig 48 : Le spectre Fluorescence X de l'alliage Co-Cr.

Nous avons analysé un alliage métallique (Co-Cr) utilisé dans les prothèses dentaires afin de connaître sa composition chimique. Nous avons trouvé que l'alliage métallique dentaire de Cobalt-Chrome contient une grande quantité de Cobalt et Chrome et en plus

de ce nous avons trouvé des petites quantités de Calcium (Ca), Fer (Fe), Cuivre (Cu) et Zinc (Zn) les résultats sont montrés dans la figure (III.16).

5.4. Caractérisation par la Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en résine :

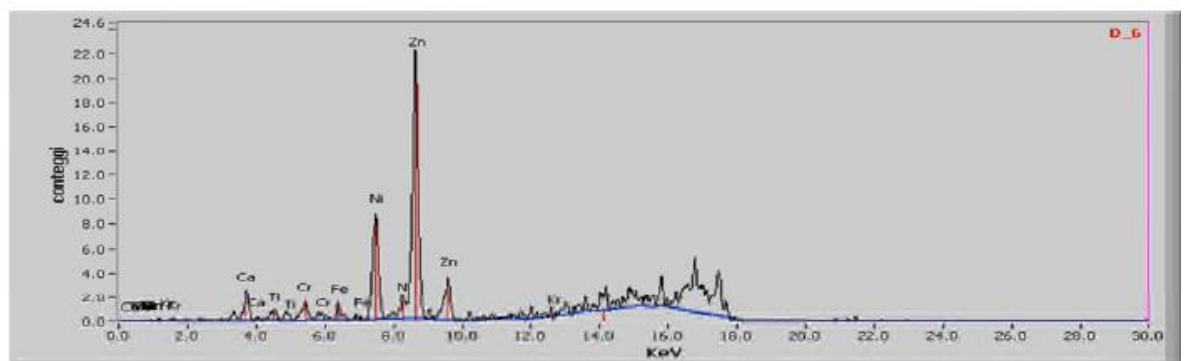


Fig 49 : Le spectre Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en résine.

Nous avons analysé une prothèse dentaire fixe (bridge : contient un alliage métallique et une couche de la résine dentaire) afin de connaître leur composition chimique. Nous avons trouvé que l'alliage métallique dentaire contient une grande quantité de Zinc (Zn) et Nickel (Ni) en plus de ce nous avons trouvé des petites quantités de Calcium (Ca), Titane (Ti), Chrome (Cr), Fer (Fe) et Zinc (Zn). Pour la résine dentaire on ne trouve aucun de ces constituants car l'Hydrogène (H), Carbone (C) et l'Oxygène (O) ont des numéros atomiques $Z=1$, $Z=6$ et $Z=8$ respectivement et la Fluorescence X ne permet pas de montrer les éléments dont le numéro atomique « Z » inférieur à 13 ($Z < 13$). Les résultats sont montrés dans la figure (III.17)

5.5. Caractérisation par la Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en céramique :

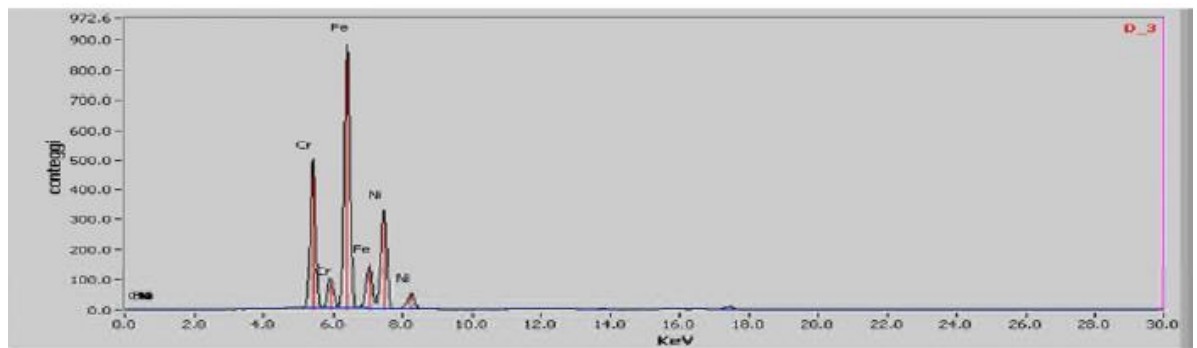


Fig 50: Le spectre Fluorescence X d'une dent d'une prothèse dentaire fixe en céramique.

Nous avons analysé une prothèse dentaire fixe (bridge : contient un alliage métallique et une couche de la céramique dentaire) afin de connaître leur composition chimique. Nous avons trouvé que l'alliage métallique dentaire contient une grande quantité de Fer (Fe), Cobalt (Co) et Nickel (Ni). Pour la céramique dentaire on ne trouve aucun de ces constituants car la Fluorescence X ne permet pas de montrer les éléments dont le numéro atomique « Z » inférieur à 13 ($Z < 13$). Les résultats sont montrés dans la figure (III.18)

Conclusions

Le travail que nous avons réalisé dans le cadre de ce mémoire avait comme objectif essentiel de :

- La caractérisation des biomatériaux matériaux utilisés dans les laboratoires dentaires ;
- Découvrir de la compositions chimique des échantillons sélectionnés ;
- La compréhension de l'effet de la chaleur ou de la résistance thermique de ces échantillons dans le milieu buccal ;

La synthèse des résultats obtenus lors de cette étude par diffraction des rayons X (DRX), la spectroscopie Infra Rouge (IR) et Fluorescence X ont permis de trouvé la composition de chaque composé.

- La résine est composée d'une matière organique qui est le Polyméthacrylate de méthyle (PMMA).
- La céramique est composée d'une matière inorganique qui est la Leucite.
- La résine composite est un mélange de matière organique et inorganique (La premier est phase du carbone, L'autre est le quartz).
- L'alliage métallique de Nickel-Chrome contient en plus de ces deux éléments du Calcium, Fer et Zinc.
- L'alliage métallique de Cobalt-Chrome contient en plus de ces deux éléments du Calcium, Fer, Cuivre et Zinc.

Après la calcination des trois premiers échantillons à 100 °C (traitement thermique dans un four à moufle) pour découvrir l'effet de la chaleur sur ces bios matériaux dentaires dans le milieu buccal ; à partir des propriétés structurales étudiées on va comparer les pics de la résine dentaire, la céramique dentaire, et la résine composite avec et sans recuit. On a obtenu les résultats suivants :

- La résine dentaire a une bonne résistance thermique en milieu buccal. La structure est probablement la même avant et après le recuit.
- la céramique après traitement thermique à T=100 °C, pratiquement on a trouvé le même spectre qui représente les phases cristalline de la Leucite synthétique (Potassium Aluminium Silicate) (**KAISi₂O₆**). La céramique dentaire à une bonne résistance thermique en milieu buccal.
- la résine composite après traitement thermique à T=100 °C, pratiquement on a trouvé le même spectre qui représente les phases cristalline du carbone et quartz. La résine composite à une bonne résistance thermique en milieu buccal.

Nous avons étudié les différents matériaux utilisés dans les prothèses dentaires afin de connaître leur compositions chimique veux que les fournisseurs des différentes matériaux ne donne jamais la composition de son produit ; on est utilisée la méthode d'analyse RXF pour la détection et la quantification les différents alliages métalliques utilisés en dentisterie :

- Nous avons trouvé que l'alliage métallique dentaire de (Nickel-Chrome) contient une grande quantité de Nickel et Chrome de plus nous avons trouvé des petites quantités de Calcium (Ca), Fer (Fe) et Zinc (Zn)

- Nous avons trouvé que l'alliage métallique dentaire de (Cobalt-Chrome) contient une grande quantité de Cobalt et Chrome en plus une petite quantité de Calcium (Ca), Fer (Fe), Cuivre (Cu) et Zinc (Zn)

Nous avons analysé une prothèse dentaire fixe (bridge : contient un alliage métallique et une couche de la résine dentaire) afin de connaître leur compositions chimiques.

- On est trouvé que l'alliage métallique dentaire contient une grande quantité de Zinc (Zn) et Nickel (Ni) en plus des petites quantités de Calcium (Ca), Titane (Ti), Chrome (Cr), Fer (Fe) et Zinc (Zn). Pour la résine dentaire on ne trouve aucun de ces constituants car l'Hydrogène (H), Carbone (C) et l'Oxygène (O) ont des numéros atomiques $Z=1$, $Z=6$ et $Z=8$ respectivement et la Fluorescence X ne permet pas de montrer les éléments dont le numéro atomique « Z » inférieur à 13 ($Z < 13$).
- Nous avons trouvé que l'alliage métallique dentaire contient une grande quantité de Fer (Fe), Cobalt (Co) et Nickel (Ni). Pour la céramique dentaire on ne trouve aucun de ces constituants car la Fluorescence X ne permet pas de montrer les éléments dont le numéro atomique « Z » inférieur à 13 ($Z < 13$).

Références Bibliographiques

Les références :

- [1]- G. Burdairon: Abrégé de biomatériaux dentaires, Masson Edit, (1981).
- [2]- J. Jacques Guyonnet, J. Champion, G. Gregoire, B. Grosgeat, P. Millet, F. Moya, P. Rocher, Les alliages dentaires, Association Dentaire Française, Paris, (2004).
- [3]- [1] J.-M. Meyer. Cours Biomateriaux. Biomateriaux dentaires. Université de Genève, (2008).
- [4]- [12] Mariani P, Sarrochi JP. Nouveaux matériaux pour dents artificielles: Etude technique et clinique. Actual Odontostomatol (Paris). 155, 499–510, (1986).
- [5]- Yves Mahiat, céramique et prothèse fixée, Edition CRG, P. 171, (1998).
- [6]- R. W. Phillips, Skinners: Science of dental materials, 8th Edit. WB, Saunders Company (1982).
- [7]- T. Degorce, La céramique pour titane, Prothèse Dent, 99, 13–17, (1995).
- [8]- P. Moulin, E. Soffer, J.Y. Doukhan : Alliages précieux en odontologie, Encyclopédie Medico- chirurgicale 23-065, P. 10 (2002).
- [9]- W. J. O'Brien: Dental materials and their selection – 3rd edition Quintessence Publishing Co, Carol Stream, (2002).
- [10]- J.F. McCABE, A.W.G. Walls: Applied dental materials – 8th edition Blackwell sciences, Oxford, (1998).
- [11]- 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).
- [12]- L. Reclaru, J. M. Meyer: Zonal Coulometric analysis of the corrosion resistance of dental alloys, J Dent, 23, P. 11- 301, (1995).
- [13]- J. Jacques Guyonnet, J champion, G Gregoire, B Grosgeat, Pierre Millet, Fernand Moya, Philippe Rocher. Les alliages dentaires. Association Dentaire Française, Paris : chapitre (6) 47-51, (2004).

Références Bibliographiques

- [14]- 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).
- [15]- J. M. Meye, M. Degrange : Alliages nickel-chrome et alliages cobalt-chrome pour la prothèse dentaire, *Encyclopédie Medico- chirurgicale 23065T10*, P. 12, (1992).
- [16]- O. L. Bezzon, R. F. Ribeiro, J.M. Rollo, S. Crosara, Castability and resistance of céramo-metal bonding in Ni-Cr and Ni-Cr-Be alloys, *J Prosthet Dent*, 85 (3), 299-304, (2001).
- [17]- O. L. Breme, Metals and implants. In: J. Helsen, H. Breme, eds. *Metals as biomaterials*. Chichester: John wiley & Sons Ltd, (1998).
- [18]- J.D. Bumgardner, L. C. Lucas: Surface analysis of nickel- chromium dental alloys, *Dent Mater* 9 (4), 9-252, (1993).
- [19]- 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).
- [20]- J. Jacques Guyonnet, J champion, G Gregoire, B Grosogeat, Pierre Millet, Fernand Moya, Philippe Rocher. *Les alliages dentaires*. Association Dentaire Française, Paris : chapitre (7) 52-56, (2004).
- [21]- Y. Combres, B. Champin: *Traitements thermiques des alliages de titane*, *Techniques de l'ingénieur M 1335*, 1-21, (1995).
- [22] - 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).
- [23]- P. Rocher, J.-J. Guyonnet, G. Grégoire, *Travail des alliages dentaires*, *J EMCDentisterie*, 1, 284– 311, (2004).
- [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).

Références Bibliographiques

- [25]- 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).
- [26]- M. Yamamoto, Metal ceramics, Quintessence edit, (1986).
- [27]- H. Luthy, Titane: Aspects métallurgiques, Comptes rendus du Symposium International sur le Titane en dentisterie, Titanium'94, Université de Genève, P. 31–45, (1994).
- [28]- J. Phalippou, J. Zarzycki, J.F. Lalanne, Science des matériaux, vol.3, N°2, pp. 104 (1978).
- [29]-R. Beressi. Les céramiques « basse fusion ». [Thèse de chirurgien dentiste], Paris VII, P. 92, (1999).
- [30]- N. Cufi, Céramique basse fusion : étude de nouveaux matériaux, thèse de chirurgien dentiste, Toulouse, P. 69, (1994).
- [31]- M. Cristou: Mise en oeuvre et applications des céramiques « basse fusion », Réal Clin, 2, 491–498, (1991).
- [32]- Y. Mahiat, M. Cristou, Une technique nouvelle: réhabilitations en céramique basse fusion, J Prothèse Dent, 54, 5–15 (1991).
- [33]-Y. Mahiat, Liaison métallo-céramique, Problèmes liés au coefficient de dilatation thermique, Art Tech Dent, 9, 83–91, (1998).
- [34]- 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).
- [35]- D. Oram, E. Davies, and D. Cruickshanks-Boyd: Fracture of ceramic and ceramometallic cylinders, J. Prosthet Dent, 2, 52, (1984).
- [36]- H. Levy: les états de surface de la céramique dentaire, 6e J. P. L. Paris, (1985).
- [37]- A.K. Varshneya: "Fundamentals of Inorganic Glasses", Academic Press – Londres, P.43, (1994).
- [38]- W. Ostwald, Z. Phys. Chem, 34, P. 495, (1900).

Références Bibliographiques

[39]- Simon Perelmuter, Jacques De Cooman, Michel Degrange, François Ielièvre, Alain Lecardonnell, Michel Pompignoli, Philippe Rocher, les céramo-céramiques, Association Dentaire Française, page 10-29, (2005).

[40]- F. Revel, M. Cristou: Céramique basse fusion pour restaurations esthétiques, Art Tech Dent, 2, 375– 380, (1991).

[41]- P.GERGAUD, « Théorie et principe de la Radiocristallographie », PANalytical.

[42]- Laarej Merad, « Etude par spectroscopie Raman et modélisation d'une résine composite RTM », Thèse Doctorat, Université Abou Bakr BELKAID de Tlemcen, Soutenue le 31 Janvier 2010

[43]- Cours de Biomatériaux-2ème année, Département de Chirurgie Dentaire, Faculté de Médecine de Tizi-Ouzou, année 2007-2008.

Résumé :

La caractérisation par (DRX, FTIR, XRF) de quelques échantillons dentaires. (La résine la céramique, la résine composite, et les alliages métalliques de Nickel-Chrome Cobalt-Chrome avec et sans recuis à 100°C , donne des bons résultats avec la température de calcination (pas de changement de structure) donc ils ont une bonne résistance thermique dans le milieu buccal et la composition chimique de chaque échantillon étudié sont respectivement (Polyméthacrylate de méthyle (PMMA), la leucite, mélange de carbone et de quartz, l'alliage métallique de Nickel-Chrome, l'alliage métallique de Cobalt-Chrome)

Abstract

Characterization by (DRX, FTIR, XRF) of some dental samples. (Ceramic resin, composite resin, and nickel-chromium cobalt-chromium metal alloys with and without annealing at 100 ° C, give good results with calcination temperature (no structural change) so they have a good thermal resistance in the oral medium and the chemical composition of each sample studied are respectively (polymethylmethacrylate (PMMA), leucite, mixture of carbon and quartz, nickel-chromium metal alloy, cobalt metal alloy - Chrome).

ملخص

توصيف (DRX, FTIR, XRF) لبعض عينات الأسنان. راتنتجات السيراميك والراتنج المركب وسبائك فلز الكوبالت والكروم والنيكل مع درجة حرارة 100 مئوية أو دونها ، تعطي نتائج جيدة مع درجة حرارة التكليل (بدون تغيير هيكلية) حتى يكون لديهم المقاومة الحرارية الجيدة في الوسط الفموي والتركييب الكيميائي لكل العينات التي تمت دراستها هي على التوالي بوليميثيل ميثاكريليت (PMMA) ، خليط من الكربونات والكربون والكوارتز ، خليط معدني نيكل-كروم ، سبيكة معدنية من الكوبالت والكروم.