

ADAPTATION D'UN ESSAI DE MÉCANIQUE DE LA RUPTURE À L'ODONTOLOGIE : LE PELAGE APPLICATION À UN ADHÉSIF DE CINQUIÈME GÉNÉRATION. ÉTUDE PRÉLIMINAIRE

Eric Leforestier, Jean-Marc Costini, Evelyne Darque-Ceretti¹,
Marc Bolla

Laboratoire de Biomatériaux Dentaires. U.F.R Odontologie, Université de Nice
Sophia -Antipolis .24 Avenue des Diables Bleus 06357 Nice cedex 4, France

¹ CEMEF-URA-CNRS 7635. Ecole Supérieure des Mines de Paris, BP 207 06904
Sophia-Antipolis, France
erforest@club-internet.fr

(Received 9 August 2000 Accepted 12 March 2001)

RESUME

Le but de ce travail réside dans la mise au point et l'interprétation d'un essai de pelage à 90° sur 43 dents naturelles humaines. La surface de dentine à coller a été caractérisée par trois méthodes : microscopie optique, micro-dureté, et mouillabilité. Un adhésif de cinquième génération (Prime & Bond 2.1® Dentsply) a été utilisé pour réaliser le test de pelage. L'extrémité d'une membrane est incluse dans l'adhésif et permet de l'appréhender. L'autre extrémité de la membrane est reliée à une machine de traction (Instron universal testing machine), sur laquelle est fixée un système MTS permettant de réaliser le pelage. La vitesse de la machine est réglée à 0,5 mm.s⁻¹. Deux types de courbes Force-Déplacement sont obtenues : pour les forces de rupture supérieures à 5 N (moyenne = 7 N) du clivage a été obtenu. Pour des forces de rupture inférieures à 5 N (moyenne 2,8 N) les courbes Force-Déplacement correspondent bien à du pelage. L'examen des faciès de rupture au microscope électronique à balayage associé à une sonde d'analyse en spectrométrie dispersive montre des images de rupture interfaciale pour le premier type, alors que dans le cas où il y a eu pelage, les faciès de rupture semblent mixtes et donc plus hétérogènes.

La droite obtenue en traçant les contraintes maximales en fonction des allongements relatifs maximaux du tissu répond à la loi régissant la rhéologie de la membrane. Celle-ci permet un classement des échantillons en fonction des faciès de rupture obtenus.

Il est possible d'établir des corrélations entre les faciès de rupture et la nature physico-chimique de la dentine.

Mots-clés: collage dentinaire, adhésion, adhérence, pelage

ABSTRACT

The aim of this study is to finalize a 90° peeling test on 43 human teeth. The dentinal surface to be stuck has been characterized by three methods : optical microscopy, micro hardness and wettability. A fifth adhesive generation (Prime & Bond 2.1® Dentsply) has been used to perform the peeling-test. The extremity of a membrane is included in the adhesive which rends possible to hold it. The other extremity of the membrane is connected to an Instron universal testing machine, on which the peeling system (MTS) is fixed. The cross head speed is set on 0,5 mm.s⁻¹. Two types of curves (stress versus elongation), are obtained: for shear bond strength higher than 5N (average = 7N) curves show cleavage. For shear bond strength lower than 5N (average = 2,8N) peeling is observed.

The observation of the fracture surface with an electron microscope in combination with X-rays analysis by energy dispersive spectroscopy shows interfacial failure when cleavage is obtained and cohesive fracture when peeling is obtained.

The curve obtained showing maximal stress versus maximal relative elongation indicates the membrane reology and makes possible to rank the Samples with their surface fracture. Correlation between failures and the physico-chemical dentin composition are observed.

INTRODUCTION

Ces dernières années, de nombreuses études ont souligné l'importance que revêtent les phénomènes d'adhésion dans le domaine de la dentisterie. De plus, les récents maux dont a été accusé l'amalgame, associés à des travaux de recherche de plus en plus efficaces sur les résines composites et les matériaux de collage, ont permis à la dentisterie adhésive de supplanter la dentisterie traditionnelle. L'adhésion conditionne les procédés de collage (Darque-Ceretti, 1997). Elle répond aux principes de l'économie tissulaire, permet l'utilisation de matériaux esthétiques, et grâce aux adhésifs amélo-dentaires ouvre un large plateau technique en dentisterie restauratrice, prothétique et orthodontique.

Protégée par 1 à 2 mm d'émail superficiel, la dentine constitue la majeure partie de la dent et par là même du substrat de collage. C'est un substrat multiphasé composé de 69% d'hydroxyapatite calcique polycristalline, de 18% de protéines (essentiellement collagène de type 1), et de 13% d'eau (Stangel *et al.*, 1994).

Structurellement, il s'agit d'une phase solide entourant la pulpe dentaire et comportant un réseau de "tubuli" contenant des extensions des cellules organiques pulpairees.

Le constituant principal de la phase solide est formé de cristaux minéraux, situés entre et en association, avec un réseau de fibres collagènes.

Si le collage de matériaux de restauration à l'émail est maintenant une technique sûre, il n'en va pas de même avec le collage à la dentine :

- En effet, les résines composites conservent leurs propriétés physico-chimiques (contraction de polymérisation, expansion thermique) qui affectent leurs interactions avec les tissus dentaire,
- D'autre part, la dentine est un substrat actif hétérogène, vivant, de composition hydrique naturelle. Elle subit des sollicitations physiologiques et pathologiques qui se traduisent par des modifications de composition et de microstructure (Burrow *et al.*, 1994). Elle est de plus sujette à de nombreux paramètres spécifiques. Lors des procédures de collage en milieu buccal, l'humidité, les variations de température, de pH, le type d'alimentation, les habitudes masticatoires vont influencer les interactions entre les matériaux d'obturation et la dent. Le maintien de l'adhérence est d'autant plus difficile à prévoir dans le temps (Degrange *et al.*, 1994; Pashley and Cavalho, 1997).

Pour bien utiliser les technologies adhésives, le praticien doit acquérir une connaissance approfondie des mécanismes d'adhésion, qui dépendent :

- des caractéristiques propres de la résine adhésive : composition, structure (nature et taille des charges), conditionnement (conservation, température), mode d'amorçage de la polymérisation, rhéologie (loi de comportement)
- de la nature physico-chimique des substrats à coller, ici la dentine et la résine composite.

Les adhésifs dentinaires modernes réalisent un collage résine-dentine à la fois chimique et micromécanique en associant trois composants de base, combinés ou appliqués séparément selon les produits (Vreven et Raskin, 1997) : un agent de conditionnement acide qui élimine la boue dentinaire et déminéralise superficiellement la dentine, un primaire hydrophile qui pénètre la surface traitée et rend compatible le substrat dentinaire humide avec le troisième composant du système qui est la résine de liaison fluide (Pashley *et al.*, 1995; 3M, 1997).

La réalisation du collage, interposant un adhésif entre l'élément à solidariser et les tissus dentaires échafaude une structure à deux interfaces:

- dent /adhésif,
- adhésif/ matériau composite.

L'évaluation d'un adhésif passe par la détermination fondamentale de la force avec laquelle le matériau va adhérer aux tissus dentaires (Iost, 1997).

Deux catégories d'essais existent:

- ceux qui mesurent la résistance à la décohésion de l'interface par traction ou cisaillement, mais les limites de ce test sont décrites par certains auteurs (Attal et Degrange, 1997 ; Leforestier *et al.*, 1998).
- ceux de la mécanique de la rupture qui mesurent une résistance à la propagation d'une fissure, qui peut être pré-amorcée, à une interface: par exemple, test du copeau ou test en coin (Attal et Degrange, 1997; Tirlet *et al.*, 1994).

- L'objectif principal de ce travail est d'appliquer au niveau de l'interface dent adhésif un test de la mécanique de la rupture (Maugis, 1999), notamment utilisé par les industriels pour connaître l'adhésion des peintures sur les tôles ou les polymères : le pelage.

MATERIELS ET METHODES

1. Matériel

1.1. Les dents

Quarante trois dents humaines, (incisives centrales supérieures, canines, prémolaires et molaires supérieures et inférieures) fraîchement extraites pour des raisons parodontales ou orthodontiques ont été sélectionnées pour cette étude, numérotées au hasard de 1 à 67, et conservées dans de la chloramine à 1% pendant une période n'excédant pas trois mois.

La dentine de ces dents a été caractérisée sur les plans mécaniques (microdureté vickers, physico chimiques (mouillage) et micro structuraux (Microscopie Electronique à Balayage et optique associées à l'analyse d'images, XPS et E.D.S), suivant les méthodes déjà utilisées dans de précédentes études (Leforestier *et al.*, 1998; Costini *et al.*, 1994).

1.2. Matériaux utilisés pour l'expérimentation

Dans le but de mettre l'essai de pelage en œuvre, le couple résine – adhésif choisi est le suivant :

- L'acide servant à la préparation dentinaire est le NRC[®] (Non-Rinse-Conditioner) de la société Dentsply DeTrey (Dentsply DeTrey, 1998).
- L'adhésif de cinquième génération est le Prime & Bond 2.1[®] (Dentsply DeTrey) (Dentsply DeTrey, 1997). Cet adhésif contient un promoteur d'adhésion PENTA (dipentaérythritol penta-acrylate monophosphate), une résine UDMA (uréthane diméthacrylate), un solvant organique (acétone), un

composant fluoré (cétylamine hydrofluorure), des photo-initiateurs et stabilisateurs;

- Le matériau associé est un compomère : Dyract[®] (Dentsply DeTrey) (Dentsply DeTrey, 1997) : ce produit suggère la combinaison d'une technologie résine composite et verre ionomère. Les fabricants sont partis de monomères résineux à groupements méthacryles et y ont greffé des groupements carboxyles. Les compomères se rapprochent chimiquement des composites mais contiennent des particules de verre fluoro-silicate relargueur d'ions et des monomères polymérisables acides. Ils ne contiennent pas d'eau. La réaction entre le verre et le monomère acide ne peut se déclencher que lorsque le composite modifié absorbe l'eau et la seule réaction initiale est une polymérisation radicalaire de la matrice monomère.

2. Méthodes

2.1. Préparation des plots destinés au pelage

Le protocole suivi pour préparer ces plots est conditionné par l'essai de mécanique de la rupture : c'est l'interface adhésif/dentine qui intéresse cette étude. Faiblement chargé et riche en solvant, le Prime & Bond 2.1[®] polymérise difficilement sans apport de résine. Par conséquent l'assemblage devra être dentine/adhésif/compomère.

Pour pouvoir pratiquer un essai de pelage, il faut appréhender l'adhésif, et ceci n'est possible que si une membrane rigidifiant l'adhésif est introduite.

Toutes les dents ont été incluses dans la résine époxy à froid (Epoxid Resin[®] de chez Buehler). Une rondelle dentaire, située entre l'émail et la pulpe, a été obtenue après découpage à l'aide d'une tronçonneuse (Buehler Isomet Low Speed Saw). La rondelle a servi pour caractériser la dentine selon les différentes méthodes citées précédemment. Le plot restant a été utilisé pour l'étude mécanique (Figure 1). C'est donc sur un substrat dont les caractéristiques physico-chimiques sont connues que le test mécanique est réalisé.

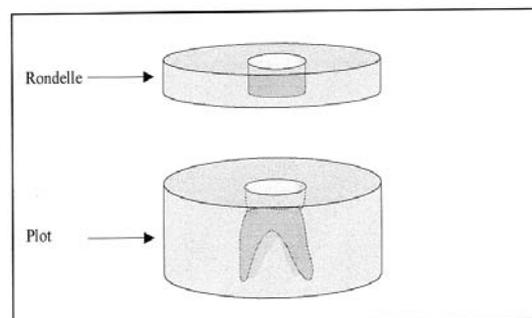


Figure 1. Préparation des échantillons.

La surface du plot a été polie avec une machine DAP-U de Struers selon le protocole suivant : utilisation d'un disque de papier abrasif SiC grit 1200, et d'une suspension d'alumine à 0,05 micron sur disque en drap, ensuite lustrage avec un disque drap velours sec.

Le plot a ensuite été taillé de façon à ce que ses faces latérales soient parfaitement perpendiculaires à la face supérieure où se trouve le substrat dentinaire sur lequel seront appliqués l'adhésif, la membrane et le compomère.

Pour pouvoir standardiser la surface de dentine pelée et la quantité de compomère mise sur l'adhésif pour le faire polymériser, une pièce en résine thermoformée (0,5mm d'épaisseur) et percée en son centre a été préparée.

La membrane, qui a pour but de rigidifier l'adhésif, est un tissage de polyimide (bibrins), d'épaisseur 78 μm et de 30 mm de large au départ. Elle a été découpée en bandes de 10 mm de largeur et 150 mm de longueur. La largeur de la membrane a été volontairement gardée plus large que le parallépipède de compomère qui sera ensuite préparé pour éviter les effets de bords lors de l'essai.

Pour le collage de la membrane sur la dentine, les indications du fabricant ont strictement été suivies (Dentsply DeTrey, 1997). Pour faire polymériser le Prime & Bond[®] le protocole réalisé est le suivant :

- Prétraitement acide : le NRC[®] est appliqué au pinceau sur la dentine et l'émail pendant 15 secondes, les excès de NRC[®] sont ensuite éliminés à l'aide d'une soufflette sans que la surface dentinaire ne soit déshydratée. Le but de cet acte est d'enlever la boue dentinaire et tous les bio-films qui viennent souiller la surface dentinaire lors de la découpe et du polissage des plots, de déminéraliser la matrice dentinaire superficielle pour permettre l'infiltration de résine en surface, de découvrir et ouvrir les tubuli dentinaires (Degrange *et al.*, 1994).
- Application de l'adhésif au pinceau, suivie d'un léger séchage à l'air sec et photopolymérisation pendant 20 secondes.
- Mise en place de la membrane.
- Application d'une deuxième couche d'adhésif, suivie d'un séchage à l'aide d'un jet d'air.
- Mise en place de la plaque perforée de façon à ce que le trou se trouve centré sur la dentine et la membrane.
- Injection du compomère en excès dans l'espace aménagé à cet effet.

- Lissage du compomère à l'aide de la deuxième plaque par application de celle-ci.
- Photopolymérisation pendant 40 secondes du joint adhésif.
- Elimination des excès de compomère qui ont fusé avec un scalpel.

La tenue de la membrane sur la dentine a paru alors suffisante pour soumettre l'ensemble à l'essai mécanique proposé : le pelage.

2.2: Le Test Mécanique

Les tests appartenant à la mécanique de la rupture permettent de mesurer la ténacité d'une interface, c'est à dire la résistance à la propagation d'une fissure qui peut éventuellement être pré-amorcée.

L'application du concept de la mécanique de la rupture à l'étude de l'adhérence des joints collés donne à l'énergie de fracture, ou taux de restitution d'énergie G , une valeur considérée comme une caractéristique propre à la nature de l'adhésif sur un substrat donné pour un mode de rupture déterminé. Pour être rigoureux, il faut distinguer le G associé à l'amorçage et le G associé à la propagation.

2.2.1: Un test appartenant à la mécanique de la rupture : l'essai de pelage d'un film mince (Felder, 1998)

L'essai mécanique appliqué à la mesure de l'adhérence d'une résine sur la dentine, doit pouvoir être relativement facile à réaliser, être répété un grand nombre de fois dans des conditions reproductibles et donner lieu à une interprétation statistique (Attal et Degrange, 1997). Le test choisi est l'essai de pelage d'un film mince (Figure 2).

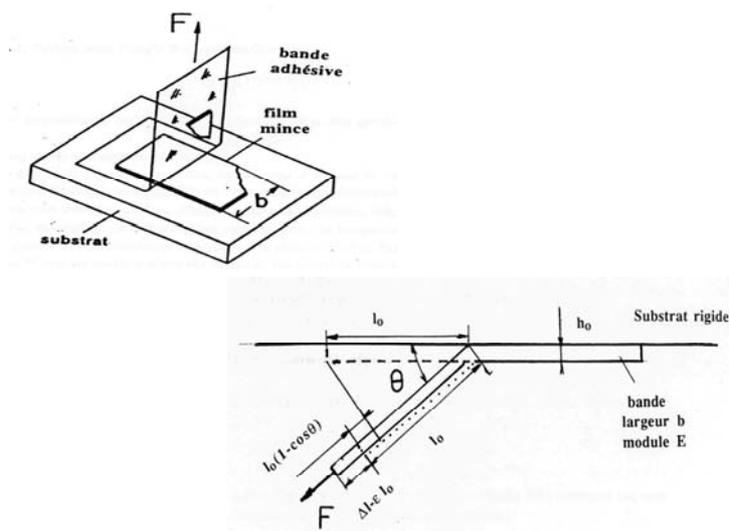


Figure 2. Schématisation de l'essai de Pelage d'un film mince.

Les hypothèses principales et paramètres du problème sont les suivants :

- Substrat rigide de surface plane.
- Bande élastique (incompressible), de module d'Young E , d'épaisseur h_0 et de largeur b ; la partie non décollée de cette bande est supposée avoir la déformation uniaxiale ε (induite lors de sa jonction avec le substrat, positive pour une extension, négative pour une contraction).
- Système en régime de déformation stationnaire : la longueur décollée est suffisamment longue pour que son extrémité s'aligne sur la direction de la force de pelage F , laquelle fait un angle θ avec la surface plane du substrat. En outre, la longueur sur laquelle s'effectue la transition entre la partie non collée, de déformation uniaxiale ε , et la partie de la bande en déformation uniaxiale sous l'effet de la force de pelage F est supposée constante et l'énergie de déformation élastique correspondante ne varie pas lors du pelage.
- La bande adhère au substrat du fait de l'énergie d'adhésion interfaciale de Dupré W .

Les paramètres d'état du système sont :

L_0 : longueur de bande décollée, ΔL : allongement (uniaxial) de la bande décollée induit par la force appliquée, F (grandeur inconnue) : force de pelage.

Ni l'analyse mécanique (donnant l'inégalité de la puissance dissipée), ni les équations de comportement du système satisfaisant cette inégalité ne seront détaillées.

La force de pelage, le taux de restitution de l'énergie et le mode de rupture sont intéressants.

Dans cette étude, un angle $\theta = 90^\circ$ a été choisi. Dans ce cas, $G = F/b$. Dans tous les cas, la contrainte de pelage est $F/(bh_0)$, mais elle ne caractérise pas l'adhérence du matériau de la bande au substrat (Felder, 1998).

Le principe de l'essai consiste à tirer, selon un angle de 90° (Felder, 1998), l'extrémité de la membrane qui rigidifie l'adhésif grâce à une force F de traction. La machine de traction est une Dartec Servo-hydraulique référence HA 250-300 capacité 300kN, le capteur de force utilisé est un AST 100N. La vitesse de la machine de traction est de $0,5\text{mm.s}^{-1}$. L'essai est considéré terminé lorsque

l'ensemble "adhésif-membrane-compomère" s'est totalement dissocié du substrat dentinaire. Il est ainsi possible, après avoir tracé les courbes forces-déplacement (Figure 3), de mesurer la force maximale de rupture nécessaire au décollement et de calculer le taux de restitution d'énergie G .

3. Observation des interfaces de rupture

Dans le but de déterminer si la fracture est interfaciale ou cohésive, une fois l'essai mécanique réalisé, des observations des faciès de rupture sont réalisées en microscopie optique (Olympus BH 12) et électronique à balayage (Jeol JSM 5310 LV) associée à une analyse par spectroscopie à énergie dispersive (système Tracor).

RESULTATS

1. Forces de rupture

Pour tous les échantillons, la machine de traction permet d'obtenir la courbe force-déplacement. Deux profils de courbes force-déplacement ont été obtenus (figure 3) signifiant que certains essais font référence à du cisaillement et d'autres à du pelage. Leur aspect bien particulier sera argumenté dans la discussion.

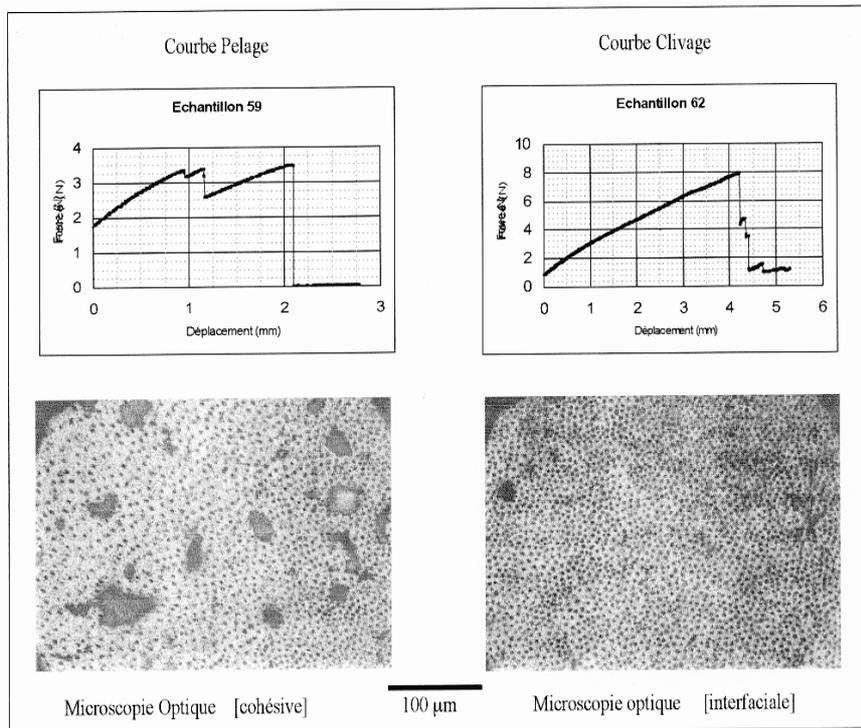


Figure 3. Exemple des deux types de courbes force-déplacement obtenues et d'observations obtenues au Microscope optique.

Pour chaque essai, la valeur de la force maximale à la rupture est relevée sur le graphique (exemple : Figure 3).

2. Observation des faciès de rupture

L'observation des faciès de rupture au microscope optique (Figure 3) et en microscopie électronique complétée par des analyses en énergie dispersive (Figure 4), laisse apparaître deux types différents de fracture, l'une cohésive (dans le composite) et l'autre interfaciale (au niveau de l'interface adhésif/dentine).

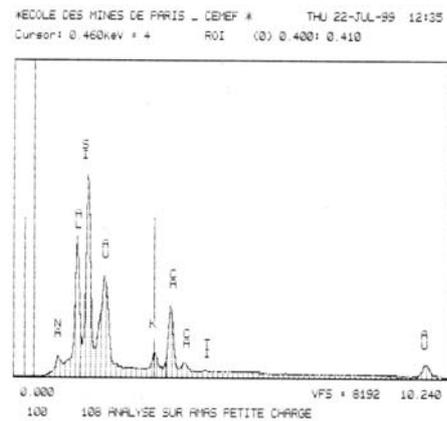
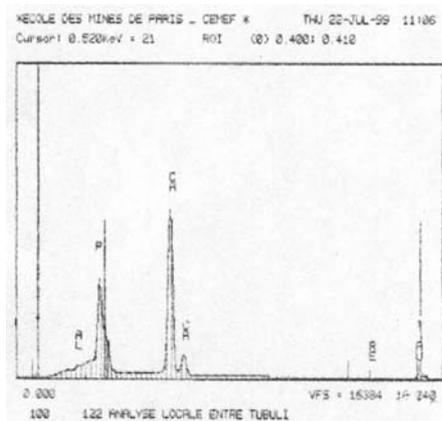
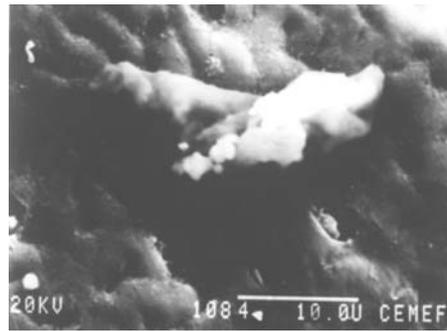
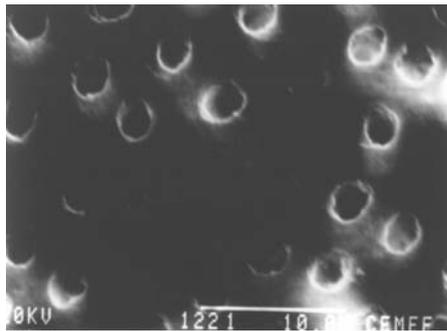


Figure 4. Observations et analyses des faciès de rupture M.E.B + E.D.S.

DISCUSSION

1. Aspect des courbes obtenues

L'observation de l'ensemble des courbes force-déplacement obtenues permet de différencier deux familles de courbes, en fonction des valeurs de la force à la rupture :

❶ Pour les valeurs de force à la rupture (F_R) supérieures à 5N . La courbe obtenue répond à un essai de clivage (Figure 3). En effet, la force croît de façon constante en fonction du déplacement et chute brutalement à partir d'une certaine valeur correspondant à la force de rupture maximale.

La direction de la force est différente de la direction d'ouverture de la fissure, la valeur moyenne de la force de rupture dans ce cas est $F'_R=7N$ ($\sigma = 5,2$).

Les forces de rupture supérieures à 12,8 N correspondent à des déchirements de la membrane et ne sont pas retenus pour le calcul de la moyenne de la force à la rupture.

❷ Pour les valeurs de force à la rupture (F_R) inférieures à 5N :

La force croît en fonction du déplacement, jusqu'à une valeur maximale, il s'établit un régime permanent de pelage et la force décroît (Figure 3).

La valeur moyenne de la force à la rupture pour les échantillons testés répondant à du pelage est $F''_R=2,8N$ ($\sigma = 1,8$).

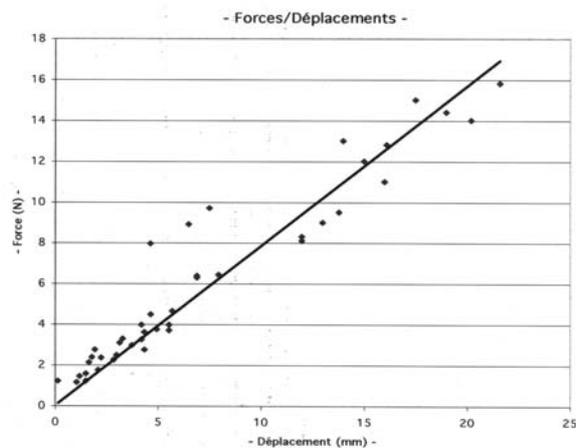


Figure 5. Courbe Force maxi / Déplacement.

En reliant les forces maximales de rupture F_R en fonction du déplacement (Figure 5), il apparaît que pour certains essais, le déplacement est supérieur à 5 mm (longueur de l'interface collée). L'ensemble du déplacement ne correspond donc pas à la zone pelée. Un autre facteur intervient, qui sera identifié plus loin.

2. Aspect des courbes et validation de l'essai

Il a paru intéressant de reprendre les échantillons un par un et d'essayer de comprendre pourquoi pour certains du clivage a été obtenu au lieu du pelage escompté.

Les courbes de clivage correspondent à la série d'essais où pour différentes raisons (paramètre dus à l'épaisseur et à la rhéologie de la résine et du compomère, déchirement de la membrane), le pelage n'a pas fonctionné.

② Les courbes de pelage répondent aux essais suivants où l'épaisseur de compomère a été réduite par polissage (à environ 0,2 mm) :

- La première partie de la courbe (Courbe Pelage Figure 3) où la force est proportionnelle au déplacement sur quelques millimètres pourrait correspondre à l'étirement de la membrane ou à l'amorçage du phénomène de pelage.
- La seconde partie de la courbe où la valeur de la force à la rupture fluctue autour d'une valeur moyenne (régime permanent de pelage) sur quelques millimètres (Courbe pelage Figure 3) correspond au pelage proprement dit .

3. Pelage, clivage et faciès de rupture

Il apparaît que pour les courbes de pelage, les faciès de rupture soient plus hétérogènes que pour les courbes de clivage (Figure 3), avec la présence de plage de résine ou d'adhésif sur la dentine. Les observations en microscope électronique à balayage couplées à des analyses spectrométriques en énergie dispersive) (Leforestier *et al.*, 1998) montrent que ces plages hétérogènes correspondent à de la résine adhésive ou à du compomère, lequel serait passé entre les pores de la membrane.

4. Analyse des courbes

L'étude des courbes tracées suite à l'essai mécanique permet donc de distinguer, en fonction de la valeur maximale de la force de rupture enregistrée, deux familles de courbes :

- Type Clivage : Force de rupture $F_R > 5N$. Lors de cette série d'essais, c'est la membrane qui s'est déchirée et c'est donc sa rhéologie (son comportement élastique) qui est enregistrée (valeur moyenne de $F'_R = 7N$, $\sigma = 5,2$ pour ces essais).
- Type Pelage : Force de rupture $F_R < 5N$. Ces courbes permettent de différencier une première partie quasiment rectiligne et une seconde partie qui correspondrait au pelage proprement dit reflétant le taux de restitution de l'énergie de rupture : G (valeur moyenne de $F''_R = 2,8N$, $\sigma = 1,8$ pour ces essais).

4.1. Rhéologie de la membrane

Il a semblé intéressant d'approfondir ces remarques et d'étudier comment le comportement de la membrane pouvait intervenir. La détermination de certains paramètres de la membrane va être abordée :

TABLEAU 1

Variation du module d'Young en fonction de la vitesse d'étirement

Vitesse (s^{-1})	0,0005	0,001	0,0015	0,002	0,0025	0,005	0,001
E (MPa)	230,68	195,91	231,9	205,29	163,73	288,62	170,95
Moy E (MPa)	206,95						

Les données concernant la membrane utilisée pour le pelage sont les suivantes : ce tissu est un polyimide, bibrins, son épaisseur est de $78 \mu m$.

En fonction de la vitesse d'étirement, son module d'Young varie (cf. Tableau 1)

Pour cet essai de pelage, la vitesse de la machine a été réglée à $v = 0,5 \text{ mm} \cdot s^{-1}$ ou $\epsilon \cong 0,0033 \text{ s}^{-1}$. D'après le tableau I, le module d'Young de la membrane à cette vitesse est d'environ 200 MPa. D'après les conditions expérimentales du présent travail, le calcul du module d'Young peut être fait à partir des données suivantes :

$E = \sigma / \varepsilon$	Avec:	E : le module d'Young
		σ : la contrainte
$\sigma = F_R / S$		ε : la déformation
		F_R : force de rupture
$\varepsilon = \Delta L / L_0$ (portion collée)		S : surface de section de la membrane
		ΔL : allongement de la membrane
		L_0 : longueur initiale de la membrane

Application numérique :

$$F_R = 7\text{N (aux grandes déformations)}$$

$$S = 5 \times 78.10^{-3} \text{ mm (largeur} \times \text{épaisseur)} = 39.10^{-2} \text{ mm}^2$$

$$L_0 = 150 \text{ mm}$$

$$\Delta L = 9,5 \text{ mm}$$

$$\Delta L / L_0 = 0,06$$

D'où : **E = 299 Mpa**

Cette valeur du module d'Young de la membrane trouvée pour les forces importantes (à la vitesse d'étirement $0,5 \text{ mm.s}^{-1}$) correspond bien aux données du Tableau 1. Les caractéristiques du matériau polyimide pour des forces « importantes » ont donc bien été enregistrées. Les courbes décrites pour ces forces correspondent bien à un test de clivage et pas à un test de pelage.

4.2. Taux de restitution de l'énergie (G) (Felder, 1998)

Ayant à faire pour des forces faibles à un test de la mécanique de la rupture, il est possible de calculer le taux de restitution de l'énergie « G », pour $F_R < 5\text{N}$ avec F''_R moyen d'environ $2,8 \text{ N}$.

D'où :
$$G = F''_R / b$$

avec : b : largeur de la bande collée (b = 5mm),

F''_R : valeur moyenne des forces maximales à la rupture pour l'ensemble des échantillons où $F_R < 5\text{N}$.

Application numérique : $G = 560\text{N/m} = 560 \text{ J/m}^2$

Ce taux de restitution d'énergie est très important, ce qui signifie que même pour de faibles forces, le joint tient très bien. Cette valeur peut être retrouvée dans la littérature pour des interfaces polymère/polymère ou métal/polymère, qui sont considérées comme « bonnes ». Etant donné que la rupture de ce joint est cohésive, il est difficile de comparer la valeur de ce taux avec celui obtenu avec la méthode du coin qui donne une rupture interfaciale (Attal et Degrange, 1997). Cependant, grâce à la mécanique de la rupture, il est possible de comparer les résultats obtenus bien que les essais soient différents (coin, pelage) (Tirlet *et al.*, 1994).

5. Courbe contraintes – allongements (Figure 6)

Enfin, et à titre de synthèse, il a paru intéressant de tracer la courbe des contraintes maximales en fonction des déplacements relatifs maximaux (Figure 6).

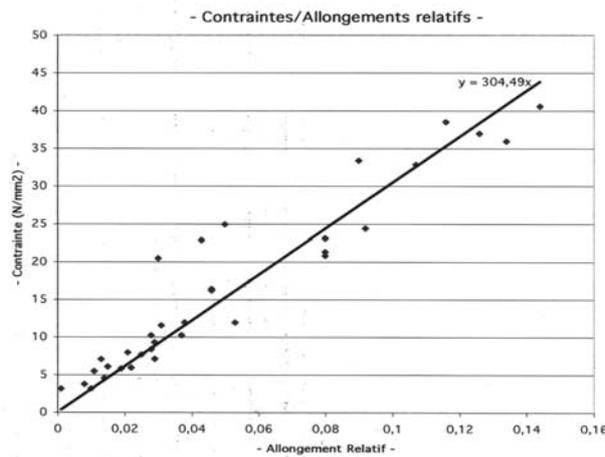


Figure 6. Courbe Contraintes Maximales - allongements relatifs.

Cette courbe apporte des notions supplémentaires :
 L'équation de cette droite est de la forme $y = ax$ où « a », coefficient directeur, doit représenter le module d'Young de la membrane. Il est égal à 304,49 MPa (Figure 6), tout à fait en rapport avec la valeur trouvée précédemment (cf. § VI.4.1) et avec la valeur donnée dans le Tableau I. Mais il faut noter que le coefficient directeur de la partie rectiligne des courbes de pelage (partie rectiligne courbe pelage Figure 3) ne correspond pas à la valeur du module d'Young E de la membrane (pente de 0,0045). Par conséquent, cette partie de la courbe ne témoigne pas de l'étirement de la membrane, mais plutôt de l'amorçage de l'essai de pelage. Dans une prochaine série d'essais, il serait intéressant de voir s'il est possible d'éliminer cette partie de la courbe en amorçant la fissure.

De plus, cette « courbe maîtresse » (Figure 3) qui témoigne de la loi régissant la rhéologie de la membrane, permet un classement des échantillons et ouvre des perspectives très intéressantes sur l'analyse des faciès de rupture des échantillons pour lesquels $F_R < 5N$.

CONCLUSIONS

De précédentes études, dans le domaine de l'odontologie, avaient montré qu'il était possible grâce à la mécanique de la rupture, de déterminer une énergie de fracture propre à la nature d'un adhésif sur un substrat donné.

L'originalité de ce travail réside d'une part dans l'analyse physico-chimique et mécanique sur un même substrat et d'autre part dans la mise au point et l'interprétation de l'essai de pelage à 90° , en tant qu'essai de mécanique de la rupture en odontologie.

La principale difficulté rencontrée pour la réalisation et la standardisation du pelage à 90° sur dents humaines, et ceci dans des conditions optimales, est la petitesse de la surface de dentine coronaire. Une autre réside dans le contrôle de l'épaisseur de compomère non polymérisé à apporter, pour faire réticuler l'adhésif de cinquième génération.

L'expérimentation a été conduite sur quarante trois dents humaines préparées pour être soumises à l'essai choisi. Les résultats obtenus, sur l'ensemble des échantillons, semblent probants. Ils ont permis d'obtenir deux types de courbes en fonction de la force de rupture :

- Pour les forces de rupture supérieures à 5N (moyenne = 7N, $\sigma = 5,2$), du clivage a été obtenu.
- Pour les forces de rupture inférieures à 5N (moyenne = 2,8N, $\sigma = 1,8$), les courbes force-déplacement correspondent bien à du pelage. Dans ce cas, un taux de restitution d'énergie, normalement indépendant du type d'essai de la mécanique de la rupture a été calculé. Comparé à d'autres valeurs énoncées dans la littérature, il est nettement supérieur. De ce point de vue, une étude plus poussée sur la nature de la fracture (cohésive ou interfaciale) devrait apporter des éclaircissements.

L'examen des faciès de rupture en microscopie optique, électronique associée à des analyses en spectrométrie dispersive montre des images de rupture interfaciale pour le premier type, alors que dans le cas où il y a eu pelage, les faciès de rupture semblent mixtes et donc plus hétérogènes.

La droite obtenue en traçant les contraintes maximales en fonction des allongements relatifs maximaux du tissu correspond à la loi régissant la rhéologie de la membrane. Celle-ci permet un classement des échantillons en fonction des faciès de rupture obtenus, tous les autres paramètres restant constants.

Il faudra tenter d'effacer les phénomènes de clivage obtenus en diminuant la longueur initiale L_0 de la membrane rigidifiante. Il faudra aussi diminuer l'épaisseur du compomere rigide. De même, pour une interprétation plus complète, la rhéologie de l'adhésif et de la résine, ainsi que son évolution en fonction de la vitesse de l'essai restent à déterminer.

Une fois ces paramètres parfaitement contrôlés, l'essai de pelage, relativement facile à réaliser, pourra être répété un grand nombre de fois dans des conditions reproductibles. Il sera alors intéressant de voir s'il peut donner lieu à des interprétations statistiques, notamment avec les différents paramètres physico-chimiques caractéristiques de la dentine humaine.

REMERCIEMENTS

Remerciements à Eric Felder (CEMEF, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Nice Sophia-Antipolis) pour l'aide à l'interprétation des résultats des essais de pelage.

REFERENCES

- Attal, J.P. et Degrange, M. 1997. Un nouveau test évaluant l'énergie d'adhérence de l'assemblage dentine/adhésif : le test du copeau. *J. Biomat. Dent.*, 12:145.
- Burrow, M.F, Takakura, H., Nakajima, M., Inai, N., Tagami, J., Takatsu, T. 1994. The influence of age and depth of dentin on bonding. *Dent. Mater.*, 10:241.
- Costini, J.M., Darque-Ceretti, E., Leforestier, E., Medioni, E., Bolla, M., 1998. Etude de l'adhésion d'une résine composite sur la dent. 1^{ère} partie : caractéristiques physico-chimiques des surfaces dentaires. *J. Biomat. Dent.*, 13: 43.
- Darque-Ceretti, E. 1997. L'adhésion : les concepts et les causes, *Metall. Rev.*, 5:617.
- Degrange, M., Attal, J.P., Theimer, K 1994. Aspects fondamentaux du collage appliqués à la dentisterie adhésive. *Réal. Clin*, 5(4):371.
- Dentsply DeTrey GmbH, 1997. *Prime & Bond® 2.1. Technical Manual*, 63p.
- Dentsply DeTrey GmbH, 1998. *NRCTM. Non-Rinse Conditioner. Technical Manual*. 49p.
- Felder, E., 1998. *Cours adhésion –adhérence*, CEMEF, CNRS Formation.

- Iost, A., Claisse, A., Najjar, D., 1997. Caractérisation de l'adhérence dentine-composite. *Trib Dent*, 5 : 17-24.
- Leforestier, E., Darque-Ceretti, E., Costini, J.M., Muller, M., Bolla, M. 1998. Etude de l'adhésion d'une résine composite sur la dent. 2^{ème} partie : Corrélation adhésion adhérence. *J. Biomat. Dent.*, 1:55.
- Maugis, D. 1999. *Contact-adhésion et rupture des solides élastiques*. Paris : Hermann.
- Pashley, H. et Carvalho, R.M. 1997. Dentine permeability and dentine adhesion. *J. Dent.*, 25(5):355.
- Pashley, H., Sano, H., Ciucchi, B., Yoshiyama, M., Carvalho, R.M. 1995. Adhesion testing of bonding agents : a review. *Dent.Mater.*, 11:117.
- Stangel, I., Young, C., Sacher, E., Hanley, S. 1994. The effect of conditioning on adhesion to human dentin. *J. Adh.*, 47:133.
- Tirlet, G., Bouter, D., Degrange, M. 1994. La mécanique de la rupture appliquée à l'étude de l'adhérence des céramiques collées : « le chip test » ou test du copeau. *J. Biomat. Dent.*, 9:15.
- Vreven, J., Raskin, A., 1997. Résine composites, *Encycl. Méd. Chir. (Elsevier, Paris), Odontologie*, 23-065-E-10, 14p.
- 3M 1997. De l'évolution des systèmes adhésifs. *Flash Info N° Spécial Adhseion*, 5p. N° Special Adhesion, Mars 1997.

- **Figures Captions** -

- Figure 1: Préparation des échantillons.
- FIGURE 2 : Schématisation de l'essai de Pelage d'un film mince.
- Figure 3: Exemple des deux types de courbes force-déplacement obtenues et d'observations obtenues au Microscope optique.
- Figure 4: Observations et analyses des faciès de rupture M.E.B + E.D.S.
- FIGURE 5 : Courbe Force maxi / Déplacement
- FIGURE 6: Courbe Contraintes Maximales - allongements relatifs.

Figure 1

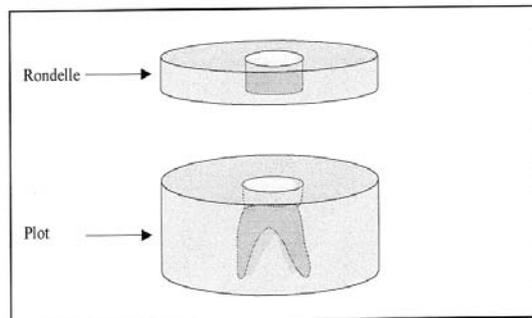


FIGURE 2

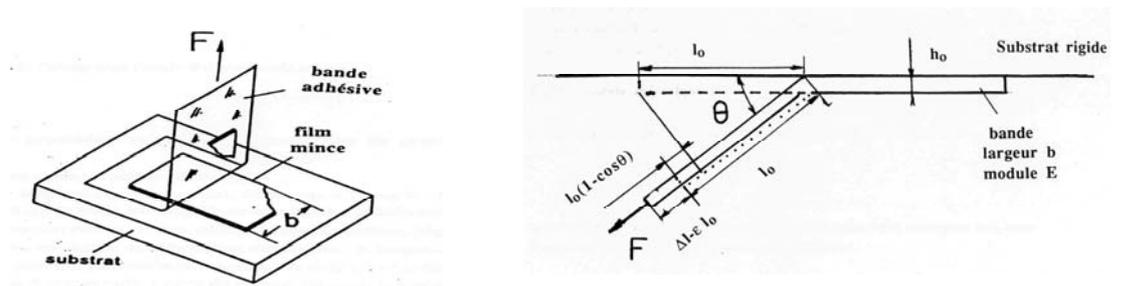


Figure 3

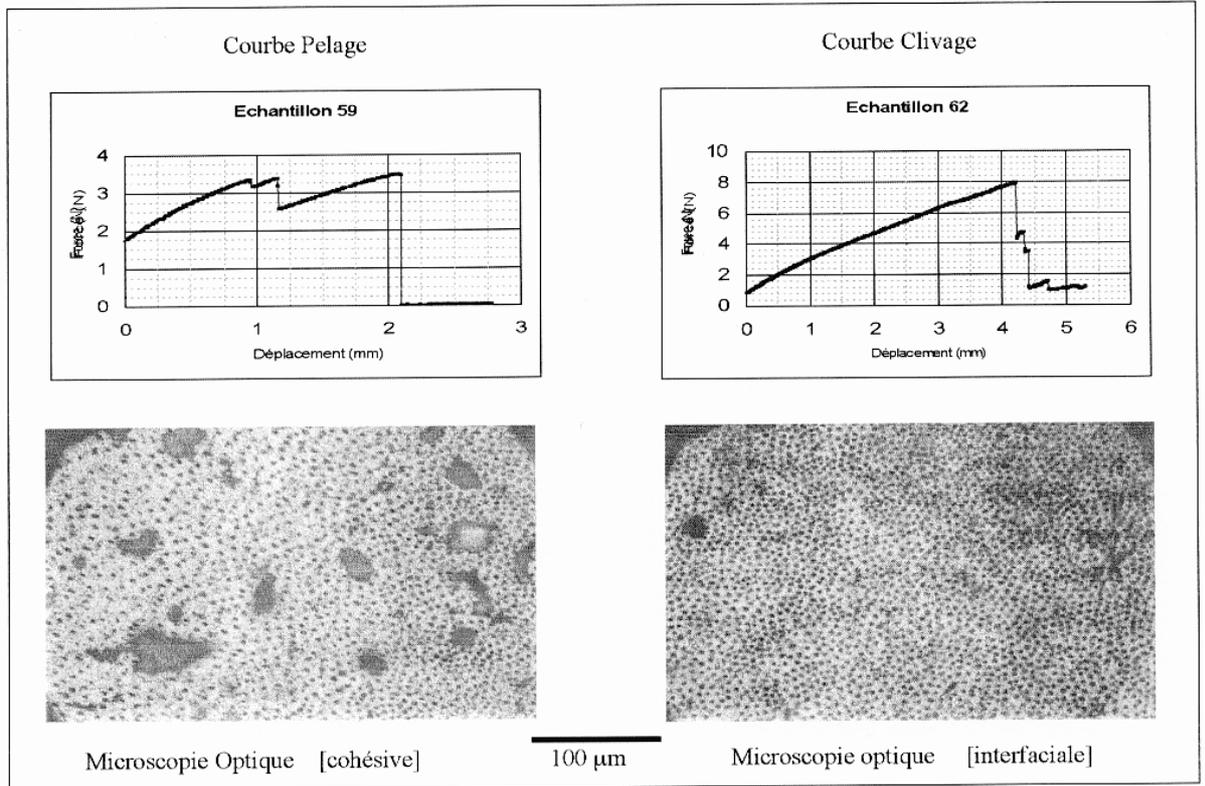


Figure 4

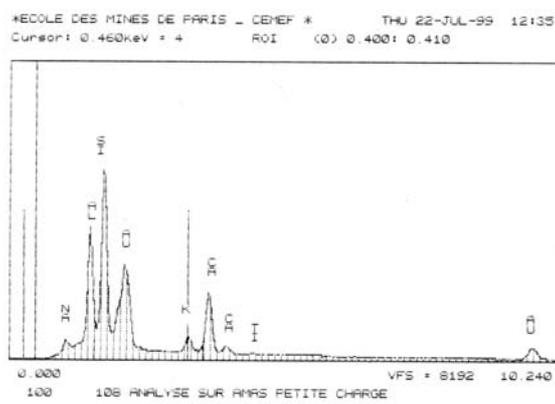
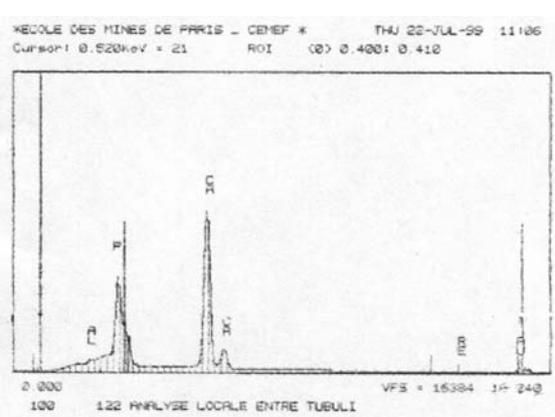
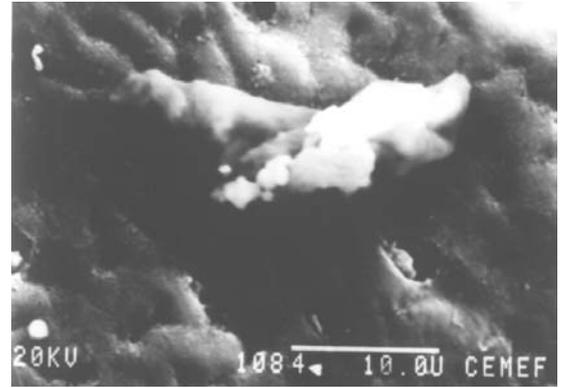
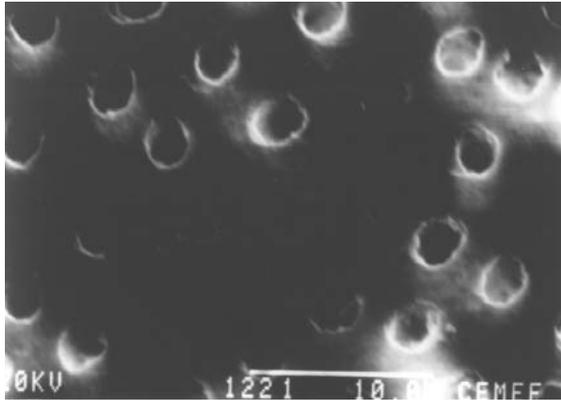


FIGURE 5

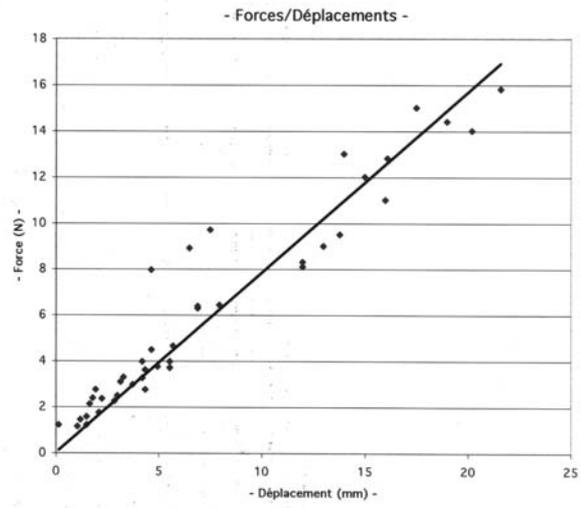


FIGURE 6

