



HAL
open science

Dentine et dent restaurée : structures, microstructures et mécanique

Elsa Vennat

► **To cite this version:**

Elsa Vennat. Dentine et dent restaurée : structures, microstructures et mécanique. Biomécanique [physics.med-ph]. Université Paris Saclay, 2021. tel-03210973

HAL Id: tel-03210973

<https://hal.science/tel-03210973>

Submitted on 28 Apr 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Dentine et dent restaurée : structures, microstructures et mécanique

Habilitation à diriger des recherches de l'université Paris-Saclay

Unité de recherche : MSSMat (UMR8579)

Référent : Olivier Hubert

présentée et soutenue à CentraleSupélec, le 13 Avril 2021, par

Elsa VENNAT

Composition du Jury

Pierre MILLET

Professeur des Universités, Praticien Hospitalier, Université de Reims Champagne-Ardennes, Laboratoire d'Ingénierie et Sciences des Matériaux LISM

Président

Eric MAIRE

Directeur de Recherche, CNRS, laboratoire MatéIS, INSA de Lyon

Rapporteur

Martine PITHIOUX

Directrice de Recherche, CNRS, Institut des Sciences du Mouvement de Marseille

Rapporteuse

Yves REMOND

Professeur des Universités, Université de Strasbourg, laboratoire ICUBE

Rapporteur

Jean-Pierre ATTAL

Maître de Conférences HDR, Praticien Hospitalier, université de Paris, laboratoire URB2i

Examineur

Denis AUBRY

Professeur émérite, CentraleSupélec, Laboratoire MSSMat

Examineur

Nicolas SCHMITT

Professeur des Universités, LMT, UPEC

Examineur

Yannick TILLIER

Professeur à occupation accessoire à l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris (Mines ParisTech), chercheur au Centre de Mise en Forme des Matériaux (CEMEF)

Examineur

"Essayer. Rater. Essayer encore. Rater encore. Rater mieux."
Samuel Beckett

| | |
|---|------------|
| Remerciements | 3 |
| Notice individuelle..... | 6 |
| <i>Curriculum Vitae</i> | <i>8</i> |
| <i>Activités d'enseignement.....</i> | <i>10</i> |
| <i>Activités de recherche</i> | <i>14</i> |
| <i>Description de la participation à la vie scientifique et des responsabilités collectives exercées</i> | <i>31</i> |
| Travaux de recherche | 36 |
| <i>Introduction.....</i> | <i>38</i> |
| <i>Chapitre I : La dent restaurée, un composite multi-couches complexe</i> | <i>52</i> |
| <i>Chapitre II : Le tissu dentinaire : comment sa microstructure complexe influence son comportement mécanique ?.....</i> | <i>76</i> |
| <i>Chapitre III : La dent restaurée : comment améliorer la conception des restaurations actuelles en prenant en compte la mécanique de l'assemblage ?</i> | <i>122</i> |
| <i>Bilan général et perspectives.....</i> | <i>167</i> |
| <i>Références bibliographiques</i> | <i>171</i> |

Remerciements

Je remercie d'abord le laboratoire MSSMat et CentraleSupélec pour m'avoir fait confiance en me recrutant en tant que Maître de Conférences en 2010. Je remercie aussi l'URB2i, mon deuxième laboratoire. C'est toujours un plaisir d'échanger avec tout le monde, de recherche mais aussi de tout autres sujets et de mener des projets communs.

Je remercie Michel Degrange et Denis Aubry pour m'avoir transmis leur passion pour la recherche. Celle-ci reste intacte même il est difficile aujourd'hui de se retrouver dans des conditions aussi favorables que celles de la thèse pour faire de la science en se souciant de rien d'autre. Doctorants, profitez !

Et puis, ensuite j'ai eu la chance de croiser la route d'Aurélien Gourrier, Nicolas Schmitt, Jean-Marc Allain, Jean-Pierre Attal, Elisabeth Dursun, Chloé Arson, Aurélie Benoit, Sophie Le Cann (etc., pardon pour les inévitables oublis) avec qui c'est un plaisir de travailler. Merci à vous et au destin ☺

Il y a aussi ceux qui sont là tous les jours pour nous aider à mener à bien nos projets qui paraissent parfois farfelus : merci Nicolas Roubier, Thomas Reiss, Eva Hériprié, Paul Haghi, Sokona Konaté, Françoise Garnier, Sylviane Bourgeois...

Et il y a les doctorants (et tous les stagiaires), chacun d'entre vous m'a beaucoup appris. Merci Wenlong, Kyo, Nicolas, Asef, Yannick, Marianne, Maud, Norman ...!

Un grand merci au LabeX LaSIPS qui m'a donné un sacré coup de pouce au moment où j'en avais le plus besoin.

Merci aussi aux membres du jury : aux rapporteurs pour avoir lu et commenté ce manuscrit, à l'ensemble du jury pour les discussions passionnantes qui ont suivies la soutenance. De tels échanges sont précieux et ce point d'étape est réussi grâce à vous !

Enfin un grand merci à ma petite famille de me faire prendre du recul sur les petits tracas de la recherche académique : il y a des choses plus importantes ... et puis « la terre ne s'arrêtera pas de tourner » ! (merci Jean-Marc pour cette remarque des plus judicieuses qui est arrivée au bon moment, elle aussi !).

Notice individuelle

| | |
|--|----------|
| Notice individuelle | 6 |
| <i>Curriculum Vitae</i> | 8 |
| <i>Activités d'enseignement</i> | 10 |
| Enseignement à Centrale-Supélec en tant que Maître de Conférences..... | 10 |
| Activités d'enseignement en tant que vacataire, monitrice et ATER | 12 |
| Tableau récapitulatif des activités d'enseignement | 13 |
| <i>Activités de recherche</i> | 14 |
| Stage de M2 (2005-2006)..... | 14 |
| Travaux de thèse (2006-2009)..... | 14 |
| ATER (2009-2010) | 17 |
| Activités actuelles : un bref aperçu | 17 |
| Liste des publications et communications scientifiques | 24 |
| Liste des encadrements scientifiques effectués | 28 |
| <i>Description de la participation à la vie scientifique et des responsabilités collectives exercées</i> | 31 |
| Responsabilités liées à la recherche | 31 |
| Relecture, expertise et participation à des jurys | 32 |
| Diffusion scientifique | 32 |
| Coordination/participation à des projets de recherche..... | 33 |
| Prix, distinctions et subventions..... | 34 |
| Responsabilités liées à l'enseignement..... | 35 |
| Organisation de congrès nationaux/internationaux | 35 |
| Vulgarisation scientifique..... | 35 |
| Membre de jury de thèse d'exercice en Chirurgie Dentaire | 35 |

Curriculum Vitae

État civil

Elsa VENNAT

Née le 25 Octobre 1981 à Paris

Nationalité Française

Adresse personnelle : 26 Place Jacques Carat, 94230 Cachan

Adresse professionnelle : Centrale-Supélec, Bâtiment Eiffel, 8-10 rue Joliot Curie, 91190 Gif sur Yvette

Situation professionnelle

Maître de Conférences, CNU 60

Établissement : Centrale-Supélec

Laboratoire : MSSMat (UMR8579)

Formation et diplômes

2019 Dérogation pour diriger une thèse au sein de l'ED SMEMAG de l'université Paris Saclay **sans HDR**

2009 Doctorat de l'École Centrale Paris (ECP), spécialité Mécanique soutenu le 19 Octobre 2009 et réalisée au laboratoire MSSMat UMR 8579.

« Étude numérique et expérimentale de l'infiltration de la dentine déminéralisée en surface par des résines composites »

Directeurs de thèse : Denis Aubry, Professeur CNU 60, École Centrale Paris (Laboratoire MSSMat) et Michel Degrange, Professeur CNU 58 (Odontologie), Université René Descartes (Unité de Recherche de Biomatériaux Innovants et Interfaces)

Rapporteurs : Jacques Déjou, Professeur CNU 58, Université de la Méditerranée et Jacques Huyghes, Professeur, Université d'Eindhoven

Président : Henri Vandamme, Professeur CNU 60, ESPCI

2002-2006 Élève normalienne à l'École Normale Supérieure de Cachan

- Septembre 2005-Juin 2006 : **Master 2 de Mécanique des Sols, des Roches et des Ouvrages dans leur environnement** (École Centrale Paris, École Nationale des Ponts et Chaussées), mention Bien, stage de recherche effectué au laboratoire MSSMat
- Juillet 2005 : Lauréate de l'**Agrégation Externe de Génie Civil** (9^{ème} rang)
- Septembre 2002 à Juillet 2005 :
 - Préparation à l'Agrégation de Génie Civil à l'ENS de Cachan
 - Obtention de la Maîtrise de Génie Civil** à l'Université Paris 6 et l'ENS Cachan, mention Bien
 - Obtention de la Licence de Technologie Mécanique** à l'Université Paris 6 et l'ENS Cachan, mention Bien

1999-2002 Classes Préparatoires aux Grandes Écoles MPSI puis PSI*, Lycée Jacques Decour Paris 9ème

1997 **Obtention du Baccalauréat série S option SVT**, mention Assez Bien

Expériences professionnelles

- 2010-auj.** Maître de Conférences à Centrale-Supélec (laboratoire MSSMat)
- 2013-2017** Vacataire à l'institut Galilée (Université Paris 13), Initiation à la mécanique des milieux continus
- 2014-2017** Jury de l'épreuve de TIPE (concours d'entrée à l'ENS Cachan, 16h/an)
- 2009-2010** ATER à l'Université Pierre et Marie Curie (UFR 919, Institut Jean Le Rond d'Alembert)
- 2006-2009** Allocataire Couplée Monitrice (monitorat à l'École Centrale Paris et thèse au laboratoire MSSMat)
- 2005-2006** Vacataire à l'Université Marne la Vallée (responsabilité du cours de résistance des matériaux en Licence de Génie Urbain)

Activités d'enseignement

Enseignement à Centrale-Supélec en tant que Maître de Conférences

Mes activités d'enseignement actuelles sont centrées autour de la **Biomécanique**, discipline que j'ai contribué à faire émerger à Centrale-Supélec (CS) et plus globalement à l'Université Paris Saclay.

A mon arrivée en tant que MCF à l'École Centrale Paris (en 2010), j'ai commencé par créer les activités pédagogiques de Biomécanique de deuxième année, tout en enseignant de la mécanique plus « classique » (TD du cours de Mécanique précédé d'un cours en classe réduite lors de ma première année) et en participant aux activités expérimentales de mécanique dont j'ai ensuite pris la responsabilité. J'ai ensuite fait évoluer mes activités d'enseignement pour enseigner essentiellement la Biomécanique (🦴, Figure 1) si bien que j'assume maintenant la responsabilité de l'enseignement de Biomécanique sur l'ensemble des années de cursus Centrale-Supélec dans le cadre d'**activités pédagogiques que j'ai entièrement créés**.

Il est à noter que l'année 2018 a été marquée par la mise en place du nouveau cursus CS « unifié » lié à la fusion de l'École Centrale Paris avec Supélec. Le nouveau cursus est structuré sous forme de Séquences Générales (SG) et Séquences Thématiques (ST) qui sont des blocs de 8 semaines avec différents cours. Les ST ont une thématique particulière propre à chacune d'entre elles (par exemple, « modélisation ») et se concluent par une semaine de projet ou les élèves mettent en œuvre les connaissances et les concepts acquis lors de différentes activités d'enseignement de la séquence (semaine d'intégration). Ce nouveau cursus a été précédé d'une phase de réflexion amont durant laquelle j'ai notamment participé au groupe de travail sur le lien enseignement-recherche.

Je suis aussi membre du comité de suivi du parcours recherche à Centrale-Supélec (qui est un parcours qui permet à un élève de remplacer les projets de sa formation par un projet de recherche sur trois ans en binôme avec un chercheur de Centrale-Supélec).

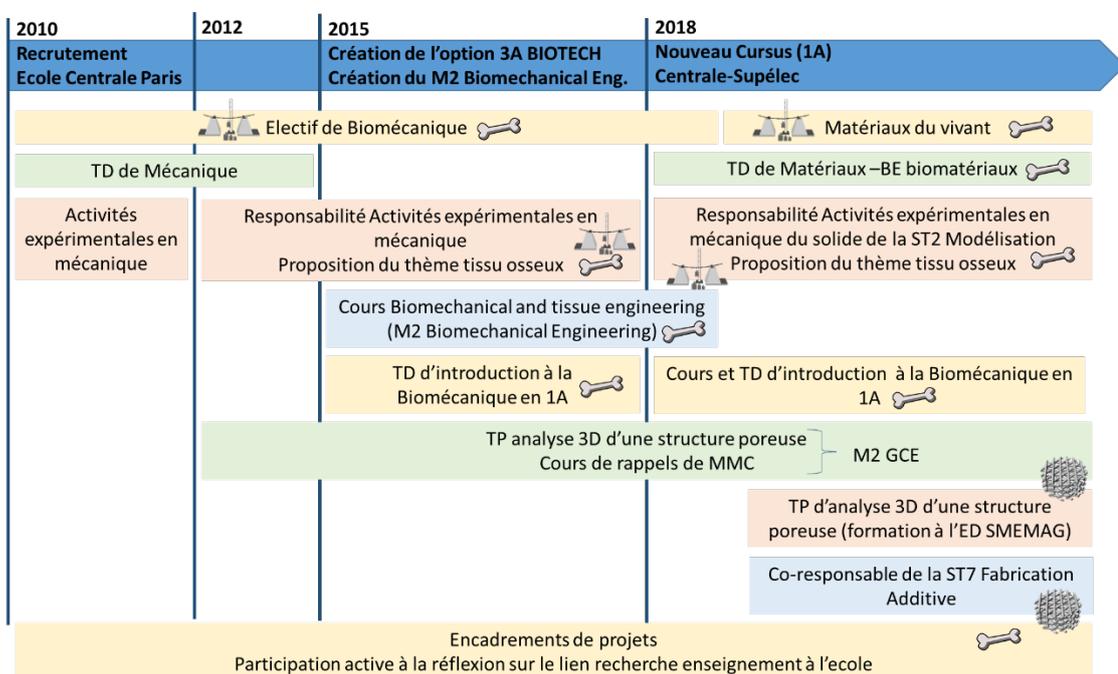


Figure 1 : Diagramme montrant l'évolution de mes activités d'enseignement

Référente de l'électif de Biomécanique de deuxième année (2A)

J'ai repris (et totalement restructuré) l'électif Biomécanique de deuxième année en 2010 que j'ai organisé de manière différente de la version antérieure (dont je n'avais que peu de traces en arrivant) : une partie est dédiée à des cours / TD classiques (rappels de MMC, notion d'anisotropie, viscoélasticité) et une autre partie à des travaux pratiques numériques et expérimentaux (modélisation éléments finis MEF, observation microscopique, analyse d'images, essais mécaniques)

car je crois en la pratique pour une meilleure compréhension/assimilation des concepts en mécanique (et donc en biomécanique). J'y aborde la biomécanique sous l'angle de la mécanique des tissus (fil rouge : l'os) et la mécano-biologie sous l'angle de l'ingénierie tissulaire osseuse (fil rouge : les cellules). Ce cours existait auparavant sous une forme plus traditionnelle cours-TD et je l'ai donc intégralement modifié. Il est récemment devenu le cours « Matériaux du Vivant » du nouveau cursus et je souhaite y inclure le matériaux bois comme fil conducteur supplémentaire.

Référente et créatrice des cours – TD d'initiation à la Biomécanique de première année (1A)

En 2015, j'ai participé à la création de la nouvelle version du cours de Biologie de première année. Une équipe pluridisciplinaire (et donc multi-département) a été constituée pour aborder la Biologie aux différentes échelles (de la cellule à la population), je suis en charge de l'échelle tissulaire. Ma participation a donné lieu dans un premier temps à un TD de découverte du remodelage osseux. Aujourd'hui, dans le cadre du nouveau cursus (ST Modélisation en 1A), mon intervention s'est enrichie d'un cours d'initiation à la Biomécanique et à la Mécano-biologie (suivi d'un TD) qui a pour but de sensibiliser les élèves à l'incroyable adaptation des tissus biologiques (ici l'os) à leur environnement mécanique. Le TD prend la forme d'une étude documentaire dirigée.

Référente et créatrice Cours-Projet de Biomécanique en option de 3A

De 2015 à 2019, dans le cadre la création de l'option de troisième année Biotech Engineering, j'ai proposé un module d'enseignement (cours-projet) de Biomécanique dans le parcours Biotechnologies médicales pour la santé (BM). J'ai choisi de construire ce cours pour que les élèves soient actifs et j'ai donc opté pour un format projet. Après 3 séances de transmission des outils de base pour mener à bien les projets (MMC, MEF, analyse d'images), les élèves sont confrontés à une problématique concrète dans le contexte biomédical (prothèses dentaires, de hanche, scaffolds...) sur laquelle je leur propose de réaliser un travail (numérique ou expérimental) qui est évalué à travers une soutenance orale. Dans le cadre du nouveau cursus, ce cours n'existe plus.

Co-référente et co-créatrice Cours Biomechanical and Tissue engineering (M2 Biomechanical Engineering)

J'ai aussi enseigné la Biomécanique (en anglais) avec B. David (CR CNRS) en M2 Biomechanical Engineering de 2015 à 2019. Après une introduction sur la biomécanique et la mécano-biologie, nous proposons aux élèves une série de TP ayant pour fil rouge l'os, sa microstructure, ses propriétés mécaniques et sa régénération. Avec B. David, nous avons décidé de ne plus proposer le cours. Pour ma part, la raison était que les heures ne comptaient plus dans mon service (CS ne co-habilite pas le M2).

Deux aspects de mon enseignement sont apparus au fil du temps :

- les activités expérimentales ( , Figure 1) : j'ai créé de nombreux travaux pratiques et activités expérimentales en lien avec la biomécanique et le génie civil, voir tableau ci-après.
- la caractérisation des milieux poreux ( , Figure 1) : j'ai mis en place un TP numérique de caractérisation des milieux poreux que j'enseigne notamment en M2 GCE. Il s'agit de déterminer les caractéristiques d'un milieu poreux grâce à du traitement et de l'analyse d'images 3D (sur ImageJ) de divers matériaux tels que le bois, le corail ou l'os.

Depuis 2018, je m'investis dans le cours de Matériaux en première année. Ce cours orienté « sciences des Matériaux » s'appuie sur les compétences de différents départements d'enseignement en matériaux. J'interviens dans la partie « Mécanique » du cours (TD sur le choix des matériaux, les traitements thermiques et le dimensionnement d'une structure). Je propose aussi des sujets en lien avec les Biomatériaux dans le cadre des Bureaux d'Études (BE) qui concluent le cours. Le but des BE est de mettre les élèves en situation active d'un choix de matériau dans le cadre d'une application donnée. Mon apport est donc de sensibiliser les élèves aux contraintes liées au domaine biomédical. Je suis co-responsable de la future ST Optimisation sur la Fabrication Additive et je m'occupe en particulier du lien avec Biomodex (start up fabricant des dispositifs de training implantaire, créée par

d'anciens élèves de l'École, ayant suivi mon cours de Biomécanique) pour définir les projets de la semaine d'intégration.

Enfin, j'ai encadré de nombreux projets (1A, 2A, parcours Recherche) et supervisé de nombreux élèves en césure.

Obtention de financement pour l'enseignement

- 2014 : Projet MecanoBio (LaSIPS Formation 2014) : Mise en place d'un banc d'essai et d'observation pour tissus biologiques
 - Financement alloué : 24 k€
 - Rôle : porteuse
 - Ce financement a notamment permis d'acquérir une machine de traction dédiée aux tissus biologiques
- 2020 : Projet Enseignement Centrale-Supélec 2020 : Obtention de 20k€ pour l'achat d'un microscope optique
 - Financement alloué : 20 k€
 - Rôle : porteuse
 - Ce financement a permis d'acquérir un microscope optique

Activités d'enseignement en tant que vacataire, monitrice et ATER

Vacations 2005-2006 (28h de cours et 30h de TD)

Au cours de ma 4^{ème} année à l'ENS Cachan, j'ai pu mettre en application la formation pédagogique suivie lors de la préparation à l'agrégation externe de génie civil. En effet, je suis intervenue dans la licence Mention "Sciences et techniques pour l'ingénieur" dans le parcours Génie urbain (IUP) à l'Université de Marne la Vallée au niveau L3. J'avais en charge la totalité du cours de Résistance des Matériaux. J'ai donc conçu le cours et les supports d'évaluation à partir du programme.

Monitorat à l'École Centrale Paris 2006-2009 (64h équivalent TD par an)

Agrégée de génie civil, j'ai été monitrice jusqu'à fin Août 2009 au Département Mécanique de l'École Centrale Paris. J'ai pu ainsi transmettre mes connaissances en mécanique des milieux continus, des fluides et des solides rigides et en résistance des matériaux dans le cadre des TD de mécanique aux élèves de 1^{ère} et 2^{ème} année de l'École Centrale Paris. J'ai aussi pu communiquer mon goût pour la modélisation numérique à travers des TD numériques sur le logiciel COMSOL. J'ai bien sûr participé à la correction des bureaux d'études et des examens finaux.

ATER à l'université Pierre et Marie Curie 2009-2010 (192h équivalent TD, en cours)

Très vite après ma soutenance de thèse, j'ai eu la chance de mettre à profit les compétences acquises pendant ma thèse. J'ai en effet mis en place des TP numériques sur le logiciel COMSOL en M2 et M1 pendant ma période d'ATER. J'ai aussi participé à des TP sur Matlab.

De plus, il m'a été confié le cours de rappels de Mécanique des Milieux Continus (MMC) en M2 (spécialité Mécanique des Sols des Roches et des Ouvrages dans leur Environnement), ce qui m'a permis d'appréhender l'enseignement de la MMC à travers des cours magistraux. Dans le cadre de ce cours, un support d'évaluation a été réalisé.

Je complétais mon activité d'enseignement au premier semestre par des TD d'initiation à la mécanique en L1, des TD de thermomécanique en M2 et au second semestre par des TD de mécanique des milieux continus en L3 à des élèves suivant une formation en mathématiques appliqués, des TD en calculs de structures élastiques, des TP numériques sur RDM Le Mans et l'encadrement de projets tutorés.

Tableau récapitulatif des activités d'enseignement

| Période | Matière | CM | TD | TP | Etablissement | Niveau |
|--|--|-----|------|------------|-------------------|------------------|
| Maître de Conférences (année type) | Cours de Biomécanique* | 30h | 3h | 25h | CS | 1A, 2A et 3A |
| | Cours de Biomécanique (2015-2019)* | 8h | 20h | | X-ENSTA-CS | M2 |
| | TD de Matériaux (2018-auj.) | | 25h | | CS | 1A |
| | TD de Mécanique (2010-2015) | | 30h | | CS | 1A |
| | Activités expérimentales en mécanique (2012-2018) (responsable et création thème os* et béton*) | | | 12h-64h | CS | 1A |
| | Activités expérimentales en mécanique du solide (2018-auj.) (responsable) | | | 24h | CS | 1A |
| | TP numérique de caractérisation des milieux poreux* | | | 18h | ENPC-ENS-CS | M2 |
| | TP MAGIS (thème os*) | | | 3h | ENS-CS-ENSAM | M2 |
| | Mécanique des Milieux Continus* | 9h | | | ENPC-ENS-CS | M2 |
| | Encadrements et suivi (projets Recherche, Innovation, Filière...) | | | 10-30h | CS | 1A, 2A et césure |
| Jury de TIPE (2014-2017) | 16h | | | ENS Cachan | Concours d'entrée | |
| ATER 2009-2010 | Matériaux comportement | 12h | | | UPMC | M2 |
| | Mécanique des solides | | 14h | | UPMC | M1 |
| | Atelier logiciel (Matlab et Comsol) | | | 24h | UPMC | M1 |
| | Modélisation et calcul de structure EF | | | 24h | UPMC | M2 |
| | Introduction à la mécanique | | 27h | | UPMC | L1 |
| | Thermomécanique des solides | | 10h | | UPMC | M2 |
| | Calcul de structures élastiques | | 24h | | UPMC | L3 |
| | Mécanique des milieux continus | | 20h | | UPMC | M1 |
| | Résistance des matériaux | | | 10h | UPMC | L3 |
| | Projets tutorés | | 24h | | UPMC | M2 |
| Monitorat 2006-2009 | TD de Mécanique | | 192h | | ECP | 1A et 2A |
| Vacataire 2005-2006 | Résistance des Matériaux* | 28h | 30h | | UMLV | L3 |

Les * indiquent les séquences pédagogiques que j'ai entièrement (re)créées.

CS=CentraleSupélec ; UPMC=Université Pierre et Marie Curie ; ENSTA=Ecole Nationale Supérieure de Techniques Avancées ; ENPC=Ecole Nationale des Ponts et Chaussées ; ENSAM=Ecole Nationale des Arts et Métiers
1A/2A/3A=Première/Deuxième/Troisième année du cursus ingénieur

Activités de recherche

Stage de M2 (2005-2006)

- Master 2 de Mécanique des Sols, des Roches et des Ouvrages dans leur Environnement
- Laboratoire MSSMat
- Encadrants : Jean-Marie Fleureau et Michel Degrange (Université Paris Descartes)

Mon stage de recherche effectué au laboratoire MSSMat avait pour titre « Etude de l'infiltration de bio-adhésifs dans la dentine ». La restauration des pertes de substances dentaires avec des biomatériaux composites se révèle être une alternative intéressante à la restauration à l'amalgame grâce à sa biocompatibilité, ses propriétés optiques et surtout son caractère faiblement mutilant. C'est pourquoi, alors que l'adhésion à l'émail est maîtrisée, l'adhésion à la dentine représente un objectif primordial en dentisterie restauratrice. J'ai mis en évidence par une étude bibliographique l'absence de modélisation de l'infiltration dans la dentine et un besoin d'étendre la caractérisation du substrat par des essais complémentaires. J'ai donc réalisé des essais de perméabilité et de porosimétrie par intrusion de mercure sur la dentine déminéralisée. Les essais de perméabilité ont montré la difficulté d'une telle mesure. Alors que les essais de porosimétrie ont donné des résultats encourageants. J'ai aussi mesuré la viscosité des différentes résines commerciales. Ces travaux ont constitué une base pour mon travail de thèse.

Travaux de thèse (2006-2009)

- Laboratoire MSSMat
- Directeurs : Denis Aubry et Michel Degrange (Université Paris Descartes)

Contexte

Dans ma thèse, nous nous plaçons dans le contexte de la dentisterie restauratrice. Encore aujourd'hui, le praticien peut choisir d'utiliser un amalgame comme matériau d'obturation (après élimination d'une zone de dent cariée par exemple). Mais la restauration à l'amalgame pose des problèmes de toxicité et entraîne la perte de dent saine. C'est pourquoi la thérapeutique des pertes de substances dentaires fait de plus en plus appel à des biomatériaux adhésifs à base de polymères. Ces biomatériaux constituent une bonne alternative aux matériaux d'obturation classiques, notamment aux amalgames, car ils permettent des traitements moins mutilants, plus esthétiques et surtout plus biocompatibles. Il s'agit donc de passer d'un modèle chirurgical invasif à un modèle médical préventif.

L'adhésion de ces biomatériaux à l'émail ne pose aujourd'hui plus de problème majeur alors que l'adhésion à la dentine (qui constitue le cœur de la dent) est mal maîtrisée. Mieux comprendre les mécanismes mis en jeu dans le processus de restauration à base de biomatériaux est donc un enjeu majeur de santé publique. L'adhésion des systèmes composite à la dentine immédiatement après fraisage étant peu satisfaisante, la dentine est déminéralisée avant application du système de restauration : la partie minérale constituée de cristaux d'hydroxyapatite est éliminée. Cette déminéralisation permet de dénuder un réseau de fibres de collagène de type I (voir Figure 2) dont l'infiltration va piloter l'adhésion.

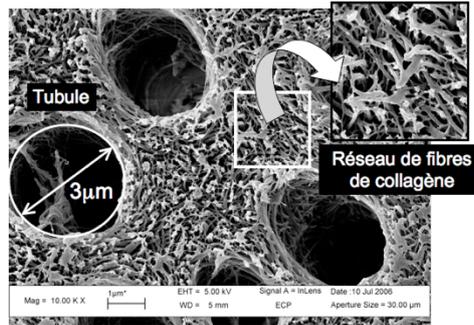


Figure 2 : Les deux porosités de la dentine déminéralisée : les tubules et les espaces interfibrillaires

Or, la durabilité des restaurations à base de résine composite n'est pas suffisante donc une connaissance des phénomènes ayant lieu pendant l'infiltration notamment du réseau fibreux est cruciale afin de savoir comment améliorer celle-ci.

Contributions

L'infiltration de la dentine déminéralisée par une résine est un point sensible de l'adhésion à la dentine. La dentine déminéralisée tout comme la dentine restaurée ont beaucoup été observées alors que la dynamique de l'avancement du front à travers le réseau poreux est mal connue.

Dans ma thèse, j'ai proposé un modèle géométrique de la dentine déminéralisée à partir de données de la littérature et de données complémentaires obtenues expérimentalement. Le modèle géométrique construit, son infiltration a été simulée afin de déterminer les paramètres influents.

Des essais de porosimétrie à intrusion de mercure ont été réalisés sur la dentine déminéralisée afin d'obtenir des informations sur la porosité, les tailles de pores et leur distribution. Les deux tailles de pores de la dentine déminéralisée sont distinguées (voir la Figure 3). La première taille de pore est autour de $1\mu\text{m}$ et correspond aux tubules et canaux auxiliaires. La deuxième taille de pore située autour de 50nm correspond aux espaces interfibrillaires. La porosité de la dentine déminéralisée et séchée estimée est 70% et la contribution de chaque famille de pore est égale. Ces données n'avaient jamais été estimées à notre connaissance.

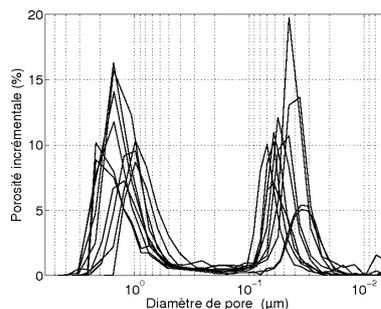


Figure 3 : Courbe du diamètre de pore en fonction de la porosité infiltrée (échantillons de dentine déminéralisée lyophilisés)

Le modèle géométrique est particulier car les fibres sont matérialisées par une zone de viscosité élevée. Il a été validé par le biais de tests préalables. La perméabilité du réseau de fibres de collagène de la dentine a été déterminée (elle est de l'ordre de 10^{-18}m^2) et était en bon accord avec les données de la littérature.

L'infiltration du réseau a été simulée en prenant en compte les effets capillaires du fait des petits pores (50nm et $3\mu\text{m}$ environ). La modélisation numérique a été réalisée grâce à des outils de simulation. Les

équations de Navier Stokes ont été couplées avec une équation de convection-diffusion (méthode level set) à l'aide du logiciel éléments finis Comsol.

L'influence de l'angle de contact, de l'orientation des fibres et de l'écartement des fibres a été investiguée dans des réseaux de 5 fibres (illustration sur la Figure 4 pour un réseau de cinq fibres disposées aléatoirement).

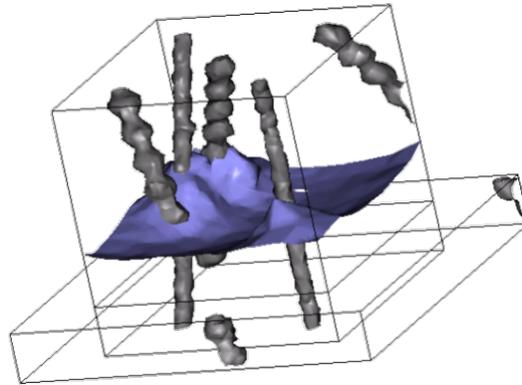


Figure 4 : Montée du front dans un réseau de cinq fibres de type RAND. Les fibres sont représentées en gris alors que le front est représenté en bleu

La principale observation est la montée drastique lors du croisement de fibres. Il a aussi été remarqué la formation de zones non infiltrées malgré le passage du front, ce qui serait à l'origine de certaines hétérogénéités d'infiltration.

Quant à l'infiltration du réseau fibreux et d'un tubule, elle permet de montrer que le temps d'application de la résine proposé par les fabricants est largement suffisant pour infiltrer le réseau fibreux. Cette conclusion a une conséquence directe sur la pratique de la dentisterie : augmenter le temps d'application n'améliore pas l'infiltration de la résine dans le réseau fibreux. Notre modèle est enfin validé par la simulation de l'essai de porosimétrie. La simulation de celui-ci a un intérêt pédagogique car en simulant le déroulement de l'essai il met en lumière les limitations de l'essai (Figure 5). De plus, deux tailles pores ont bien été détectées comme dans la partie expérimentale.

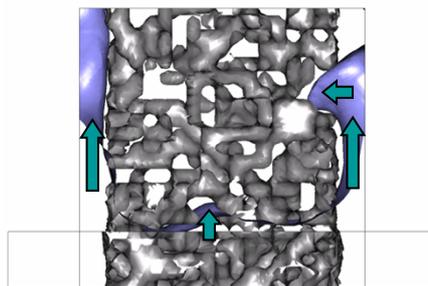


Figure 5 : Montée du front dans un réseau fibreux percé de deux tubules. Les fibres sont représentées en gris alors que le front est représenté en bleu. On remarque que les gros pores en contact avec le front sont infiltrés en premier

ATER (2009-2010)

- Laboratoire d'accueil : Institut Jean Le Rond d'Alembert
- Axes : MISES/FCIH (Mécanique et Ingénierie des Solides et des Structures / Fluides Complexes et Instabilité Hydrodynamiques)
- Domaine de recherche : Mécanique « transversale »
- Travail en collaboration avec Sebastien Neukirch (MISES), Christophe Josserand (FCIH) et Arnaud Antkowiak (FCIH) sur des problèmes d'élastocapillarité. Cette problématique est transversale car elle met en jeu des phénomènes mécaniques tels que le flambement et des phénomènes capillaires.

Cette année d'ATER m'a permis de me familiariser avec le concept d'élastocapillarité et le travail en équipe pluridisciplinaire.

Activités actuelles : un bref aperçu

Mots clés : *Biomécanique, Mécanique multi-échelle, Microscopie, Microstructure, Tissus dentaires, Biomatériaux, Odontologie*

Ma thèse portait sur la phase d'infiltration des biomatériaux dentaires dans la dentine déminéralisée (formation de la couche d'ancrage des restaurations, appelée couche hybride) (Vennat, 2009; Vennat et al., 2014, 2010, 2009). Je poursuis aujourd'hui mes travaux dans ce même contexte de la dentisterie restauratrice et j'ai choisi d'orienter mes recherches vers la morphologie et la mécanique des tissus dentaires et de la dent restaurée, mon but étant de contribuer à l'amélioration des soins dentaires du point de vue de la tenue mécanique. Ma recherche est naturellement pluridisciplinaire voir interdisciplinaire et nécessite un réseau de collaboration pour pouvoir être menée à bien (Figure 6). Sur cette figure, les collaborations ponctuelles ou non encore pérennisées sont encadrées en pointillés. Le but de ce réseau est de réunir les compétences complémentaires permettant de répondre aux problématiques présentées ci-après. La collaboration avec l'URB2i (C1) de l'Université Paris Descartes est maintenant officialisée par une convention entre Centrale-Supélec et l'Université Paris Descartes qui me permet d'y être chercheuse associée.

Introduction : les restaurations dentaires, un enjeu majeur de santé publique

La carie reste encore aujourd'hui la maladie chronique la plus répandue dans le monde. De manière générale, les restaurations dentaires touchent pratiquement **la totalité de la population**. Pour restaurer une dent, le praticien dentaire utilise des restaurations dentaires appelées composites ou des prothèses dentaires qui remplacent peu à peu les amalgames, notamment pour leur esthétique, leur biocompatibilité et surtout leur adéquation avec le concept de dentisterie « a minima ». Néanmoins, aujourd'hui, **ces restaurations ne sont pas encore suffisamment durables**.

Pour pallier ce manque de durabilité, la mécanique de la dent restaurée doit être mieux comprise et améliorée. J'étudie donc les liens structures propriétés mécaniques des tissus dentaires sains et restaurés ainsi que le comportement mécanique de l'ensemble de la dent restaurée pour proposer des restaurations dimensionnées mécaniquement. En effet, aujourd'hui aucun critère mécanique n'est pris en compte dans le dimensionnement des prothèses dentaires collées ou scellées.

Pour comprendre la mécanique de l'assemblage dentaire, je me suis intéressée, d'un point de vue expérimental et numérique, à la microstructure des tissus sains et restaurés (**échelle du tissu**) et la géométrie de la dent et de son éventuelle restauration (**échelle de l'organe**).

Dans ce document, je présente les différents travaux menés à chaque échelle en commençant par la caractérisation/acquisition de la microstructure/géométrie puis l'évaluation du comportement mécanique aux échelles concernées.

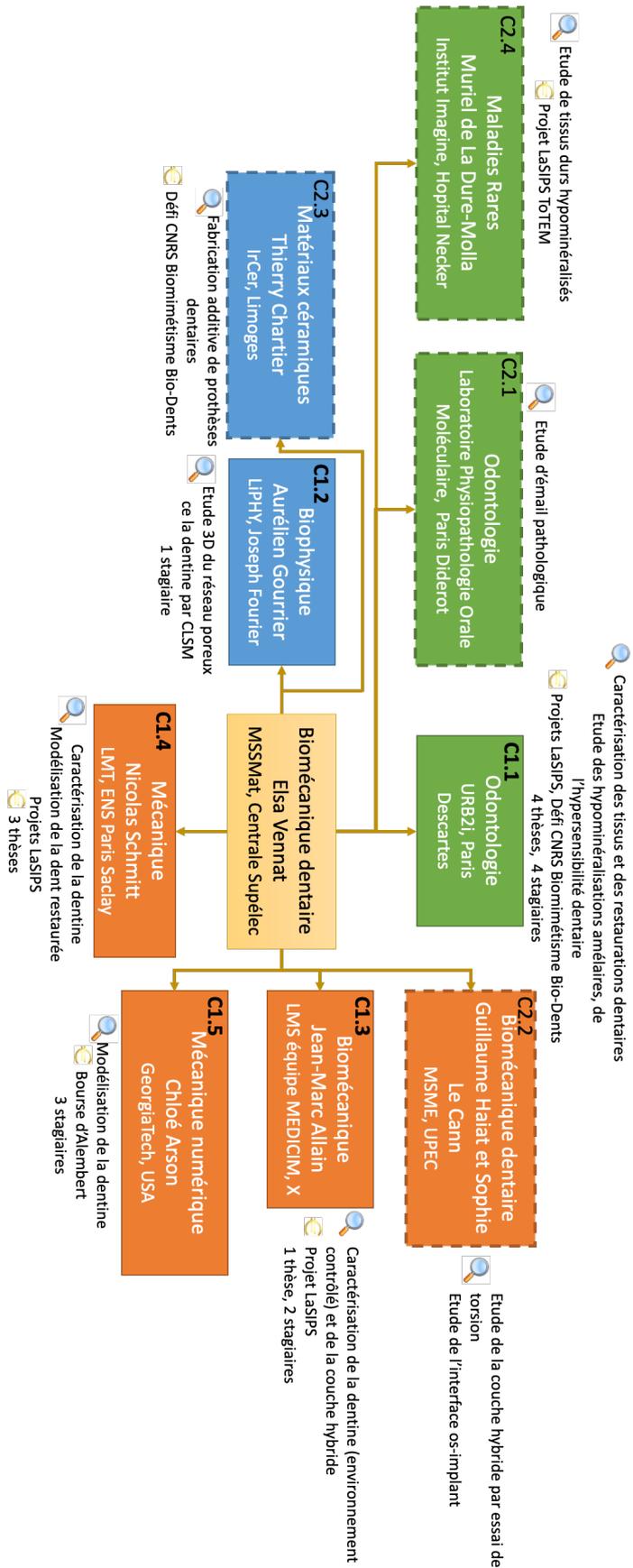


Figure 6 : Réseau de collaboration, thèmes et projets communs financés.

Partie 1 : La dentine et l'émail, des composites multi-échelles, étude morphologique et mécanique (échelle du tissu)

Encadrement : W. Wang (thèse soutenue), A. Hemmati (thèse en cours)

Principales collaborations : C1.1, C1.2, C1.3, C1.4, C1.5 (Figure 6)

Le premier volet de mon travail consiste à étudier les tissus dentaires sains et restaurés.

La dentine est le tissu majoritaire de la dent et constitue le tissu d'ancrage de la plupart des restaurations. De par sa genèse, la dentine est naturellement poreuse. En effet, elle est parcourue par des tubules d'environ 1 μ m de diamètre qui se distribuent macroscopiquement en forme d'éventail dans la dent. Des branches latérales, plus fines, liant les tubules constituent une porosité secondaire de la dentine. Les tubules et leurs branches sont remplis de fluides et de prolongements de cellules et sont entourés d'un collier péri-tubulaire (ou dentine péri-tubulaire PTD) hautement minéralisé. Le reste de la dentine est appelé dentine intertubulaire (ITD) et est un composite composé de fibrilles de collagène et de cristaux d'hydroxyapatite.

L'émail est la coque externe de la dent. C'est aussi un composite composé de protéines et de cristaux d'hydroxyapatite mais avec une partie minérale largement majoritaire qui lui confère sa grande rigidité. Sa microstructure est sous forme de prismes dont l'organisation et la nanostructure varient en fonction de la profondeur dans l'émail.

Caractérisation du réseau poreux de la dentine par porosimétrie et MEB (Microscopie Electronique à Balayage)

Mon premier apport a été de quantifier la porosité et les tailles de pore de la dentine de manière volumique par porosimétrie par intrusion de mercure (Vennat et al., 2009). Les porosités de la dentine et de la dentine déminéralisée ont été quantifiées et les apports des tailles de pores à la porosité totale ont été évalués pour la première fois de manière volumique. La complémentarité des mesures par porosimétrie et par imagerie MEB a aussi été démontrée, le MEB permettant la visualisation (2D) des porosités dont la fraction volumique et les tailles ont été estimées au porosimètre. Je me suis consacrée, dans ma thèse, à l'étude de la partie organique (support d'infiltration). Or, comme la dentine est un composite fibrilles de collagène/cristaux d'hydroxyapatite, je me suis ensuite naturellement intéressée à la partie minérale de ce tissu. Outre l'intérêt en termes de connaissance du tissu, il s'avère que la dentine déprotéinisée est un candidat potentiel pour mimer les hypominéralisations amélaire (Vennat et al., 2015) ou pour servir d'échafaudage poreux pour héberger des cellules (scaffold)(Fichant et al., 2017). Deux protocoles de déprotéinisation ont ainsi été mis en place (Fichant et al., 2017; Vennat et al., 2015). L'apport volumique des fibrilles de collagène a été évalué et le réseau poreux ainsi préparé a prouvé son potentiel pour les deux applications évoquées.

Le comportement mécanique du tissu dentinaire : vers les liens structure - propriétés

Bien que la caractérisation mécanique macroscopique de la dentine saine ait été largement abordée dans les soixante dernières années, les résultats ne sont pas toujours en bon accord. La Figure 7 regroupe les différentes données de la littérature et souligne la difficulté de mesurer le module d'Young de la dentine. Le rôle de la micro- et nano- structure sur les propriétés mécaniques à l'échelle mésoscopique est encore sujet à questions (Ziskind et al., 2010).

Dans un premier temps, dans le cadre de la thèse de W. Wang (C1.3 Figure 6), nous nous sommes intéressés à la caractérisation de barreaux de dentine (de taille millimétrique) dont nous avons une connaissance superficielle de la microstructure (observation MEB et nano-indentation préalables). Après avoir mis en place un protocole de préparation des échantillons satisfaisant (enrobage, usinage et polissage), avec la difficulté particulière liée à la petite taille des éprouvettes, nous avons réalisé des tests de compression simple et de flexion trois points sous microscope pour caractériser le comportement uniaxial en traction et en compression. Nous avons utilisé la technique de corrélation d'image numérique (CIN) pour caractériser le champ de déplacement et en déduire le champ de déformation (Wang et al., 2015).

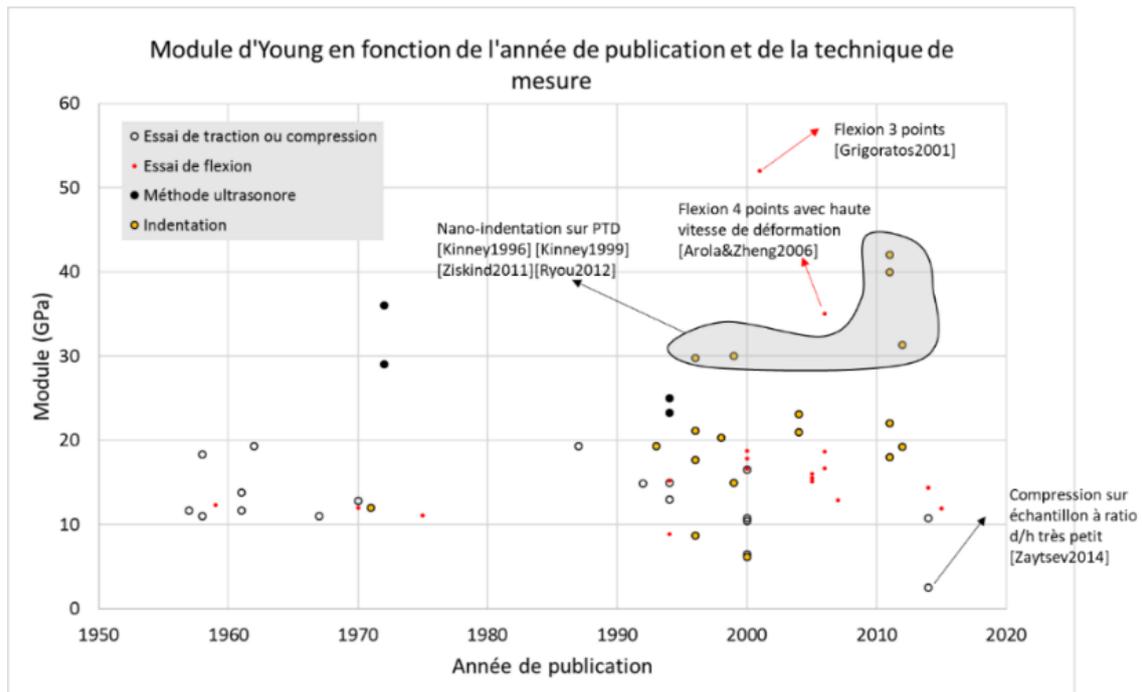


Figure 7: Mesures du module d'Young de la dentine à travers le temps et en fonction des techniques expérimentales utilisées

Les travaux sur l'essai de flexion ont montré qu'associer mesure par CIN et simulation par éléments finis permettait **une meilleure estimation finale des paramètres matériau**. Un écart de 50% en termes de résistance en fonction de la technique d'estimation des contraintes a été révélée, ce qui peut expliquer une partie des dispersions des résultats de la littérature concernant la résistance mécanique et le module de Young de la dentine.

Les résultats des essais de compression réalisés sur 10 échantillons dans des conditions d'humidité et de température maîtrisées ont permis de calculer un module de Young moyen de 17 (± 5) GPa et un coefficient de Poisson moyen de 0,3 ($\pm 0,02$) en accord avec les valeurs de la littérature. Il n'a pas été révélé de corrélation claire entre les modules macroscopiques et les données microscopiques (modules locaux issus de nano-indentation et taux surfacique de la dentine péri- et inter- tubulaire). Dans cette thèse, nous avons aussi montré que les propriétés mécaniques de la dentine ne variaient pas avec l'humidité relative (quand elle est comprise entre 55 et 90%) et que le module d'élasticité obtenu par mesure ultrasonore est toujours plus élevé que celui obtenu par essai de compression.

En termes de contribution en modélisation micromécanique, en **collaboration avec C. Arson** (C1.5 Figure 6), un modèle homogénéisé du tissu dentinaire, inspiré de (Hashin and Rosen, 1964) et prenant en compte des paramètres microstructuraux observables au MEB, a été mis en place, calibré et validé à l'aide d'essais de compression et de flexion 3 points (Arson et al., 2020; Jeanneret et al., 2017). Son intérêt est de prendre en compte la microstructure tout en étant beaucoup moins lourd qu'un modèle

explicite avec un maillage de la microstructure imagée. Ce modèle pourra être utilisé dans le modèle à l'échelle de l'organe.

Visualisation et caractérisation inédite de la microstructure dentinaire

La microstructure de la dentine a majoritairement été étudiée via des études bi-dimensionnelles (Marshall Jr., 1993) (coupes histologiques (Mjör and Nordahl, 1996), microscopie électronique à balayage MEB (Mlakar et al., 2014)). Les **caractérisation et quantification tridimensionnelles sont encore incomplètes** (Earl et al., 2010; Kawabata et al., 2008; Sui et al., 2018) et bien que fournissant des données intéressantes, la porosimétrie par intrusion de mercure ne fournit aucun renseignement concernant la configuration tri-dimensionnelle des porosités. C'est pourquoi j'ai choisi d'utiliser les deux techniques suivantes pour combler ce manque :

- La microscopie confocale par balayage laser (CLSM) qui permet d'imager les porosités sur des zones de 300x300x30µm avec une taille de pixel d'environ 250nm. Les travaux exploitant cette technique ont été réalisés en collaboration avec A. Gourrier (C1.2 Figure 6). Cette technique permet de travailler avec des échantillons hydratés.
- La technique MEB-FIB (microscopie électronique à balayage équipé d'un faisceau ionique focalisé) qui permet d'imager les différentes entités microstructurales à savoir les tubules, la PTD et la ITD sur une zone plus petite (20x20x20µm) avec une taille de pixel plus petite (20nm typiquement).

Grâce à ces techniques, j'ai mené des premières études qui ont permis la mise en place des protocoles de préparation d'échantillons, d'observation de ceux-ci et d'analyse des résultats.

La porosité de la dentine a été imagée et quantifiée en 3D grâce au CLSM (Vennat et al., 2017)(C1.1, C1.2 Figure 6), comme illustré Figure 8.

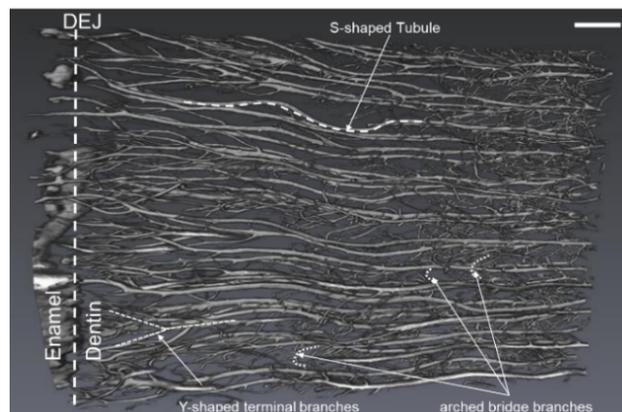


Figure 8 : Architecture poreuse de la dentine près de la DEJ (jonction amélo-dentinaire) obtenue par CLSM. Barre d'échelle : 15µm

La contribution non négligeable des fines branches à la porosité totale près de la DEJ a été découverte (Vennat et al., 2017). A ma connaissance, une telle caractérisation de la distribution des porosités de la dentine n'avait encore jamais été menée. Les entités microstructurales (tubules et fines branches, PTD et ITD) ont été imagées en 3D au MEB-FIB (en utilisant les électrons rétrodiffusés) (MUENDI et al., 2018) (C1.1 Figure 6). Un collier minéral autour des fines branches a été observé. Des fibres de collagène, connues pour être dans des plans perpendiculaires à l'axe des tubules, ont été observées le long de la PTD alignées à l'axe des tubules.

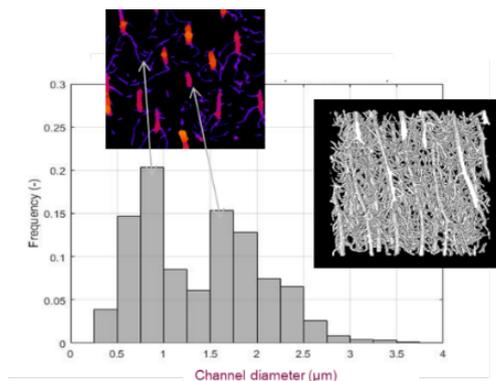


Figure 9 : Exemple de distribution de taille de pore obtenue

Caractérisation de l'émail

J'ai aussi étudié l'émail lésé qui intéresse beaucoup les praticiens hospitaliers. En effet, les pathologies de l'émail touchent de plus en plus de patients du fait des pratiques alimentaires actuelles. Une revue de la littérature sur les hypominéralisations amélaire a été dressée (Attal et al., 2014; Denis et al., 2013) (C1.1 Figure 6). Un milieu poreux biomimétique permettant d'étudier les techniques de restauration par infiltration de ces lésions a été proposé (Vennat et al., 2015). J'ai aussi caractérisé l'émail atteint de fluorose et nous avons montré que l'émail atteint présentait une baisse très importante de sa rigidité en utilisant la nano-indentation (Houari et al., 2019) (C2.1 Figure 6).

Partie 2 : Mécanique de la dent restaurée (échelle de l'organe)

Encadrement : K. Shindo (thèse soutenue), N. Lebon (thèse soutenue), Yannick Yasothan (thèse en cours)

Principales collaborations : C1.1, C1.4 (Figure 6)

Le deuxième volet de mes travaux se situe à l'échelle de l'organe et a pour but de comprendre le comportement de la dent restaurée en la modélisant dans son ensemble. L'idée est de proposer des restaurations « patient specific » (optimisée pour la morphologie dentaire du patient) ou tout du moins « localisation specific » (optimisée selon la localisation dans la dent en s'appuyant sur les travaux à l'échelle du tissu). Deux thèses de doctorat sur le sujet ont été soutenues et plusieurs de mes projets de recherche en cours se basent sur les premières briques posées dans ces travaux.

Je me suis tout d'abord intéressée à l'assemblage prothétique dentaire de prothèses fixes de type couronnes. Tout comme pour l'étude des tissus, la première étape est la caractérisation/acquisition de la géométrie des différentes couches de l'assemblage.

Caractérisation tridimensionnelle de la prothèse et de l'ensemble de l'assemblage prothétique dentaire

La géométrie et l'état de surface de la prothèse vont jouer un rôle sur le comportement mécanique de l'assemblage prothétique. Dans le cadre de la thèse de N. Lebon, nous nous sommes notamment intéressés à **l'état de surface des prothèses après usinage**. En effet, aujourd'hui les prothèses dentaires sont usinées sans optimiser les trajectoires des outils et les paramètres de coupe. Un programme permettant d'indiquer l'orientation de l'outil pendant l'usinage a été mis en place puis les rugosités associées à ces orientations outils lors de l'usinage sur des biomatériaux dentaires ont été étudiées. En fonction de la rugosité cible (différente selon la localisation), **des stratégies d'usinages ont été recommandées** (Lebon et al., 2019, 2015) (C1.1 Figure 6).

Concernant la géométrie de l'assemblage prothétique (qui est bien sûr très importante pour comprendre la tenue mécanique de l'ensemble), la première étude que nous avons menée visait à caractériser l'espace entre la prothèse et la dent préparée. Cet espace, d'une centaine de microns, est comblé par une colle ou un ciment. Les caractéristiques géométrique et mécanique de cette couche sont, en pratique, très importantes pour la tenue de la prothèse dans le temps (Hickel et al., 1997). Le

premier constat a été que la mesure de cet espace était généralement faite en 2D (Holmes et al., 1989). Aussi, nous avons proposé un **protocole de mesure 3D ex vivo** (à l'aide d'une acquisition microCT) (Tapie et al., 2016). Une **géométrie « modèle »** permettant de tester notre protocole de mesure (sur une géométrie moins complexe qu'un cas clinique) a également été proposée. Celle-ci a été définie en utilisant des formes simples et les recommandations cliniques pour les préparations dentaires. Cette géométrie « modèle » doit être vue comme un outil permettant de tester et de comparer tous les maillons de la chaîne CFAO (Conception et Fabrication Assistée par Ordinateur) dentaire.

Dans le cadre de la thèse de K. Shindo (C1.4 Figure 6), nous avons caractérisé le joint imparfait de cet assemblage « modèle ». Deux types de **défauts** ont été mis en évidence : la présence de bulles dans la couche de ciment et des décollements à l'interface ciment/couronne (Shindo, 2019). Ces défauts liés au process de fabrication et à la nature de la colle conditionnent de manière sensible la durée de vie de l'assemblage.

Dans le but de modéliser la dent restaurée dans son ensemble et de faire des simulations mécaniques par éléments finis, un protocole de traitement des données acquises (microCT en ex vivo, scanner intra oral en in vivo) afin d'obtenir un maillage éléments finis robuste compatible avec les simulations mécaniques a été mis en place (Shindo, 2019).

Prise en compte de la mécanique dans le cadre de la conception d'une prothèse réelle

Le **comportement mécanique de la géométrie « modèle »** (« Modèle 2D axisymétrique », Figure 10A) a d'abord été étudié (Shindo, 2019). L'influence des différents paramètres de conception de la prothèse sur le champ de contraintes induit par un chargement surfacique a été quantifiée. Nous avons montré que deux paramètres étaient cruciaux : l'élasticité du matériau de comblement et la hauteur entre l'intrados de la couronne et le haut de la préparation. En s'appuyant sur l'étude des défauts évoquée précédemment, nous avons estimé leur impact sur le comportement mécanique de l'assemblage simplifié.

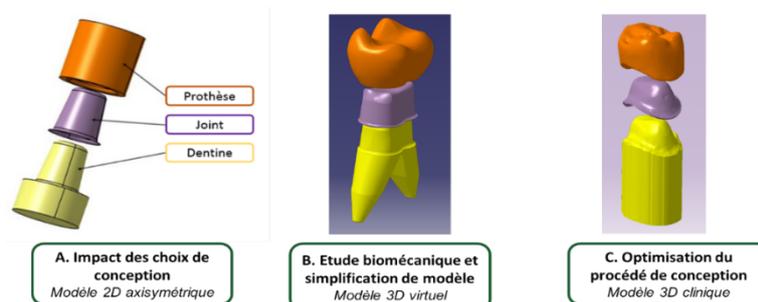


Figure 10: les modèles considérés

Une **complexification progressive de la géométrie** a été réalisée (Figure 10). Un modèle intermédiaire « 3D virtuel » a été créé en utilisant les possibilités de génération de courbes et surfaces complexes de Catia V5 pour construire une dent « modèle ». Grâce à ce modèle numérique (Figure 10B), l'impact de la prise en compte du ligament parodontal ou de l'anisotropie de la dentine, a été évalué. Il a été conclu que **les zones de surcontraintes sont bien localisées**. Cependant, la comparaison avec le modèle simplifié révèle que ce dernier sous-estime les niveaux de contraintes. Les zones de concentrations de contraintes identifiées correspondent bien aux **zones de rupture observées en clinique**.

La dernière géométrie étudiée est une géométrie « patient specific » appelé « 3D clinique ». Le modèle numérique a été construit à partir de données cliniques : un nuage de points issu d'un scan en bouche d'une préparation « réelle » a été traité, maillé et une prothèse a été conçue grâce à des outils cliniques. L'étude mécanique de la prothèse ainsi conçue a été réalisée et **une première tentative d'optimisation mécanique a été menée à bien** (Shindo, 2019).

L'ensemble de mes travaux de recherche depuis mon arrivée en tant que Maîtresse de conférences au laboratoire MSSMat est détaillée dans les Chapitres suivants.

Liste des publications et communications scientifiques

Articles dans des revues internationales à comité de lecture (21) (les noms des doctorants encadrés sont soulignés)

1. E. **Vennat**, A. Hemmati, N. Schmitt, D. Aubry. The role of lateral branches on effective stiffness and local overstresses in dentin, *Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 2021
2. V. Lemarteleur, V. Fouquet, V., S. Le Goff, L. Tapie, P. Morenton, A. Benoit, E. **Vennat**, B. Zamansky, T. Guilbert, A. Depil-Duval, A.-L. Gaultier, B. Tavitian, P. Plaisance, P.-L. Tharaux, P.-F. Ceccaldi, J.-P. Attal, E. Dursun. 3D-printed protected face shields for health care workers in Covid-19 pandemic. *American journal of infection control*, 2020.
3. N. Lebon, N. L. Tapie, L., E. **Vennat**. Influence of Milling Tool and Prosthetic Materials on Roughness of the Dental CAD CAM Prostheses in End Milling Mode. *Appl. Sci.* 10, 2238, 2020.
4. M. Lagarde, E. **Vennat**, J.-P. Attal, E. Dursun. Strategies to optimize bonding of adhesive materials to molar incisors hypomineralization-affected enamel : a systematic review, *International Journal of Paediatric Dentistry*, 2020.
5. C. Arson, Y. Yasothan, R. Jeanneret, N. Roubier, E. **Vennat**. An alternative to periodic homogenization for dentin elastic stiffness, *Journal of Mechanics in Medicine and Biology*, 20(02), 1950081, 2020.
6. T. Ibru, S. Violante, E. **Vennat**, C. Arson, A. Antoniou. Structure and mechanical behavior of dentin-inspired nanoporous copper, *Scripta Materialia*, 176 99–103, 2020.
7. R. Thibeaux, H. Duval, E. Perrin, B. Smaniotto, E. **Vennat**, D. Néron and B. David, Assessment of the interplay between scaffold geometry, induced shears stresses and cell proliferation within a packed bed perfusion bioreactor, *Biotechnology Progress*, 35(6), e2880, 2019.
8. S. Houari, E. Picard, T. Wurtz, S. Millot, Z. Karim, E. **Vennat**, N. Roubier, T.-D. Wu, J.-L. Guerquin-Kern, M. Duttine, T. T. Thu, A. Berdal and S. Babajko, Disrupted iron storage in dental fluorosis, *Journal of Dental Research*, 98(9), 994–1001, 2019.
9. N. Lebon, L. Tapie, E. **Vennat** and B. Mawussi. A Computer-Aided Tool to Predict Dental Crown Prosthesis Surface Integrity after Milling. *Computer-Aided Design and Applications*, 16(5), 894-903, 2019.
10. P. Francois, E. **Vennat**, S. Le Goff, N. Ruscassier, J.-P. Attal and E. Dursun. Shear bond strength and interface analysis between a resin composite and a recent high-viscous glass ionomer cement bonded with various adhesive systems. *Clinical oral investigations*, 1-10, 2018.
11. E. **Vennat**, W. Wang, R. Genthial, B. David, E. Dursun and A. Gourrier. Mesoscale porosity at the dentin-enamel junction could affect the biomechanical properties of teeth, *Acta Biomaterialia*, 51:418-432, 2017.
12. Costenoble, E. **Vennat**, J.-P. Attal and E. Dursun. Bond strength and interfacial morphology of orthodontic brackets, bonded to eroded enamel treated with calcium silicate/sodium phosphate salts or resin infiltration. *The Angle Orthodontist*, 86(6): 909-916, 2016.
13. L. Tapie, N. Chiche, P. Boitelle, P. Morenton, N. Schmitt and E. **Vennat**. Adaptation measurement of CAD/CAM dental crowns with X-ray micro-CT: metrological chain standardization and 3D gap size distribution. *Advances in Materials Science and Engineering*, n°7963928, 2016.
14. E. **Vennat**, M. Denis, B. David, and J.-P. Attal. A natural biomimetic porous medium mimicking hypomineralized enamel. *Dental Materials*, 31(3):225-234, 2015.
15. W. Wang, N. Roubier, G. Puel, J.-M. Allain, I. C. Infante, J.-P. Attal, and E. **Vennat**. A new method combining finite element analysis and digital image correlation to assess macroscopic mechanical properties of dentin. *Materials*, 8(2):535-550, 2015.
16. N. Lebon, L. Tapie, E. **Vennat**, and B. Mawussi. Influence of CAD/CAM tool and material on tool wear and roughness of dental prostheses after milling. *The Journal of prosthetic dentistry*, 114(2):236--247, 2015.
17. J.-P. Attal, A. Atlan, M. Denis, E. **Vennat**, and G. Tirlet. White spots on enamel: treatment protocol by superficial or deep infiltration (part 2). *International Orthodontics*, 12(1):1-31, 2014.
18. E. **Vennat**, J.-P. Attal, D. Aubry, and M. Degrange. Three-dimensional pore-scale modeling of dentinal infiltration. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 17(6):632-642, 2014.
19. M. Denis, A. Atlan, E. **Vennat**, G. Tirlet, and J.-P. Attal. White defects on enamel: diagnosis and anatomopathology: two essential factors for proper treatment (part 1). *International Orthodontics*, 11(2):139-165, 2013.
20. E. **Vennat**, D. Aubry, M. Degrange, Collagen fiber network infiltration modeling : permeability and capillary infiltration, *Transport in Porous Media*, 84(3):717-733, 2010.
21. E. **Vennat**, C. Bogicevic, J.-M. Fleureau, M. Degrange, Demineralized dentin 3D porosity and pore size distribution using mercury porosimetry, *Dental Materials*, 25(6):729-735, 2009.

Communication en conférence internationale en tant qu'invitée (1)

1. E. Vennat, D. Aubry. Capillary rise in demineralized dentin and more generally in a fibrous tissue, Free Boundary Problems 2012, Juin 2012, Prien (Allemagne).

Communication en manifestation nationale en tant qu'invitée (2)

1. E. Vennat. Les interfaces en biomécanique dentaire. Rencontres Franciliennes de Mécanique, prévu en Mai 2021.
2. E. Vennat. Mécanique et microstructure des tissus dentaires sains et restaurés. Rencontres Franciliennes de Mécanique, Mai 2015.

Articles dans des revues nationales à comité de lecture (2)

1. J. P. Attal, M. Denis, A. Atlan, E. Vennat, and G. Tirlet. L'infiltration en profondeur - un nouveau concept pour le masquage des taches de l'émail - Partie 1. *Information Dentaire*, page 74-79, 2013.
2. P. Boitelle, O. Fromentin, B. Mawussi, L. Tapie, and E. Vennat. Évaluation de l'adaptation des restaurations prothétiques fixées réalisées par cfao et facteurs de variation : revue de littérature. *Les cahiers de prothèse*, (161)2013.

Communications dans des congrès internationaux à comité de lecture et actes publiés (revue ou ouvrage avec ISBN) (10)

1. Y. Yasothan, K. Shindo, N. Schmitt, & E. Vennat. Morphological characterization of defects in all-ceramic crown adhesive layer. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 23(sup1), S303-S305, 2020.
2. E. Vennat, A. Hemmati, T. Reiss E. Héripuré, U. Muendi, E. Dursun & N. Schmitt. Morphology and mechanics of dentin using FIB-SEM, *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 22(sup1), S90-S92, 2019.
3. E. Vennat, W. Wang, R. Genthial, B. David, E. Dursun & A. Gourrier. Three Dimensional Characterization of the Dentin Porous Network Using Confocal Laser Scanning Microscopy (CLSM). In *Poromechanics VI* (pp. 937-944), 2017 (doi:10.1061/9780784480779.116).
4. R. Jeanneret, C. Arson & E. Vennat, E. Homogenization of Dentin Elastic Properties Based on Microstructure Characterization, Statistical Back-Analysis, and FEM Simulation. In *Poromechanics VI* (pp. 1339-1346), 2017 (doi:10.1061/9780784480779.166).
5. C. Fichant, B. David, T. Reiss, N. Roubier & E. Vennat. Characterization of deproteinized dentin for its use in bone tissue engineering. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 20(sup1), 73-74, 2017.
6. E. Vennat, W. Wang, A. Gourrier, Rachel G. & Jean-Pierre Attal. 3D imaging of the dentinal porous structure using confocal laser scanning microscopy. In *4Th international conference on computational and mathematical biomedical engineering* (ISSN 2227-3085), Juin 2015, Cachan (France).
7. R. Thibeaux, E. Perrin, B. Smaniotto, H. Duval, E. Vennat, D. Neron & B. David. Using x-ray computed tomography for quantification of cell proliferation within a perfusion bioreactor. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering*, 1-2, 2015.
8. N. Lebon, L. Tapie, E. Vennat, B. Mawussi, & J.-P. Attal. Influence of the tool-material couple on the dental cad cam prosthetic roughness. In *Proceedings of joint conference on mechanical, design engineering & advanced manufacturing, toulouse, France* (ISBN 978-3-319-26119-5), Juin 2014.
9. M. Chabanon, H. Duval, O. Français, B. Lepioufle, E. Vennat, B. Goyeau & B. David. In vitro and in silico study of cell growth in porous scaffold under dynamic flow, *Tissue Engineering and Regenerative Medicine*, Septembre 2012, Vienne (Autriche).
10. E. Vennat, D. Aubry & M. Degrange, Microfluidic Model of Porous Media Wetting Application to a Collagen Network, *PORO-MECHANICS IV* (No. ISBN 978-1-60595-006-8, p. 107), 2009.

Communications dans des congrès avec actes à diffusion restreinte (actes non publiés dans une revue) (19)

1. E. Vennat and D. Aubry. Multiscale dentinal porous medium modeling using image restoration techniques Interpore 2019, Valence (Espagne).
2. E. Vennat and D. Aubry. Correlative microscopy approach to mix different scales in the porous dentin material. Interpore 2018, New Orleans (USA).

3. U. Muendi, T. Reiss, E. Dursun, E. **Vennat**, Characterization of the dentin microstructural components: a FIB-SEM analysis, 13th International Conference on Advances in Experimental Mechanics (BSSM), Aug 2018, Southampton, United Kingdom.
4. K. Shindo, N. Schmitt and E. **Vennat**. X-ray microtomography characterization and mechanical analysis of sealing defects within all-ceramic dental restorations, 13th International Conference on Advances in Experimental Mechanics (BSSM), Aug 2018, Southampton, United Kingdom.
5. E. Dursun, W. Wang, R. Genthial, B. David, A. Gourrier and E. **Vennat**. The dentinal tissue microstructure near the dentino-enamel junction : a CLSM study. *ICMOBT*, Hawaii (USA), 2017.
6. E. **Vennat**, U. Muendi, T. Reiss and E. Dursun, Dentin is a gradient material: a FIB-SEM study. *ICMOBT*, Hawaii (USA), 2017.
7. K. Shindo, E. **Vennat**, N. Schmitt. Numerical and experimental analysis of dental restorations. *ICMOBT*, Hawaii (USA), 2017 (poster).
8. E. **Vennat**, W. Wang, R. Genthial, B. David, E. Dursun and A. Gourrier. The dentino-enamel junction : microstructure and mechanical behavior, *ESB2017*, Seville (Espagne), 2017.
9. K. Shindo, E. **Vennat**, N. Schmitt., Numerical and experimental analysis of dental restorations. *ESB2017*, Seville (Espagne), 2017.
10. K. Shindo, E. **Vennat**, N. Schmitt. CAD Model construction of a human tooth for finite element mesh generation, *ESB2016*, Lyon, 2016.
11. N. Lebon, L. Tapie, E. **Vennat**, B. Mawussi. A prototype tool to predict dental crown prosthesis surface roughness after milling, *ESB2016*, Lyon, 2016.
12. E. Savard, D. Solis, A. Le Thai, E. **Vennat** and E. Dursun. Bonding to amelogenesis imperfecta affected teeth: a systematic review and an ultrastructure study. *European Academy of Pediatric Dentistry (EAPD)*, 17:303, Serbie, 2016.
13. K. Shindo, E. **Vennat**, L. Tapie, P. Morenton, N. Chiche, N. Schmitt. Etude Paramétrique d'un Assemblage Prothétique Dentaire, *CFM2015*, Lyon, 2015 (poster).
14. N. Lebon, L. Tapie, E. **Vennat**, and B. Mawussi. Influence de l'orientation outil/matière sur l'intégrité de surface des biomatériaux dentaires, *CFM2015*, Lyon, 2015.
15. E. **Vennat**, C. Arson. Stiffness Homogenization of Damaged Teeth Repaired by Resin Injection, 49th Annual Meeting of the Society of Engineering Science, Symposium II.4: Computational Modeling in Biomechanics, Octobre 10-12, 2012, ID:662, 2p., Georgia Tech, Atlanta (USA).
16. E. **Vennat**, M. Degrange, D. Aubry. Numerical simulation of mercury infiltration through a collagen fiber network, *ECCM 2010*, Mai 2010, Paris.
17. E. **Vennat**, D. Aubry, J.-M. Fleureau, M. Degrange. Numerical modeling of an infiltration front through demineralized dentin, 5th. European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering (ECCOMAS 2008), 8th. World Congress on Computational Mechanics (WCCM8), Juin 2008, Venise (Italie).
18. E. **Vennat**, D. Aubry, J.-M. Fleureau, M. Degrange. Permeability estimation of demineralized dentin material. Flow simulation through a collagen matrix, International conference on the mechanics of biomaterials and tissues (ICMOBT), Décembre 2007, Hawaii (USA).
19. E. **Vennat**, D. Aubry, M. Degrange, J.-M. Fleureau, Numerical assessment of demineralized dentin permeability, European Society of Biomechanics Workshop 2007, Aout 2007, Dublin (Irlande).

Communications dans des congrès sans actes diffusés (4)

1. E. **Vennat**, A. Hemmati, T. Reiss, E. Hériprié, U. Muendi, D. Aubry, E. Dursun, N. Schmitt. Morphology and mechanics of dentin using FIB-SEM, Journées du GDR MécaBio, Marseille, Décembre 2019.
2. K. Shindo, N. Schmitt, E. **Vennat**. Construction de surfaces B-splines à partir d'un nuage de points en vue de la génération d'un maillage éléments finis. Journées du Groupe de Travail en Modélisation Géométrique, Mar 2017, Cachan, France.
3. W. Wang, E. **Vennat**, N. Roubier, G. Puel, I. Canero Infante, J. M. Allain. Multi Scale Mechanical Characterization of Intact and Restored Dentin, Materials Science Engineering, Septembre 2014, Darmstadt (Allemagne).
4. E. **Vennat**, C. Arson. Stiffness Homogenization of Damaged Teeth Repaired by Resin Injection, 49th Annual Meeting of the Society of Engineering Science, Symposium II.4: Computational Modeling in Biomechanics, Octobre 10-12, 2012, ID:662, 2p., Georgia Tech, Atlanta (USA).

Communications en manifestation nationale récentes (2)

1. E. **Vennat**. Lien microstructure-propriétés de la dentine. Journées annuelles du GDR MécaBio, Décembre 2019.
2. E. **Vennat**. Mécanique du tissu dentinaire. Journées annuelles du GDR MécaBio, Janvier 2021.

Chapitre d'ouvrage (1)

1. J.P. Attal, E. **Vennat**, S. Le Goff, H. Fron Chabouis. Chapitre 3 : Importance de l'approche biomécanique des tissus dentaires lors de la réalisation des préparations pour inlays/onlays/overlays dans ESSENTIEL Inlay, Onlay, Overlay 2e édition.

Liste des encadrements scientifiques effectués

Thèses de doctorat (3 soutenues, 4 en cours)

1. Hossein Kamalinia

Titre : Développement de jumeaux numériques permettant l'impression 3D d'organes synthétiques échogènes

Directrice : Bing Tie - 50% / *Co-encadrant* : Andréa Barbarulo – 30% / *Encadrante* : Elsa Vennat – 20%

École Doctorale : SMEMAG / *Type de contrat* : Allocation doctorale de la Région Ile de France (bourse PhD²) /

Date de début : Janvier 2020 / *Date de soutenance prévue*: 2023

2. Yannick Yasothan

Titre : Modélisation et optimisation mécanique des restaurations dentaires, développements numériques et expérimentaux

Directrice : **Elsa Vennat – 75%** / *Co-directeur* : Nicolas Schmitt (LMT – UPEC) / *École Doctorale* : SMEMAG / *Type*

de contrat : Contrat Doctoral / *Date de début* : Octobre 2019 / *Date de soutenance prévue*: Octobre 2022

3. Asef Hemmati

Titre : Étude biomécanique multi-échelle des tissus dentaires sains et restaurés pour des restaurations innovantes

Directeur : Nicolas Schmitt (LMT – UPEC) – 30% / *Encadrante* : **Elsa Vennat – 70%** / *École Doctorale* : SMEMAG /

Type de contrat : Contrat Doctoral / *Date de début* : Janvier 2018 / *Date de soutenance prévue*: Janvier 2021

4. Kyo Shindo

Titre : Étude du comportement mécanique de l'assemblage prothétique dentaire

Directeur : Nicolas Schmitt (LMT – UPEC) – 40% / *Encadrante* : **Elsa Vennat – 60%** / *Ecole Doctorale* : SMEMAG

/ *Type de contrat* : LaSIPS (projet Dentinno) / *Date de début* : 1er Octobre 2015 / *Date de soutenance*: Février 2019

5. Wenlong Wang

Titre : Multiscale study of dentin mechanical behaviour

Directeur : Guillaume Puel (MSSMat – Centrale-Supélec) – 10% / *Encadrants* : **Elsa Vennat – 70%**, Jean-Marc

Allain (LMS - Ecole Polytechnique) – 20% / *Ecole Doctorale* : SMEMAG / *Type de contrat* : LaSIPS (projets

MecaDent et ProGeoMeca) / *Date de début* : 12 Février 2014 / *Date de soutenance* : Décembre 2017

6. Nicolas Lebon

Titre : Impact de l'usinage par CFAO sur l'intégrité de surface des prothèses dentaires coronaires

Directeur : Bernardin Mawussi (URB2i – Université Paris 13) – 10% / *Encadrants* : Laurent Tapie (URB2i –

Université Paris 13) – 70%, **Elsa Vennat – 20%** / *École Doctorale* : Galilée (ED146) – Université Paris 13 / *Type de*

contrat : PRAG *Date de début* : 1er Septembre 2013 / *Date de soutenance*: Juin 2017

Norman Chiche

Titre : Évaluation métrologique de prothèses dentaires réalisées par CFAO

Directeur : Jean-Pierre Attal (URB2i – Université Paris Descartes) – 10%

Encadrants : **Elsa Vennat – 45%**, Laurent Tapie (URB2i – Université Paris 13) – 45%, / *École Doctorale* : Galilée

(ED146) – Université Paris 13 / *Type de contrat* : Autofinancement (praticien libéral) / *Date de début* : 1er Février

2016 / *Date de soutenance prévue*: thèse arrêtée pour reprendre une activité de praticien libéral à plein temps

Marianne Lagarde

Titre : Caractérisation et traitement des hypominéralisations molaires et incisives (MIH)

Directeur : Jean-Pierre Attal - 30% / *Directrice* : Elisabeth Dursun – 50% / *Encadrante* : Elsa Vennat – 20 / *Ecole*

Doctorale : Galilée (ED146) / *Type de contrat* : CDI (AHU) / *Date de début* : 2017-2018 / *Date de soutenance*

prévue: arrêt d'un commun accord avec l'encadrement

Masters 2 (14)

- 1. Maud Denis** Master STS mention Ingénierie de la Santé et Biomatériaux (Paris Descartes/Paris13)
Titre : Caractérisation d'un milieu poreux modèle à base d'apatite naturelle, support d'infiltration résineuse
Tuteurs : **Elsa Vennat - 50%**, Jean Pierre Attal (URB2i – Université Paris Descartes) – 50%
Date de début : Janvier 2012 *Date de soutenance* : Septembre 2012
- 2. Norman Chiche** Master STS mention Ingénierie de la Santé et Biomatériaux (Paris Descartes/Paris13)
Titre : Métrologie du hiatus dans le cadre de l'adaptation d'une prothèse dentaire obtenue par CFAO –
Protocole par Micro CT scan *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 50%**, Laurent Tapie (URB2i – Université Paris 13) – 50%
Master STS mention Ingénierie de la Santé et Biomatériaux – Paris Descartes – Paris 13
Date de début : Octobre 2013 *Date de soutenance* : Septembre 2014
- 3. Thibault Drouhet** Master STS mention Ingénierie de la Santé et Biomatériaux (Paris Descartes/Paris13)
Titre : Etude mécanique multi-échelles de tissus dentaires restaurés *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 90%**, Jean-Pierre Attal (URB2i – Université Paris 13) – 10%
Date de début : Octobre 2013 *Date de soutenance* : Septembre 2014
- 4. Kyo Shindo** Master 2 Recherche, Matériaux Avancés (Université du Sud Toulon Var) & PFE Supmeca Toulon
Titre : Etude mécanique multi-échelles de tissus dentaires restaurés *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 100%**
Master 2 Recherche, Matériaux Avancés (Université du Sud Toulon Var) & PFE Supmeca Toulon
Date de début : Février 2015 *Date de soutenance* : Septembre 2015
- 5. Timothée Eggen** Master 2 Génie Civil GEO2, UPSa (Université Paris-Saclay)
Titre : Biomécanique des tissus dentaires et de leurs restaurations - mise en place d'un dispositif d'essai en flexion trois points *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 100%**
Date de début : Mars 2016 *Date de soutenance* : Juillet 2016
- 6. Tanguy Rouxel** Master STS mention Ingénierie de la Santé et Biomatériaux (Paris Descartes/Paris13)
Titre : Etude du comportement mécanique osseux en relation avec la mise en place d'implant dentaire endo-osseux *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 90%**, Jean-Pierre Attal (URB2i – Université Paris 13) – 10%
Date de début : Septembre 2015 *Date de soutenance* : Juillet 2016
- 7. José Juan Nocha Noyola** Master Mécanique/Biomechanical Engineering (UPSAclay)
Titre : Experimental study of a prosthetic assembly mechanical behavior *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 100%**
Master Mécanique/Biomechanical Engineering (UPSAclay)
Date de début : Mars 2016 *Date de soutenance* : Septembre 2016
- 8. Celine Varney** Master GCE
Titre : Mise en place d'un outil de simulation tridimensionnel de l'essai de porosimétrie *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 100%**
Date de début : Avril 2018 *Date de soutenance*: Septembre 2018
- 9. Chloé Giraudet** Master Mécanique/Biomechanical Engineering (UPSAclay)
Titre : Caractérisation topologique et mécanique de l'interface dentine/restauration *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 45%** ; Jean-Marc Allain (LMS, X) – 45% ; Chloé Arson (GeorgiaTech) -10%
Date de début : Mars 2018 *Date de soutenance*: Septembre 2018
- 10. Ursule Muendi** Master STS mention Ingénierie de la Santé et Biomatériaux (Paris Descartes/Paris13)
Titre : Etude du gradient de porosité de la dentine par microscopie confocale à balayage laser *Tuteurs* : **Elsa - 60%** ; Aurélien Gourrier (LiPHY, CNRS, Université J. Fourier) – 40%
Date de début : Janvier 2018 *Date de soutenance* : Juillet 2018
- 11. Yannick Yasothan** Master BME
Titre : Modélisation 3D du tissu dentinaire et simulation du comportement mécanique des dents *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 50%** ; Chloé Arson (GeorgiaTech) – 50%
Date de début : Février 2018 *Date de soutenance* : Juillet 2018
- 12. Hossein Kamiliana** Master MAGIS
Titre : Mechanical study of the anchorage layer of dental biomaterials *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 50%** ; Jean-Marc Allain – 50%
Date de début : Février 2019 *Date de soutenance prévue* : Juillet 2019
- 13. Lan Anh Tran** PFE
Titre : Mécanobiologie de l'odontogénèse *Tuteurs* : **Elsa Vennat - 50%** ; Denis Aubry – 50%
Date de début : Janvier 2019 *Date de soutenance* : Juillet 2019

14. Kareem Madjoub Master BME

Titre : Micro-compression on the dentin tissue, why is the tooth so strong and durable? *Tuteur* : **Elsa Vennat** - **100%** *Date de début* : Février 2021 *Date de soutenance prévue* : Juillet 2021

Stage Post-Doctoral (1)

Titre : Modélisation et suivi de la prolifération cellulaire en milieu poreux par microtomographie X : application à l'ingénierie tissulaire osseuse

Tuteurs : **Elsa Vennat** - **20%**, Bertrand David (MSSMat, CNRS, Centrale-Supélec) – **70%**, David Néron (LMT, ENS Paris Saclay) - **10%**

Date de début : Novembre 2014 *Date de soutenance* : Novembre 2015

Autres encadrements

Parcours ECP-R : Corentin Fichant (2015-2017), Marcos Silva de Lucas (2017-2018), Richard-John Lin (2019-2020)

M1 : Norman Chiche (2013), Thibault Drouhet (2013), Elodie Savard (2016) Patrick Chelala (2016), Ursule Muendi (2017), Biravena Raveendranathan (2017) Diana Khalipina (2017)

Stage assistant ingénieur UTC : Margot Leclercq (2020)

Thèse d'exercice : Tanguy ROUXEL (2017), Thibault DROUHET (2015), Norman CHICHE (2015)

Description de la participation à la vie scientifique et des responsabilités collectives exercées

Depuis mon arrivée en tant que Maître de Conférences en 2010 à l'École Centrale Paris (devenue CentraleSupélec après la fusion avec Supélec), j'ai développé la thématique de la Biomécanique, tant en enseignement qu'en recherche. Comme décrit en 0, j'ai petit à petit centré mes enseignements sur la Biomécanique que j'enseigne à différents niveaux et de différentes manières (cours magistraux, travaux pratiques numériques et expérimentaux, travaux dirigés, projets) avec pour but d'initier puis de former les élèves Centraliens à la Biomécanique. En recherche, j'ai fait naître la thématique de la Biomécanique dentaire à CentraleSupélec et j'aimerais, à long terme, structurer la thématique à l'échelle nationale. Je me suis aussi investie dans le lien enseignement–recherche par mon implication dans la mise en place et le suivi du parcours recherche et l'encadrement de différents projets d'élèves en lien avec mes recherches.

J'ai récemment accepté la responsabilité de l'équipe Matériaux et la direction adjointe du laboratoire MSSMat.

Responsabilités liées à la recherche

Directrice adjointe du laboratoire MSSMat (depuis Janvier 2020)

Véronique Aubin a mis en place un comité de direction composée d'elle-même, de Bing Tie et de moi-même dès fin 2019, avec les missions principales suivantes :

- ⇒ Rapprochement LMT/MSSMat : dans le but d'une fusion LMT/MSSMat en 2022, une réflexion a été menée sur la structuration scientifique de la future unité et son organisation financière. Pour que le maximum des membres de deux laboratoires adhère au futur projet, un gros travail de discussion, de pédagogie et de co-construction est mené. Une réunion par mois réunit les deux comités de direction du MSSMat et du LMT pour discuter de l'avancement et lancer les nouveaux chantiers.
- ⇒ Gestion COVID : il y a bien sûr été nécessaire d'adapter notre fonctionnement du fait de la crise sanitaire et de ne pas perdre le lien avec l'ensemble des membres du laboratoires pendant les différents confinements.
- ⇒ Conseil de laboratoire et conseil scientifique : les actualités étant chargées, leur rythme a été sensiblement augmenté dès le début du mandat.
- ⇒ Mise en place d'actions communication et développement durable : avec Véronique et Bing, nous avons nommé des responsables sur ces deux aspects. Ceux-ci nous font des points d'avancement aux conseils de laboratoire.
- ⇒ Classement candidats bourses doctorales/CSC : nous avons mis en place des auditions / entraînements pour les candidats aux bourses doctorales. Un classement a été fait mais surtout nous avons donné des conseils aux candidats pour bien réussir leur future audition.
- ⇒ Avis sur projets

Responsable de l'équipe Matériaux (depuis Janvier 2020)

- ⇒ Animation de la vie de l'équipe (qui avait peu à peu périclité au mandat précédent) : organisation d'une réunion par mois avec une partie informations + une présentation scientifique avec toute l'équipe et un temps d'échanges entre permanents (nouveaux projets, nouveaux arrivants, fusion avec le LMT...)
- ⇒ Présentation des activités de l'équipe à différents publics (groupes de recherche, étudiants...)

Membre nommée au comité national du CNRS (CoNRS) section 09 (2016-2020)

- ⇒ Participation aux sessions d'Automne et de Printemps du CoNRS : évaluations à vague et mi-vague des chercheurs de la section 09, avis sur les demandes de délégation/changement de direction/écoles thématiques/groupes de recherche...
- ⇒ Sélection des dossiers / Auditions des candidats CR et DR en section 09, proposition liste d'admissibles au CNRS

Membre du conseil de laboratoire MSSMat (2008-2009 et 2015-aujourd'hui)

- ⇒ Représentante élue des doctorants (2008-2009)
- ⇒ Représentante élue collège A (2015-2019), nommée (2020-aujourd'hui)

Créatrice et animatrice d'un petit groupe de travail sur la Biomécanique dentaire (2020-aujourd'hui)

- ⇒ Organisation d'une réunion thématique par mois
- ⇒ Participants : ~4 E-C/C (LMT, MSME, URB2i), 3 doctorants et 2 stagiaires

Membre de l'équipe Communication du laboratoire MSSMat (2014-2018)

Participation au groupe de travail WG7 BIOMATERIALS

- ⇒ Chair: Silvia Pascale (Sorin Group) & Enrica Vernè (Politecnico di Torino) de EuMat (European Technology Platform for Advanced Engineering Materials and Technologies)

Correspondante du DIM (Domaine d'Intérêt Majeur) Respire (réseau d'excellence en solides poreux) pour MSSMat (2019-aujourd'hui)

- ⇒ Candidature (dossier et audition)
- ⇒ Présentation du laboratoire aux journées du DIM

Organisation et animation des séminaires doctorants du laboratoire MSSMat (2012-2017)

- ⇒ Mise en place du programme
- ⇒ Organisation pratique et modération du séminaire

Relecture, expertise et participation à des jurys

- Relectrice pour Acta Biomaterialia, Journal of Mechanics in Medicine and Biology, Applied Sciences, Ceramica, Biot Conference 2017, congrès de la Société de Biomécanique 2019 et 2020
- Experte représentante du CoNRS section 09 à l'évaluation Hcerès du laboratoire 3SR (vague A campagne d'évaluation 2019-2020)
- Expert ANR 2016
- Membre du comité de sélection d'un MCF profil Génie Civil à l'ENS Cachan au laboratoire LMT en 2018
- Membre du Comité de suivi individuel de thèse pour l'année universitaire 2019-2020 de BINKLEY Dakota (thèse dirigée par Aurélien Gourrier)
- Membre du jury de thèse de Xiuyu Wang (LadHyx, directeur de thèse : Abdul Barakat) en tant qu'examinatrice en 2021

Diffusion scientifique

Organisation de congrès nationaux/internationaux

- Responsable et animatrice de l'atelier « la dent comme vous ne l'avez jamais vu » au Congrès Français de Biomatériaux Dentaires (Montrouge, 2015)
- Local Organizing Committee of 4th International Conference on Computational & Mathematical Biomedical Engineering (Cachan, 2015)

- Membre du comité d'organisation du workshop Biomécanique de l'Université Paris Saclay 2018
- Organisatrice de la sous-session « Biomécanique dentaire et orofaciale » au congrès de la société de biomécanique (Poitiers, 2019) dont j'étais, de ce fait, membre du comité scientifique

Vulgarisation scientifique

Présentation des activités « Biomécanique » du laboratoire MSSMat à divers publics : élèves ingénieurs, personnels de Centrale-Supélec ou anciens élèves, étudiants d'Université étrangère (Cambridge) ou en médecine.

Séminaires invités (5 dernières années)

- Séminaire au Laboratoire Physiopathologie Orale Moléculaire (Université Paris Diderot) en Janvier 2016 (invitation de Sophia Houari-Mejri : sophia.houari@crc.jussieu.fr)
- Séminaire dans le cadre de la journée Milieux Poreux de Centrale-Supélec en Mars 2016
- Séminaire au CREE Saint Gobain en Janvier 2017 (invitation de Michaela Klotz : michaela.klotz@saint-gobain.com; ce séminaire a permis de prendre contact et par la suite de signer un contrat, voir « contrats privés »)
- Séminaire au synchrotron Soleil (équipe HéliBio) en Janvier 2019 (invitation de Léonard Chavas : leonard.chavas@synchrotron-soleil.fr)
- Séminaire au laboratoire MSSMat en Mars 2019
- Séminaire au Centre de Recherche des Cordeliers (UMRS U1138) en Octobre 2019 (invitation de Sylvie Babajko : sylvie.babajko@inserm.fr)
- Séminaire à Imagine, l'institut des maladies génétiques en Novembre 2019 (invitation de Muriel Deladure Molla : muriel.deladure-molla@aphp.fr)

Coordination/participation à des projets de recherche

Contrats publics

- MécaDent (LaSIPS Emergence 2012)
 - Financement alloué : 60 k€
 - Rôle : *porteuse et responsable scientifique*
 - Participants : Jean-Marc Allain (LMS, Ecole Polytechnique), Ingrid Canero Infante (SPMS, CNRS), Jean-Pierre Attal (URB2i, Paris Descartes)
- ProGéoMéca (LaSIPS Emergence 2013)
 - Financement alloué : 56 k€
 - Rôle : *porteuse et responsable scientifique*
 - Participants : Véronique Aubin (MSSMat, Centrale-Supélec), Pascal Morenton (Centrale-Supélec), Nicolas Schmitt (LMT, UPEC), Laurent Tapie (URB2i, Paris 13), Claudine Wulfman (URB2i, Paris Descartes)
- TomOs (LaSIPS Emergence 2014)
 - Financement alloué : 60 k€
 - Rôle : participante
 - Autres participants : Bertrand David (MSSMat, CNRS), David Néron (LMT, ENS Paris Saclay)
- DentInno (LaSIPS Approfondissement 2015)
 - Financement alloué : 120 k€
 - Rôle : *porteuse et responsable scientifique*
 - Participants : Nicolas Schmitt (LMT, UPEC), Laurent Tapie (URB2i, Paris 13), Jean-Pierre Attal (URB2i, Paris Descartes)

- T-Rex (LaSIPS Emergence 2017)
 - Financement alloué : 14 k€
 - Rôle : *porteuse et responsable scientifique*
 - Participants : Jean-Marc Allain (LMS, Ecole Polytechnique), Elisabeth Dursun (URB2i, Paris Descartes), Aurélien Gourrier (LiPHY, CNRS, Université J. Fourier), Nicolas Roubier (MSSMat, Centrale-Supélec)
- Bio-Dents (défi Biomimétisme du CNRS 2019)
 - Financement alloué : 20k€ (pour tous les partenaires)
 - Rôle : Participante (caractérisation morphologique et mécanique des matériaux obtenus par fabrication additive)
 - Participants : Thierry Chartier (porteur) et Vincent Pateloup (IRCer, Limoges), Laurent Tapie, Jean-Pierre Attal, Aurélie Benoit (URB2i)
- ToTEM (LaSIPS Emergence 2020)
 - Financement alloué : 30k€
 - Rôle : *porteuse*
 - Participants : Nicolas Schmitt (LMT), Lluís Yedra Cordona (MSSMat, SPMS), Muriel Deladure Molla (Institut Imagine)
- Capillary Flow Porometer (CFP) for multidisciplinary applications (Financement petits équipements du *DIM Repore*)
 - Financement alloué : 54k€ soit 60% (participation MSSMat : 18k€ soit 20%, participation LMT: 18k€ soit 20%)
 - Rôle : *porteuse*
 - Participants : Tulio Honoria de Faria (LMT), Alexandra Bourdot (LMT), Farid Benboudjema (LMT), Jean-Marie Fleureau (MSSMat)

Contrat privé

- Contrat avec Saint Gobain Research Provence (2017)
 - Financement alloué : 12,4k€
 - Mise en place d'un outil de simulation de l'essai de porosimétrie par intrusion de mercure

Obtention de financements autres

- Campagne équipements mi-lourds de l'école 2014 : achat d'une fraiseuse à commande numérique
 - Financement alloué : 40 k€
 - Rôle : *porteuse*
- Financement du stage de M2 de Kareem Madjoub par le *DIM Repore* (2021)
- Accueil de C. Arson dans le cadre d'une *bourse d'Alembert* de l'Université Paris Saclay (séjours effectués les étés 2017 et 2018 au MSSMat)
- Bourses de thèse (allocations doctorales de l'école doctorale SMEMAG) : financement des thèses d'Asef Hemmati (2017) et Yannick Yasothan (2019)
- Campagne équipements mi-lourds de l'école 2019 : achat d'un nano-indenteur
 - Financement alloué : 120 k€
 - Rôle : *porteuse*
- Bourse de thèse PhD² 2019 (Hossein Kamalania) : financement de 100k€ de la région Ile de France et partenariat avec Biomodex
 - Rôle : co-directrice avec Bing Tie et Andréa Barbarullo (MSSMat)

Prix, distinctions et subventions

- Prime d'Encadrement Doctoral et de Recherche (campagnes 2016 et 2020)

- Subvention AFM/CNFM pour participer à un congrès à l'étranger (2017, congrès ESB Séville)

Responsabilités liées à l'enseignement

- 2010-ce jour : Responsable du cours électif **Biomécanique** devenu **Matériaux du vivant** (en deuxième année d'école d'ingénieur)
 - J'ai entièrement (re)créé ce cours à mon arrivée à l'École
 - Un certain nombre de mes anciens élèves travaillent aujourd'hui dans le monde biomédical et permettent d'enrichir mon réseau : Sidarth Radjou (Biomodex), Solenne Devereau (Predisurge), Alexandre Barbat (Euros)...
- 2012-2018 : Responsable des Activités Expérimentales Dimensionnement des Structures Mécaniques de Centrale-Supélec (en première année d'école d'ingénieur)
 - Dans ce cadre j'ai proposé une nouvelle thématique autour du tissu osseux et actualisé la thématique « matériaux cimentaires »
- 2013-ce jour : Membre du **comité de suivi du parcours recherche** de Centrale-Supélec
- 2016-2018 : membre groupe de travail sur le **lien enseignement-recherche** (GT14) dans le cadre de la mise en place du nouveau Coursus de CS
- 2016-2019 : Responsable du cours de **Biomécanique** de 3ème année option Biotechnologies
- 2018-2019 : Responsable des activités expérimentales en mécanique du solide de la ST2 CVT
- 2018-ce jour : co-responsable de la ST7 Fabrication Additive
 - Dans ce cadre, je m'occupe du volet en lien avec la **Biomécanique** en collaboration avec la start up Biomodex

Organisation de congrès nationaux/internationaux

- Responsable et animatrice de l'atelier « la dent comme vous ne l'avez jamais vu » au Congrès Français de Biomatériaux Dentaires (Montrouge, 2015)
- Local Organizing Comitee of 4th International Conference on Computational & Mathematical Biomedical Engineering (Cachan, 2015)
- Membre du comité d'organisation du workshop Biomécanique de l'Université Paris Saclay 2018
- Organisatrice de la session « Biomécanique dentaire et orofaciale » au congrès de la société de biomécanique 2019

Vulgarisation scientifique

Présentation des activités « Biomécanique » du laboratoire MSSMat à divers publics : élèves ingénieurs, personnels de Centrale-Supélec, étudiants d'Université étrangère (Cambridge) ou en médecine.

Membre de jury de thèse d'exercice en Chirurgie Dentaire

Ma collaboration étroite avec la faculté de Chirurgie Dentaire de Montrouge et en particulier avec l'URB2i m'a amenée à être jury des thèses d'exercice suivantes :

- Thèse d'exercice de Tanguy ROUXEL (2017) : Valeur prédictive de l'imagerie 3D dans l'évaluation de la stabilité primaire implantaire : mise au point d'un protocole de recherche expérimental en collaboration avec l'école Centrale Paris, l'Université Paris V et la Sapo-Implant Paris.
- Thèse d'exercice de Thibault DROUHET (2015) : L'Ethanol Wet Bonding : Revue systématique de la littérature
- Thèse d'exercice de Norman CHICHE (2015): Protocole 3D de mesure du joint dento-prothétique d'un assemblage réalisé en CFAO par micro-CT

Travaux de recherche

| | |
|---|-----|
| <i>Introduction</i> | 38 |
| Contexte clinique de la dentisterie restauratrice | 40 |
| Contexte scientifique de la mécanique des tissus biologiques | 44 |
| Bilan..... | 50 |
| <i>Chapitre I : La dent restaurée, un composite multi-couches complexe</i> | 52 |
| I.1. Structures, microstructures et nanostructures de la dent..... | 55 |
| I.2. Morphologie de l'organe dentaire restauré | 64 |
| I.3. Mécanique des tissus et de la dent restaurée..... | 68 |
| <i>Chapitre II : Le tissu dentinaire : comment sa microstructure complexe influence son comportement mécanique ?</i> | 76 |
| II.1. Imager et quantifier la microstructure de la dentine (morphologie du tissu dentinaire) .. | 80 |
| II.2. Sonder les propriétés mécaniques de la dentine et leur lien avec la microstructure (mécanique du tissu dentinaire)..... | 104 |
| II.3. Conclusions et perspectives | 119 |
| <i>Chapitre III : La dent restaurée : comment améliorer la conception des restaurations actuelles en prenant en compte la mécanique de l'assemblage ?</i> | 122 |
| III.1. La géométrie de l'assemblage prothétique dentaire | 125 |
| III.2. Mécanique de l'assemblage prothétique dentaire | 141 |
| III.3. Conclusion et perspectives | 165 |
| <i>Bilan général et perspectives</i> | 167 |
| <i>Références bibliographiques</i> | 171 |

Introduction

« Nous ne vieillissons pas d'une année sur l'autre, nous nous renouvelons chaque jour »
Emily Dickinson

| | |
|---|----|
| <i>Introduction</i> | 38 |
| Contexte clinique de la dentisterie restauratrice | 40 |
| Les matériaux et la procédure de restauration considérés..... | 40 |
| Problématiques cliniques..... | 41 |
| Contexte scientifique de la mécanique des tissus biologiques | 44 |
| Le lien structure-propriété des tissus biologiques : une source d'inspiration | 44 |
| L'évolution des outils de caractérisation aux petites échelles..... | 45 |
| Les tissus osseux et la dentine | 46 |
| Bilan..... | 50 |

Mon travail de recherche s'inscrit à la fois dans un contexte clinique, celui de la dentisterie restauratrice, qui est le point de départ de mes travaux, mais aussi dans un contexte plus large de la mécanique expérimentale sur les tissus biologiques. C'est pourquoi j'ai choisi de mettre en perspective mon travail en le plaçant dans ces deux contextes dont les finalités sont parfois difficiles à concilier mais entre lesquels j'essaie de trouver un équilibre. Les revues choisies pour mes publications visent donc différents publics avec un cœur « Materials Science, Engineering » et des applications en santé (Figure 11).



Figure 11 : Catégories « Web of Science » de ma recherche

Contexte clinique de la dentisterie restauratrice

La carie reste encore aujourd'hui la maladie chronique la plus répandue dans le monde et touche particulièrement les plus démunis (Marcenes et al., 2013). Elle constitue une des causes de perte de substance dentaire avec les lésions non carieuses et les traumatismes. L'érosion dentaire est en forte augmentation du fait des nouvelles habitudes alimentaires. La longévité et la biocompatibilité de la restauration de la dent sont donc des enjeux majeurs de santé publique.

Pour restaurer une dent cariée, le praticien réalise de plus en plus des restaurations collées à l'aide de résine composite ou des pièces prothétiques partielles (inlay ou onlay par exemple) qui remplacent respectivement peu à peu les amalgames et les couronnes. En plus de leur esthétique, ces types de restauration sont en adéquation avec le concept de dentisterie « a minima » ou préservation maximale des tissus sains, et évitent le recours à l'amalgame, d'ailleurs interdit dans différents pays de l'Union Européenne (pour des raisons de toxicité environnementale du mercure qu'il contient).

Les matériaux et la procédure de restauration considérés

Dans le cadre de mes travaux, les restaurations considérées sont les prothèses collées ou scellées. Ces prothèses sont faites dans différents types de matériau à base de céramique essentiellement et sont le plus souvent réalisées hors du cabinet dentaire chez un prothésiste (par la méthode traditionnelle ou par usinage à l'aide d'une machine à commande numérique). Ces restaurations sont réalisées dans le cas de lésions assez étendues mais ne nécessitant pas un implant. Plusieurs types de prothèses collées ou scellées peuvent être réalisées : les inlays (ne recouvrant aucune cuspidé), les onlays (recouvrant une cuspidé), les overlay (recouvrant toutes les cuspidés mais ne recouvrant pas toute la

partie coronaire¹ de la dent) et les couronnes (recouvrant toutes les cuspides et toute la partie coronaire de la dent) (Tapie, 2019).

Problématiques cliniques

Les problématiques cliniques sont nombreuses, j'ai choisi de me focaliser sur certaines d'entre elles, en fonction de la pertinence d'étudier des aspects de caractérisation mécanique, géométrique et microstructurale. L'échelle macroscopique est ici l'échelle de l'organe, c'est à dire l'échelle de la dent. Je ne m'intéresse pas à l'ensemble de la mâchoire, mon intérêt se portant plutôt sur l'échelle de l'organe seul (la dent isolée) en descendant aux échelles plus fines. Je présente ici les problématiques cliniques que j'aborde dans le cadre de mes travaux ou des perspectives de ceux-ci (Figure 12).

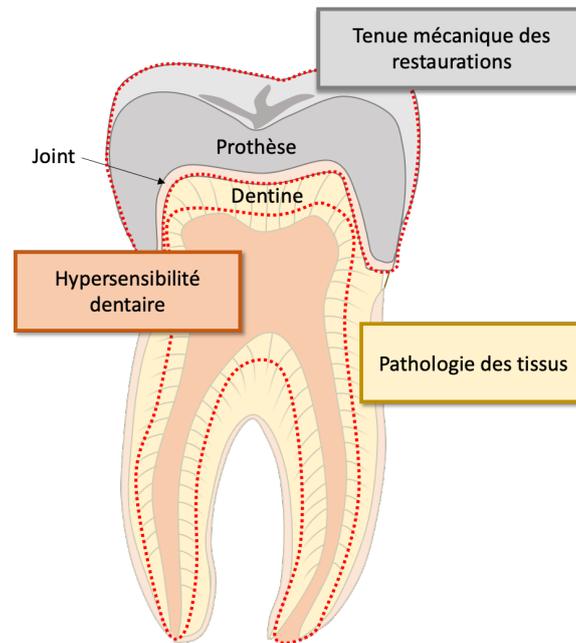


Figure 12 : Les problématiques cliniques abordées dans mes travaux

Tenue mécanique des restaurations

La fracture est la cause d'échec principale pour les restaurations céramiques (Kassebaum et al., 2015) et reste la cause d'échec secondaire pour les restaurations en résine composite (Opdam et al., 2014). Environ 20% de ces restaurations se cassent ou se descellent dans les 5 premières années (Malament and Socransky, 1999).

Toute intervention suivant un échec amène à une perte de tissu supplémentaire, menant à des traitements de plus en plus invasifs donc respectant de moins en moins concept de dentisterie « a minima ».

Une dent restaurée présente de nouvelles interfaces (typiquement dent/ joint et joint/biomatériau de restauration). Si le collage à l'émail (coque externe de la dent) ne pose aujourd'hui plus de problème, le collage à la dentine (tissu dentaire situé sous la coque amélaire) ne reste pas aussi fiable sur du long terme (Demarco et al., 2015; Opdam et al., 2014).

¹ Partie coronaire de la dent : appartenant à la couronne, voir I.1.1

Concernant l'interface joint/biomatériau de restauration, elle est une source d'échec des restaurations prothétiques collées ou scellées (Goodacre et al., 2003) et semble plus faible que la liaison dentine/joint (Hernandez et al., 2008).

Aujourd'hui, dans le cadre du processus de conception de la restauration prothétique que j'aborderai plus avant au Chapitre III, aucun critère mécanique n'est pris en compte. Ce constat est le point de départ de mes travaux à l'échelle de la dent restaurée (voir Chapitre III).

Pathologies des tissus : Dentinogénèse imparfaite et hypominéralisation des molaires et incisives (MIH)

La dentinogénèse imparfaite est une maladie génétique rare (Molla, Muriel, 2004) qui se caractérise par une hypominéralisation et une anomalie de structure de la dentine conduisant la dent à une usure extrêmement rapide et à leur perte précoce. La dentine a un contenu minéral diminué avec des cristaux d'hydroxyapatite moins nombreux et des tubules anormaux (MacDougall, 2003; MacDougall et al., 2002). Cette pathologie est donc doublement intéressante à étudier :

- L'étude de la micro- et nano- structure d'une telle dentine « anormale » est très intéressante pour comprendre les dysfonctionnements biologiques liés à la maladie (en caractérisant ses conséquences)
- Mieux comprendre la micro- et nano- structure d'une telle dentine pourra bien sûr permettre de mieux traiter les patients atteints.

La différence de microstructure entre la dentine saine et la dentine atteinte de dentinogénèse imparfaite est illustrée Figure 13.

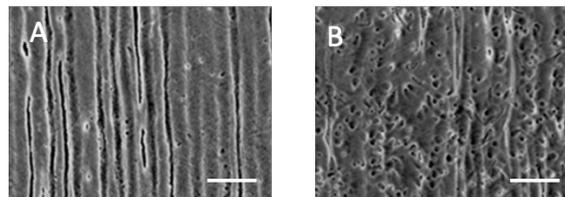


Figure 13 : Comparaison de la dentine saine (A) et de la dentine d'un patient atteint de dentinogénèse imparfaite (d'après (Opsahl Vital et al., 2012)). Barre d'échelle : 10µm

L'hypominéralisation des molaires et des incisives (MIH) est un défaut qualitatif de l'émail d'origine systémique (Weerheijm et al., 2003). Une récente méta-analyse a révélé une prévalence moyenne mondiale de 12,9 % et une incidence mondiale de 17,5 millions de personnes en 2016 (Schwendicke et al., 2018).

Les défauts sont cliniquement caractérisés par des opacités délimitées, de différentes couleurs (blanc, jaune ou brun) et s'étendent (de petites à grandes zones), et subissent fréquemment une dégradation post-éruptive (Weerheijm et al., 2003). A plus petite échelle, ils correspondent à une structure prismatique moins dense avec une organisation cristalline plus lâche et des gaines prismatiques plus grandes d'après les observations MEB de Jälevik et al. (Jälevik et al., 2005). En conséquence, l'émail affecté par une MIH présente des propriétés mécaniques plus faibles que l'émail sain (Mahoney et al., 2004). La structure poreuse de l'émail et sa dégradation entraînent une hypersensibilité et/ou le développement d'une dentine exposée et de lésions carieuses (Lygidakis et al., 2010).

Étudier les tissus atteints de ces deux pathologies constitue une perspective intéressante de mes travaux présentés au Chapitre II, consacré à la mise en place d'une caractérisation multi-échelle de la morphologie et la mécanique de la dentine saine.

Hypersensibilité dentaire

Le tissu dentinaire milieu naturellement poreux constitué d'un réseau de pores tronconiques micrométriques (les tubules, qui traversent toute la dentine) et de branches latérales reliant les tubules entre eux. Je décrirai plus en détail cette microstructure poreuse aux Chapitre I et II. Ce milieu poreux est normalement protégé par l'émail ou la gencive des fluides et stimuli externes.

Cependant, la dentine peut parfois être exposée à la suite d'un phénomène d'érosion dentaire, d'une carie dentaire ou d'une récession gingivale, ce qui déclenche une hypersensibilité. L'hypersensibilité dentinaire est une douleur dentaire aiguë et brève résultant de l'exposition de la dentine à des stimuli externes tels que thermiques, osmotiques... C'est une pathologie relativement courante ; bien que les estimations varient grandement selon les méthodes de détection (de 4 % à 74 % de personnes affectées) environ 15 % de la population mondiale est estimée être affectée à un certain degré (Miglani et al., 2010). Et il est très probable que ces chiffres croissent en particulier avec l'augmentation de l'espérance de vie. Aujourd'hui, la cause réelle de l'hypersensibilité est encore inconnue. L'explication la plus largement acceptée est la théorie hydrodynamique : les stimuli provoquent le déplacement du liquide dentinaire à l'intérieur des pores dentinaires, créant ainsi une différence de pression et engendrant une douleur (Shiau, 2012). La plupart des traitements visent soit à une inhibition des nerfs soit à une occlusion permanente et stable des tubules exposés et ouverts (Kvot, 2012).

Cette thématique, que j'ai commencé à aborder que tout récemment, me semble très intéressante car beaucoup d'outils développés par ailleurs pourraient contribuer à mieux comprendre cette pathologie et l'effet de certains de ses traitements (notamment par obturation dans un premier temps). Par exemple, la répartition des produits d'obturation dans les tubules dentinaires n'a jamais été observée en 3D à ma connaissance et l'impact de ces produits sur la perméabilité locale de la dentine n'est que très peu abordé dans la littérature. Ces aspects font donc partie des perspectives de mes travaux présentés au Chapitre II.

Orientation de mes travaux par rapport au contexte clinique

Les restaurations dentaires « à minima » s'ancrent sur le tissu majoritaire de la dent, la dentine. Pour comprendre et améliorer la durée de vie des restaurations dentaires et comprendre la mécanique de l'assemblage dentaire, il est important de bien connaître le tissu dentinaire d'ancrage, qu'il soit sain ou pathologique. Or celui-ci n'a pas encore révélé tous ses secrets (I.1.1), c'est donc l'objet d'une première partie de mes travaux (Chapitre II). Les outils mis en place serviront à caractériser la dentine saine pathologique, évaluer les restaurations et traitements et éventuellement en proposer des nouveaux.

La dent restaurée constitue un assemblage de couches dont la mécanique est encore mal connue et peu, si ce n'est pas, prise en compte dans la conception des restaurations. La deuxième partie de mes travaux se situe donc à cette échelle (celle de l'organe) et a pour but de mieux comprendre et prédire le comportement mécanique d'un assemblage prothétique dentaire.

Contexte scientifique de la mécanique des tissus biologiques

Mes travaux s'inscrivent dans le contexte de la biomécanique dentaire avec un lien fort vers les aspects cliniques. Ils s'inscrivent aussi, pour la partie étude des tissus (Chapitre II) dans un contexte plus large de l'étude des tissus biologiques durs. Dans cette section j'aborderai le contexte actuel de l'étude de ces tissus et j'essaierai d'apporter quelques réponses aux questions suivantes :

- ⇒ Pourquoi s'intéresse-t-on à la mécanique des tissus biologiques (durs) ?
- ⇒ Comment caractérise-t-on les tissus biologiques durs ? Comment profiter des avancées en termes de caractérisation morphologique ?
- ⇒ Quelles sont les similitudes entre l'os et la dentine ?
- ⇒ Quels enseignements puis-je tirer pour l'étude des tissus dentaires?

Le lien structure-propriété des tissus biologiques : une source d'inspiration

Les matériaux de la nature sont multifonctionnels. Leur structure et composition leur confèrent des propriétés adaptées à leurs fonctions. Comprendre le lien structure-propriété des tissus naturels est donc une piste d'inspiration très intéressante pour imaginer de nouveaux matériaux (sans pour autant essayer de reproduire ceux-ci à l'identique) (Deville, 2019). En effet, l'ingénieur a tout d'abord beaucoup plus de choix dans les matériaux de base qu'il va pouvoir utiliser et il n'y a pas, à priori, de raison particulière pour s'en priver. L'aspect multifonctionnel des matériaux naturels rend non le lien structure-propriétés dans ceux-ci. C'est donc pourquoi comprendre le lien structure-propriétés est indispensable pour pouvoir guider l'implémentation de nouveaux matériaux synthétiques aux propriétés attendues.

Un des premiers constats est que les matériaux naturels ont la plupart du temps avec une architecture multi-échelles (Chen et al., 2008). Le lien entre l'architecture particulière d'un matériau naturel et ses propriétés est crucial. Je vais l'illustrer par l'exemple de la nacre, mon but étant de montrer qu'étudier les tissus dentaires est intéressant non seulement d'un point de vue de l'application clinique mais aussi d'un point de vue de la science des matériaux. En effet, les propriétés des tissus dentaires et de la dent dans son ensemble en font un organe très durable alors que celui-ci ne connaît pas de remodelage (voir la comparaison dentine / os dans ce qui suit), c'est donc très attractif de comprendre les origines de cette durabilité.

La nacre est un matériau pour lequel il y a un engouement particulier ces derniers temps (Deville, 2019). Ce matériau est intéressant car il est particulièrement tenace. Deux aspects sont particulièrement inspirant :

- C'est en étudiant les échelles de plus en plus fines que les différents mécanismes expliquant son extraordinaire ténacité sont de mieux en mieux compris
- C'est la subtile imbrication des phases minérales et organiques qui semble jouer un rôle prépondérant

Les microstructure et nanostructure de la nacre sont issues du long processus d'évolution et de sélection naturelle. Constituée essentiellement d'aragonite, la nacre est néanmoins beaucoup plus tenace que cet élément de base. Elle a une structure en feuillets/plaques de quelques centaines de nanomètres imbriquées de manière interlockée (Barthelat, 2010; Katti et al., 2005) collées par une colle protéique (Smith et al., 1999). Se rajoutent des aspérités de surface (Barthelat et al., 2006) et des ponts minéraux aux interfaces, renforçant la difficulté de propagation de fissure. La propagation de fissure à l'intérieur des plaques est rendue difficile par la présence de nanograins de quelques nanomètres à quelques dizaines de nanomètres (Gao et al., 2003). Grâce à la compréhension de ces mécanismes, de nouveaux matériaux aux propriétés améliorées peuvent voir le jour (Bouville, 2020;

Bouville et al., 2014). Pourquoi ne pas s'inspirer de la dent et de ces tissus pour mieux la restaurer (une des perspectives de mon travail détaillée en III.2.4 constitue une proposition dans ce sens) mais aussi d'utiliser la compréhension des mécanismes la rendant si durable dans le cadre d'autres applications ?

L'évolution des outils de caractérisation aux petites échelles

Observation tridimensionnelle

C'est l'observation de la nacre jusqu'à la nano-échelle qui a permis de comprendre pourquoi elle était si tenace. Quels sont les outils actuels d'observation aux différentes échelles des tissus biologiques ? Quelles sont les spécificités des tissus biologiques durs (je me limiterai à ceux-ci par souci de concision et de pertinence vis à vis de mes travaux actuels) ?

Les outils d'observations notamment tridimensionnels ont connu récemment des avancées spectaculaires et cela profite à l'observation des tissus biologiques durs.

Deux aspects me paraissent particulièrement intéressants :

- ⇒ Les moyens d'observation permettent de plus en plus une visualisation (puis une quantification) tridimensionnelle
- ⇒ Les petites échelles sont de plus en plus accessibles

Je décris brièvement dans ce qui suit quelques techniques d'imagerie 3D qui sont particulièrement intéressante pour étudier les tissus biologiques.

La **micro-tomographie par rayons X** est une technique qui est maintenant bien connue et très utilisée. Les sources synchrotron permettent maintenant des résolutions (notion de résolution discutée dans l'encart de droite) annoncées de 80nm pour une taille de voxel de 20nm (ligne de lumière Anatomix, SOLEIL). A ces résolutions, on parle de **nano-tomographie**. Le principe de la micro/nano-tomographie par rayons X est d'utiliser le fait que les rayons X sont atténués lorsqu'ils traversent un matériau et cette atténuation est notamment liée à la densité du matériau traversé. Certains artefacts (caractéristique artificielle qui apparaît sur les images mais ne correspond pas à une caractéristique physique de l'objet, norme NF EN ISO 15708-1 :2019-04) peuvent apparaître. Ceux-ci sont bien décrits dans la norme NF EN ISO 15708-3 :2019-04 et dans Davis & Elliot (Davis and Elliott, 2006).

La **microscopie confocale par balayage laser** (CLSM) permet de visualiser en 3D des zones fluorescentes avec des champs de vue relativement grands dans le plan et sur une profondeur limitée à environ 50µm pour le tissu osseux (Genthial, 2016). Un intérêt majeur de la technique est qu'elle n'est pas destructive et que l'échantillon reste hydraté (infiltré par un fluide fluorescent par exemple) limitant les artefacts liés à la déshydratation (à laquelle sont particulièrement sensibles les tissus biologiques).

Les microscopes électroniques à balayage peuvent désormais être équipés d'une colonne ionique qui permet de venir enlever de la matière de sorte à permettre le micro-usinage de l'échantillon et

Un point sur la notion de résolution

La résolution d'une technique est souvent difficile à estimer.

Tout d'abord notons que la résolution d'une image est tout à fait différente de la résolution de mesure définie dans le Vocabulaire International de Métrologie comme étant « plus petite différence d'indication d'un dispositif afficheur qui peut être perçue de manière significative ».

En microscopie, la résolution (ou limite de résolution) correspond au pouvoir séparateur donc à la distance minimale entre deux points (historiquement ces points étaient des étoiles) nécessaire pour pouvoir les distinguer. En microscopie optique, on associe la limite de résolution à la limite de diffraction (dans un cas considéré sans aberration), les ondes lumineuses passant par des ouvertures (qui créent de la diffraction) (Ippolito et al., 2005).

L'encyclopédie Britannica donne la définition suivante : « la résolution d'un microscope est une mesure du plus petit détail de l'objet qui peut être observé », ce qui est légèrement différent.

La notion de résolution est complexe et délicate, je préfère donc, dans la mesure du possible me restreindre à des considérations sur les tailles de pixel/voxel dans ce manuscrit.

notamment d'éroder une zone sur quelques microns puis de l'imager successivement, ce qui permet d'obtenir une pile d'images MEB visualisable en 3D. Cette procédure est appelée « slice and view ». L'érosion se fait avec des ions Gallium (**Ga MEB-FIB**) ou un plasma de Xenon (**MEB-FIB Plasma**). L'avantage du MEB-FIB Plasma est la « grande » zone d'échantillon imagée (cube de côté 30µm) alors que le MEB-FIB utilisant des ions Gallium est limité à des cubes de côté 15µm (pour un temps raisonnable de manipulation). Un des problèmes rencontrés avec cette technique est l'effet rideau (créé par l'impact des ions qui viennent « lécher la surface ») qu'il convient de minimiser.

Le fait de pouvoir usiner des lames MET grâce au MEB-FIB facilite grandement l'observation des tissus biologiques durs au **MET**. Il est désormais aussi possible de faire de l'imagerie MET 3D en utilisant une platine qui permet de faire pivoter l'échantillon (Rebled et al., 2011). Midgley et al. (Midgley et al., 2007) montrent bien tout le potentiel des techniques de nano-tomographie pour l'étude des tissus biologiques.

La **ptychographie par rayons X** est une méthode d'observation microscopique 3D sans lentille, basée sur l'interaction rayons X/matière (Pfeiffer, 2018). Cette technique a été utilisée sur la dentine avec une résolution de moins de 200nm (Zanette et al., 2015) et le cerveau (Shahmoradian et al., 2017) par exemple et permet d'accéder à des informations sur la nanostructure 3D des tissus biologiques avec la perspective de descendre à une résolution de 20nm.

Il est donc possible aujourd'hui d'avoir accès à des moyens de visualisation 3D et ceux-ci sont beaucoup utilisés par les équipes de recherches dans le domaine biomédical. Par contre, les aspects traitement des données et quantification de paramètres microstructuraux à partir des images ne sont pas toujours abordés et les informations tirées restent souvent très qualitatives. Je pense que, sur ce point, une forte collaboration entre les scientifiques issus des sciences de l'ingénieur, les physiciens travaillant sur les différentes techniques d'imagerie et les biologistes/cliniciens pourraient permettre de combler ce vide.

Dans le Chapitre II, je présenterai un certain nombre de techniques d'observation des micro- et nano-structures de la dentine mais aussi les outils d'analyse et de quantification mis en place conjointement.

L'imagerie au service de la mécanique des matériaux

Dans le rapport de conjoncture du CNRS 2020, il est fait état d'« une progression spectaculaire de l'utilisation quantitative de l'imagerie en mécanique des matériaux et des structures ». Les mécaniciens des matériaux, tirant profit de ces avancées en termes d'imagerie, ont en effet développé des essais mécaniques sous imagerie (2D ou 3D) permettant notamment d'accéder, non seulement à des déformations moyennes durant un essai, mais aussi à l'ensemble du champ de déformation surfacique et même volumique d'une éprouvette grâce à des techniques de corrélation d'images.

C'est donc une piste intéressante de développement que d'utiliser les nouvelles techniques d'imagerie 3D pour quantifier l'état et les modifications structurales d'un échantillon sous contraintes mécaniques. Dans mes travaux, j'utiliserai des moyens de corrélation d'images 2D « classiques » à une échelle macroscopique (Chapitre II, partie II.2.2) et une piste intéressante est de descendre en échelle et de passer en 3D.

Les tissus osseux et la dentine

Aujourd'hui la majorité des études de mécanique sur les tissus biologiques durs a pour objet le tissu osseux. A titre d'exemple, près de 900 000 réponses apparaissent quand la recherche « bone mechanics » est réalisée sur google scholar (recherche faite en Janvier 2020) contre 11 000 environ quand « bone » est remplacé par « dentin ».

Comme je vais le présenter en détail dans le Chapitre 1, je m'intéresse particulièrement à la dentine, le tissu majoritaire de la dent et support des restaurations dentaires. Néanmoins, les études sur l'os ont été une source d'inspiration pour mes travaux. C'est pourquoi, cette section a pour but de mettre en lumière les similitudes entre tissu osseux et dentine et les techniques de caractérisation morphologiques et mécaniques qui semblent pertinentes d'envisager pour étudier la dentine.

Brève description des tissus osseux, comparaison à la dentine

Pour pouvoir aborder la question du tissu osseux, il est tout d'abord nécessaire de définir brièvement ses deux formes : l'os trabéculaire et l'os cortical (Figure 14).

L'os cortical (appelé aussi os compact ou dense) est la partie dense des os et forme une coque rigide en périphérie de ceux-ci. L'unité de base de la microstructure de l'os cortical est l'ostéon, de quelques centaines de microns de diamètre, qui se présente sous forme de lamelles concentriques autour d'un canal central, le canal de Havers. Les canaux de Havers sont orientés dans le sens de la pesanteur dans les os longs et sont reliés par des canaux latéraux, les canaux de Volkmann. Entre les lamelles d'os, se nichent des cellules dans leurs lacunes, ce sont les ostéocytes reliés entre eux par des canalicules de quelques centaines de nanomètres, qui constituent la deuxième source de porosité de l'os cortical.

L'os trabéculaire (appelé aussi os spongieux) est la partie poreuse de l'os qui occupe tout ou partie de la partie interne de l'os considéré. L'os trabéculaire est constitué de trabécules (ou travées) osseuses (qui ont des formes de plaques ou de poutres en fonction de la localisation dans l'os et du type d'os). La microstructure des trabécules est aussi faite de lamelles qui constituent des hémiostéons

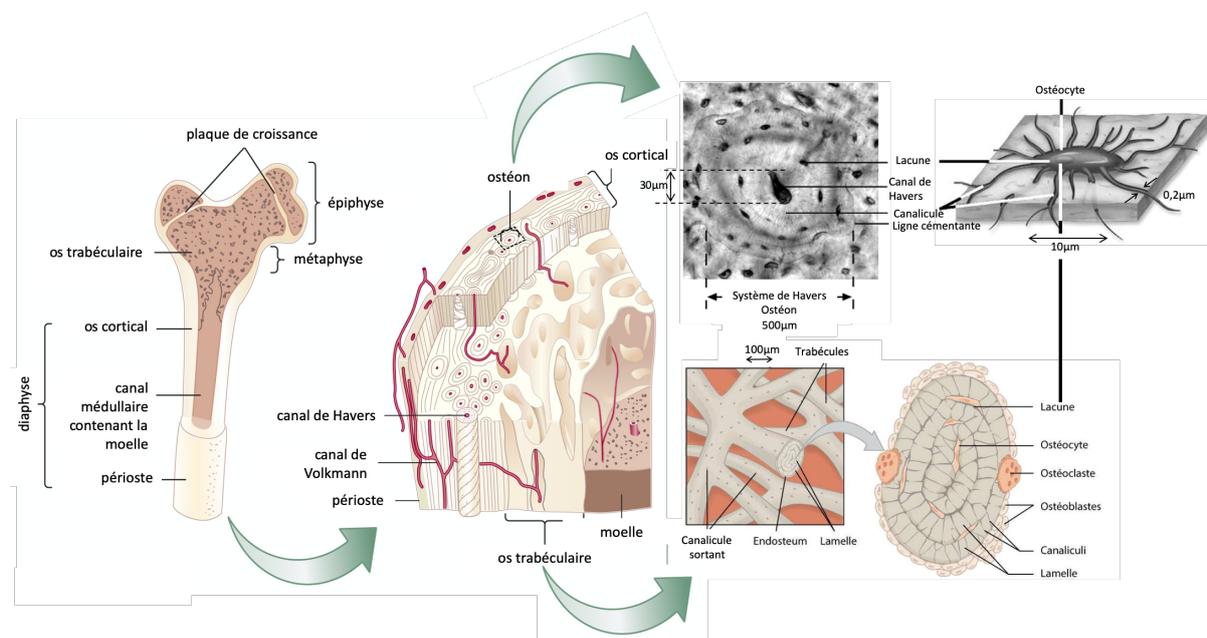


Figure 14 : Les tissus de l'os long (d'après (Proulx Heaney and G. Donald, 2019; Weatherholt et al., 2012), les dimensions indiquées sont des ordres de grandeur pour de l'os humain.

A titre très indicatif (car ces valeurs varient grandement entre individus, espèces, type d'os...), l'ordre de grandeur des caractéristiques morphologiques et mécaniques de ces deux tissus ainsi que celles de la dentine est présenté dans la Table 1. Souvent, c'est BV/TV (Bone Volume/Total Volume) qui est indiqué dans la littérature plutôt que la porosité (Cowin, 2001; Halgrin, 2009).

| | Porosité (%) 100-BV/TV | Taille(s) des pores (µm) | | Module de Young (GPa) | Contrainte max en compression (MPa) | Ténacité (MPa.m ^{1/2}) |
|------------------------|------------------------|--------------------------|-----|-----------------------|-------------------------------------|----------------------------------|
| Os cortical | 9 | 30 | 0,2 | 20 | 150 | 3-10 |
| Os trabéculaire | 30-90 | 100-500 | 0,2 | 0,1 | 5 | |
| Dentine | 10 | 1 | | 20 | 150 | 2-4 |

Table 1 : Ordres de grandeur des caractéristiques morphologiques et mécaniques des tissus osseux et de la dentine (d'après(Halgrin, 2009; Ivancik and Arola, 2013; Laurent, 2006; Rodriguez Florez, 2015; Wang, 2016))

Les macro- et micro- structures de ces deux types d'os et de la dentine est très différentes néanmoins ces trois tissus présentent les mêmes briques de base à l'échelle « nano » : les fibrilles de collagène (de type I, environ 100nm de diamètre) et les cristaux d'hydroxyapatite (phosphates de calcium, de taille de l'ordre de 2x4x20nm). Les cristaux d'hydroxyapatite, constituant la partie minérale du tissu, ont une grande rigidité et une haute résistance à la compression (mais une faible résistance en traction) alors que les fibrilles de collagène, constituant la partie organique du tissu, sont beaucoup moins rigides et ont une bonne résistance en traction. L'imbrication des ces deux phases et des porosités confèrent aux trois tissus considérés des propriétés mécaniques différentes.

Dans l'os trabéculaire, la porosité est remplie par de la moelle osseuse et dans l'os cortical, les canaux de Havers et de Volkmann sont occupés par des vaisseaux sanguins et des nerfs alors que dans la dentine celle-ci est remplie de fluides et prolongements cellulaires.

Nanostructures

A l'échelle plus fine, les ostéons sont formés de lamelles d'os chacune d'entre elle possédant une orientation des fibrilles de collagène différentes. Alors que ce sont des images 2D sur lesquelles se sont basées beaucoup d'études jusqu'à maintenant, les techniques 3D rapportées précédemment offrent un nouveau regard sur les tissus et en particulier le tissu osseux. Les études récentes au MET et au MEB-FIB Plasma (Binkley et al., 2020; Grandfield et al., 2018) ont permis de mieux comprendre les sous-structures et l'organisation 3D des fibrilles de collagène et des cristaux d'HAP. En particulier, des amas minéraux entourés de fibrilles de collagène ont été mis en lumière ainsi que la forme courbée des plaquettes minérales au près des fibrilles.

Évolution des tissus

Le tissu osseux (qu'il soit cortical ou trabéculaire) a une particularité fascinante : il a **la capacité de se remodeler, ce qui n'est pas le cas pour la dentine**. En effet, l'os possède des cellules mécano-sensibles, les ostéocytes, qui lui permettent de mettre en place un processus d'apposition/résorption de tissu. Ce processus lui permet de s'adapter aux contraintes mécaniques subies. La dent, elle, ne s'adapte pas aux contraintes qu'elle subit mais néanmoins est un organe qui perdure de manière extraordinaire (Fleck et al., 2020). Il convient de noter que même si elle ne s'adapte pas aux contraintes mécaniques subies, la dent évolue dans le temps (voir I.1.6).

Os/tissu osseux et dent/dentine, quels outils communs ?

En partant de l'échelle la plus fine abordée ici (appelée échelle « nano » ou nanoscopique) c'est-à-dire celle de l'imbrication fibrilles de collagène / cristaux d'hydroxyapatite, les outils d'investigation des tissus osseux et de la dentine peuvent être sensiblement les mêmes. Je présenterai des études à cette échelle au MEB-FIB et au MET dans le Chapitre II.

A l'échelle supérieure, les microstructures et leurs tailles diffèrent. L'organisation sous forme d'ostéons d'environ 500µm possédant des lamelles concentriques aux organisations fibrillaires distinctes est tout à fait différente de l'organisation sous la forme de tubules micrométriques de la dentine. Néanmoins, on peut mettre en regard le réseau poreux secondaire des tissus osseux constitué de lacunes ostéocytaires et de canalicules de quelques centaines de nanomètres avec le réseau poreux de la dentine. Le complexe lacuno-canaliculaire de l'os est souvent observé au nano-tomographe par Rayons X (Hesse et al., 2015) ou au CLSM (Genthial, 2016; Repp et al., 2017). Le CLSM sera utilisé de manière inédite dans mes travaux sur le réseau poreux dentine présenté au Chapitre II (partie II.1.3).

Pour observer les microstructures en 2D et 3D le MEB et le MEB-FIB sont tout à fait adéquat pour observer la dentine tout comme le tissu osseux. L'utilisation de ces techniques sur la dentine sera présentée au Chapitre II (partie II.1.2).

Pour ce qui est de la caractérisation mécanique macroscopique du tissu, bien que la préparation des échantillons de dentine soit délicate du fait du faible volume de dentine disponible dans une dent, il est possible de mener des essais mécaniques classiques sur des échantillons de dentine. Néanmoins contrairement à l'os, les microstructures de la dentine ont une orientation plus complexe (en éventail) ce qui rend l'interprétation de tels essais difficiles. J'aborde ces questions au Chapitre II partie XXX.

Pour sonder localement la rigidité de l'os, la nano-indentation est couramment utilisé (et les résultats sont corrélés avec le niveau de gris des images MEB en mode BSE (Bloebaum et al., 1997)). Cette technique également largement utilisée sur la dentine sera utilisée au Chapitre II (partie II.1.2.1)

En termes de modélisation numérique de la mécanique du tissu, nombre de modèles sont proposés pour modéliser le comportement mécanique de l'os. Les évolutions actuelles de ces modèles se situent essentiellement sur le plan de l'adaptation aux contraintes subies (Carriero et al., 2018; Kameo et al., 2018) et à la prise en compte des observations aux petites échelles (Lin et al., 2017; Loundagin et al., 2020; Maghsoudi-Ganjeh et al., 2019). C'est le deuxième aspect qui fait sens quand il est question du tissu dentinaire, celui-ci ne se renouvelant pas.

Un autre aspect qu'il me paraît intéressant de mentionner concernant la mécanique de la dentine en lien avec les études sur l'os est la mise en place d'essais in-situ avec obtention du champ de déformation 3D des éprouvettes (Gustafsson et al., 2018). Cela n'a pas encore été réalisé dans mes travaux mais c'est une piste extrêmement attractive.

L'os est aussi étudié dans le contexte clinique de la pose de prothèses. L'interface os implant entre alors en jeu (Gao et al., 2019) et son pendant dans le cadre de mes travaux est l'interface dent/prothèse. Une des perspectives de mes travaux est une meilleure compréhension de cette interface qui joue un rôle crucial dans la tenue mécanique de l'APD. La mécanique de l'APD est abordée au Chapitre III. De plus, s'il est question de l'organe sain ou restauré/réparé, l'acquisition par micro-tomographie de la géométrie de l'organe qu'il soit osseux ou dentaire est parfaitement adaptée. Cette technique sera donc largement utilisée au Chapitre III.

Bien sûr toutes les expériences sur des tissus biologiques durs tels que l'os nécessitent une précaution particulière quant à la conservation et la préparation des échantillons. Il en est de même pour la dentine.

Bilan

Mes travaux s'insèrent donc dans le contexte clinique de la dentisterie restauratrice. La dentine étant le support majoritaire des restaurations et un tissu sujets à des pathologies, le premier volet de mes travaux se focalise sur son étude morphologique et mécanique (Chapitre II). L'altération par des pathologies et ses conséquences font partie des perspectives de mon travail. Ces travaux peuvent être mis en regard des travaux sur le tissu osseux. Les avancées de caractérisation et de compréhension de ces deux tissus s'enrichissent mutuellement. La dent restaurée par des prothèses collées ou scellées constitue un assemblage complexe qui connaît des échecs liés à sa tenue mécanique. C'est le point de départ du deuxième volet de mes travaux (Chapitre III). Avant d'aborder ces deux volets, je propose une brève revue de la littérature sur ces deux aspects (Chapitre I).

Chapitre I : La dent restaurée, un composite multi-couches complexe

Albert Einstein

“Inventer c'est penser à côté”

| | |
|---|----|
| <i>Chapitre I : La dent restaurée, un composite multi-couches complexe</i> | 52 |
| I.1. Structures, microstructures et nanostructures de la dent..... | 55 |
| I.1.1. La dent | 55 |
| I.1.2. Les dentines et leur microstructure..... | 55 |
| I.1.3. Nanostructures de la dentine | 58 |
| I.1.4. Focus sur la jonction amélo-dentinaire (JAD) | 61 |
| I.1.5. Odontogenèse et dentinogenèse pour comprendre la minéralisation du tissu | 62 |
| I.1.6. L'évolution de la dentine | 63 |
| I.2. Morphologie de l'organe dentaire restauré | 64 |
| I.2.1. Un empilement de couches | 64 |
| I.2.2. Des interfaces et interphases complexes | 66 |
| I.3. Mécanique des tissus et de la dent restaurée..... | 68 |
| I.3.1. Les dentines, quelle caractérisation mécanique jusqu'ici ?..... | 68 |
| I.3.2. Mécanique de la dent restaurée..... | 71 |

Dans l'introduction de ce document, j'ai présenté le cadre global de mes travaux à savoir la dentisterie restauratrice et la recherche sur les tissus biologiques durs. Dans ce chapitre, je vais présenter le cadre plus restreint de mes travaux et faire un bref état de l'art des connaissances sur les aspects spécifiques que j'aborde dans mes travaux, à savoir la morphologie multi-échelle du tissu dentinaire (I.1), son comportement mécanique (I.3.1), la morphologie de la dent restaurée (I.2) et son comportement mécanique (I.3.2).

I.1. Structures, microstructures et nanostructures de la dent

I.1.1. La dent

La Figure 15 illustre la dent et ses tissus. L'ancrage de la dent dans l'os de la mâchoire est assuré via le ligament parodontal. La partie coronaire de la dent (la couronne) se situe au-dessus de la gencive, la dentine y est recouverte d'émail. La partie radiculaire de la dent (la racine) se situe en dessous de la gencive, la dentine y est recouverte de cément, un tissu conjonctif (reliant la dent au ligament parodontal). La dent est constituée de deux tissus durs, l'émail et la dentine, qui protègent la cavité pulpaire et permettent à la dent d'assurer ses fonctions. La cavité pulpaire située au centre de la dent abrite la pulpe, un tissu conjonctif lâche contenant des cellules dispersées dans une matrice extracellulaire. Les cellules présentes sont des odontoblastes qui sont situés à la périphérie de la cavité pulpaire à l'interface avec la prédentine (Figure 15), des fibroblastes (cellules nutritives) situés au centre de la pulpe, des fibres nerveuses (cellules sensorielles), des cellules liées à la vascularisation, des cellules de défense du tissu et enfin des cellules mésenchymateuses indifférenciées.

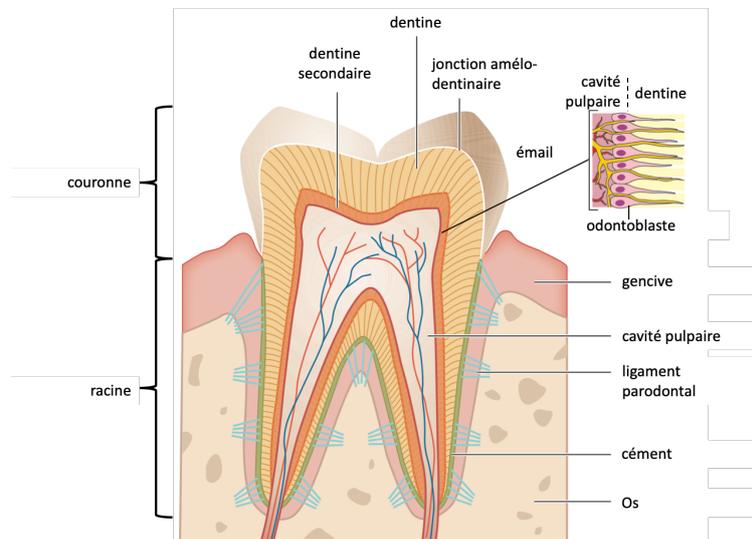


Figure 15 : la dent (d'après (Lawn et al., 2010))

Les principaux axes pour repérer les faces d'une dent sont illustrés Figure 16.

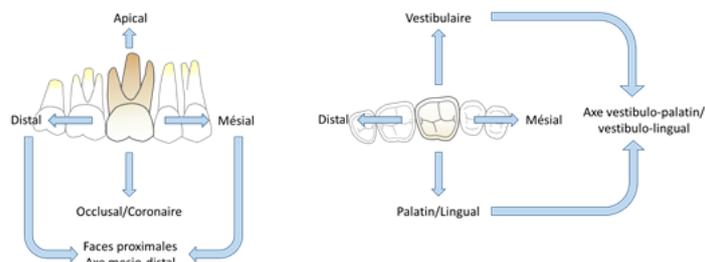


Figure 16 : Se repérer dans la denture (illustration de Lucien Dupagne)

I.1.2. Les dentines et leur microstructure

J'ai choisi ici de parler de « dentines » au pluriel (tout comme Piette&Goldberg (Piette and Goldberg, 2001)) car cette appellation permet de pointer du doigt la multiplicité des formes que peut prendre la dentine (Figure 17).

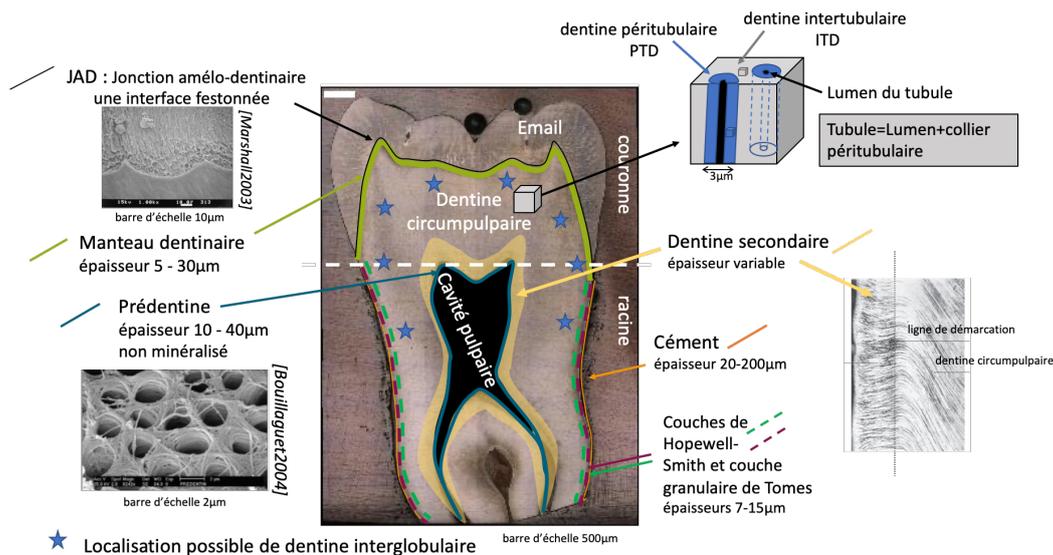


Figure 17 : Le tissu dentinaire (les « dentines ») et ses interfaces

Le tissu dentinaire est le tissu minéralisé majoritaire (en volume) de la dent. Généralement, ce tissu, situé entre l'émail et la cavité pulpaire est présenté comme un milieu poreux constitué de tubules et de dentine intertubulaire.

Les tubules (appelés aussi canalicules ou tubuli) sont des pores tronconiques (lumières tubulaires) renforcés d'un collier hautement minéralisé (ces colliers constituent la dentine péritubulaire, PTD). Comme le notent Marshall *et al.* (Marshall *et al.*, 1997), un terme plus adapté serait « intratubulaire » à la place de « péritubulaire ». Les tubules sont noyés dans la dentine intertubulaire, ITD. Les lumières tubulaires parcourent l'ensemble de la dentine de l'émail à la cavité pulpaire et leurs lumières ont un diamètre croissant (environ 0,8µm près de l'émail à environ 2,5µm près de la pulpe, (Marshall Jr., 1993) ainsi que leur collier (environ 1µm près de l'émail à environ 3µm près de la pulpe). La densité tubulaire augmente en allant vers la pulpe est comprise entre 10 000 et 70 000 tubules par mm². La résume les principales caractéristiques géométriques de la microstructure dentinaire reportées dans la littérature pour la partie coronaire de la dent. Le MEB est un outil particulièrement adapté pour l'observation de ces entités microstructurales en 2D. Les caractéristiques des différentes entités évaluées dans la littérature sont reportées Table 2.

| | Près de l'émail | Près de la pulpe |
|--|-----------------|------------------|
| Densité tubulaire (tubule/mm²) | 7 500-24 500 | 43 000-65 000 |
| Diamètre des lumières (µm) | ~0,8 | ~2,5 |
| Épaisseur du collier péritubulaire (µm) | 0,45 | 1,2 |
| Taux surfacique de lumière (%) | 1 | 22 |
| Taux surfacique de collier (%) | 3 | 12 |
| Taux surfacique de dentine intertubulaire (%) | 96 | >60 |

Table 2 : Quelques caractéristiques microstructurales de la dentine en fonction de la localisation (d'après (Marshall *et al.*, 1997) et (Chu *et al.*, 2010))

Cette description correspond à **une description simplifiée**, utile en première approche, mais qui ne rend pas compte de la grande complexité du tissu. Chu *et al.* (Chu et al., 2010) pointent du doigt que ces mesures sont essentiellement faites sur de la dentine coronaire et ils complètent la connaissance par des mesures dans la dentine radicaire.

Aux interfaces, la dentine prend des formes différentes (bien qu'en continuité avec la dentine circumpulpaire, Figure 17) que sont la dentine secondaire (à l'interface avec la prédentine), le manteau dentinaire (à l'interface avec l'émail), les couches de Hopewell-Smith et granulaire de Tomes (à l'interface avec le ciment). La **dentine secondaire** est située à la l'interface avec la **prédentine** (qui correspond à une dentine non minéralisée en contact avec la cavité pulpaire et les cellules dentaires que sont les odontoblastes). La dentine secondaire se forme tout au long de la vie, impliquant une diminution de volume de la cavité pulpaire. L'interface avec l'émail (appelée jonction amélo-dentinaire ou JAD) est très complexe et la dentine adjacente à cette interface est le manteau dentinaire (mes travaux sur cette dentine sont présentés au II.1.3). A cette interface, des branches majeures (Mjör and Nordahl, 1996) fusionnent pour former les tubules via des jonctions en Y (ou en delta) et la minéralisation est plus faible. La **couche de Hopewell-Smith** se situe à l'interface avec le ciment, elle est atubulaire et mesure une dizaine de micromètres (Piette and Goldberg, 2001). La **couche granulaire de Tomes** est adjacente à la couche de Hopewell Smith, elle contient de fins tubules et mesure une dizaine de micromètres (Piette and Goldberg, 2001).

Les tubules ont une géométrie complexe dont la modélisation reste à faire. Ils possèdent une courbure primaire et une courbure secondaire et sont reliés entre eux par des **branches latérales LB** (fines branches et microbranches classifiées par (Mjör and Nordahl, 1996) en fonction de leur taille, angle et localisation). Ils se séparent en branches majeures à la JAD. Seuls Jud et al. (Jud et al., 2016) proposent une description de leur orientation globale à l'échelle de la dent. Kinney et al. (J. H. Kinney et al., 2001) s'intéressent à l'organisation locale des tubules et concluent que leur distribution dans des plans perpendiculaires à leurs axes principaux ne semble ni aléatoire ni sous forme de « clusters » et que leur distribution est fortement organisée.

Concernant les LB, elles ont été peu étudiées depuis (Mjör and Nordahl, 1996) et (Kagayama et al. 1999) (étude au microscope optique en transmission et au microscope confocal) et la présence d'un **collier minéral (LBC)** autour de celles-ci est brièvement évoqué par Zanette et al. (Zanette et al., 2015) et Nanci et TenCate (Nanci and TenCate, 2018). La quantification de la porosité induite, des diamètres de leurs lumières et de leur collier reste à faire. Aucune visualisation ni analyse tridimensionnelle n'est proposée dans la littérature à ma connaissance.

Des **défauts de minéralisation** peuvent apparaître au sein de la dentine et la dentine est alors appelée **dentine interglobulaire**. Cette dénomination est liée au fait que ces défauts résultent de calcosphérites (globules de minéralisation) non fusionnées donnant lieu à des zones non minéralisées Figure 18. Des localisations possibles d'une telle dentine sont indiquées Figure 17 (localisations d'après (Jayawardena et al., 2009)).

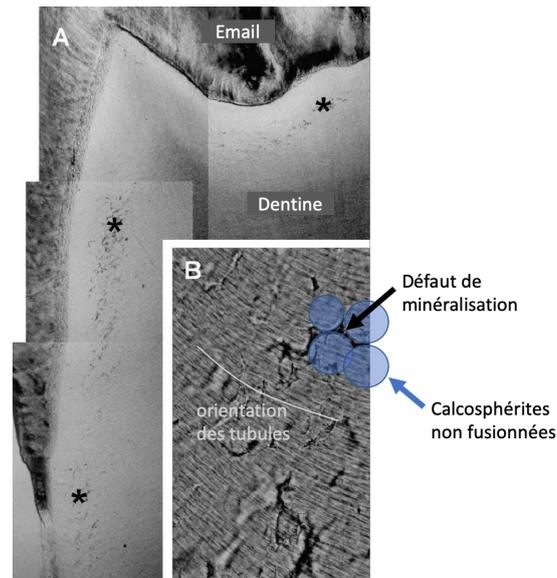


Figure 18 : Denture interglobulaire (d'après (Jayawardena et al., 2009)). A : localisation (indiquée par les étoiles). B : allure des défauts dans le réseau tubulaire. Images en microscopie optique.

Une étude sur les dents de dinosaure a montré notamment, qu'en fonction des espèces, une zone poreuse interglobulaire (IGS) était présente ou non entre la JAD et le manteau dentinaire (Wang et al., 2015). Cela souligne l'intérêt d'étudier la denture interglobulaire présente dans la denture humaine car bien que son rôle (notamment mécanique) soit très peu discuté, il semble que son pendant chez les dinosaures joue un rôle important.

1.1.3. Nanostructures de la denture

La denture est composée, en volume, d'environ 50% de minéral (sous forme de cristaux d'hydroxyapatite noté **HAP**), 30% de matière organique (essentiellement du **collagène de type I**) et 20% de fluides (Marshall et al., 1997) qui se répartissent dans les trois entités structurales décrites précédemment à savoir les lumières tubulaires, les colliers péri-tubulaires et la denture intertubulaire.

Les **lumières tubulaires** sont remplies de fluides et hébergent les prolongements odontoblastiques.

La **denture intertubulaire** (ITD) est un tissu composite composée de fibrilles² de collagène/cristaux d'HAP. Les cristaux sont intrafibrillaires et interfibrillaires. Un taux de cristaux interfibrillaire de 70-75% est évoqué pour l'os (Pidaparti et al., 1996). Les fibrilles sont disposées de manière quasi-isotrope près de la pulpe et dans des plans perpendiculaires à l'axe des tubules en denture circumpulpaire (J. Kinney et al., 2001). Dans (J. Kinney et al., 2001), il n'est pas évoqué le fait qu'il peut être parfois difficile de définir cette axe (du fait de la double courbure des tubules). Une représentation de l'organisation dans la denture circumpulpaire à cette échelle en se basant sur les données de la littérature est proposée Figure 19.

² Dans la littérature, pour se référer aux fibrilles de collagène de la denture, il est aussi trouvé le terme fibres de collagène. Ce sont des fibrilles (ou fibres) de 50 à 100nm de diamètre auxquelles il est fait référence.

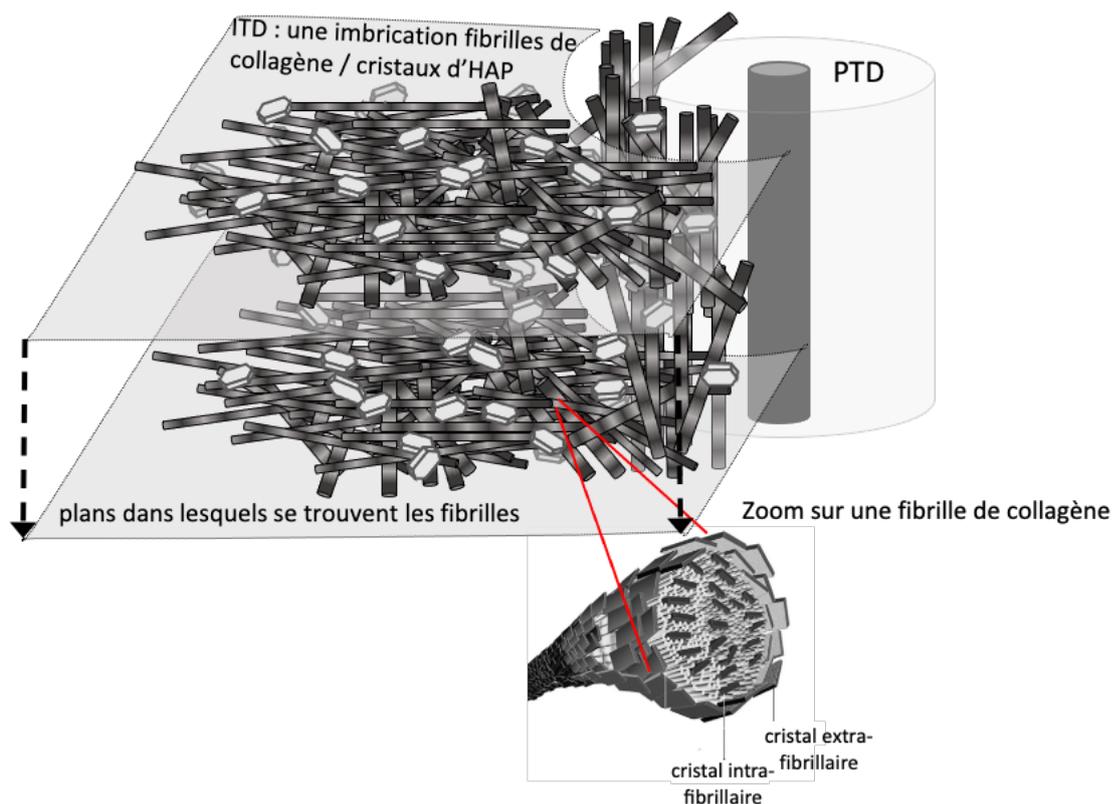


Figure 19 : Vue schématique de l'organisation des fibrilles autour d'un tubule

La **dentine péri-tubulaire** est située en périphérie des lumières tubulaires (une lumière tubulaire et son collier péri-tubulaire constituent un tubule appelé aussi canalicule). Elle est principalement constituée de cristaux d'hydroxyapatite dont les dimensions ont été mesurées par Schroeder & Frank (Schroeder and Frank, 1985) à l'aide de la microscopie électronique à transmission (MET). La taille des cristallites³ est d'environ $36 \times 26 \times 10 \text{ nm}^3$, les cristallites de la PTD ont donc un volume individuel plus important que celles de l'ITD car elles ne sont pas contraintes par un réseau de fibrilles de collagène lors de leur croissance contrairement aux cristallites de l'ITD (voir section suivante sur la dentinogenèse). Bertassoni et al. (Bertassoni et al., 2010) ont étudié la partie organique de la PTD. Leurs conclusions sont que

- La PTD ne possède pas de fibrilles de collagène
- La PTD possède un échafaudage organique sur lequel reposent les cristaux d'HAP
- La matrice organique de la PTD est composée de glycosaminoglycane et qu'il existe une zone appelée « lamina limitans » à l'interface ITD/PTD composée de protéoglycane

Il est intéressant de faire le lien la nacre (brièvement évoquée dans la partie introduction de mes travaux) et la dentine péri-tubulaire car ces deux matériaux contiennent un faible volume organique néanmoins il a été montré que la partie organique de la nacre jouait un rôle crucial dans son exceptionnelle ténacité (Smith et al., 1999; Song et al., 2003; Sun and Bhushan, 2012).

L'interface ITD/PTD (ou « PIJ » pour PTD-ITD Junction) est assez peu discutée dans la littérature. Néanmoins, quand elle est observée ou caractérisée, il est clair que sa morphologie est complexe

³ Un ou une cristallite correspond à un ensemble de monocristaux.

(Weiner et al. 1999). Son épaisseur a été estimée à 0,5-1µm par Balooch et al. (Balooch et al., 2004) à l'aide d'un microscope à force atomique (AFM). Xu & Wang (Xu and Wang, 2012) ont observé que des fibres de collagène traversaient la PIJ (à l'instar des fibrilles de Von Korff à la JAD évoquée ci-après en I.1.4).

Il n'est pas évoqué dans la littérature la composition du collier minéralisé des branches latérales constituant le réseau poreux secondaire de la dentine, je caractériserai ce collier et son impact sur la mécanique du tissu au Chapitre II.

La composition chimique de ces **cristaux** est donnée par Driessens *et al.* (Driessens et al., 2010). Les cristaux (Figure 20) varient en taille, en forme et en fraction volumique selon la localisation et du type de dentine (PTD ou ITD). Près de l'émail, ceux-ci sont sous forme de plaques selon Kinney *et al.* (J. Kinney et al., 2001) alors que près de la pulpe, ils ont une forme plus allongée dite en aiguille avec une épaisseur constante de 5nm (T), une largeur d'environ 20nm (W) et une longueur 100nm (L) (étude en diffusion des rayons X aux petits angles). Cette distinction des formes allongées (aiguilles) ou plus plates (plaques) n'est pas faite dans les études récentes. Néanmoins, une différence d'épaisseur T qui varie entre environ 2nm près de la pulpe et 3,5nm près de la JAD (Märten et al., 2010; Tesch et al., 2001) semble faire consensus. Ces données sont, à ma connaissance, des valeurs moyennes sur l'ITD et la PTD (contrairement aux données issues du MET pour la PTD présentées précédemment).

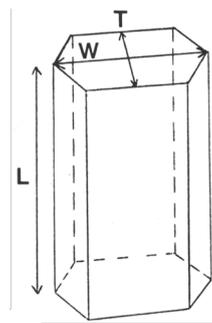


Figure 20 : Représentation schématique d'une cristallite d'HAP (prisme à base hexagonale).

Les **fibrilles de collagène** sont des assemblages de molécules de tropocollagène liées par des liaisons covalentes, dont l'agencement lui confère une périodicité de 67nm (Figure 21). Leur diamètre est d'environ 100nm. Ces caractéristiques peuvent être mesurées grâce à des observations au MET (Jantou-Morris et al., 2010) et à l'AFM (Habelitz et al., 2002) par exemple.

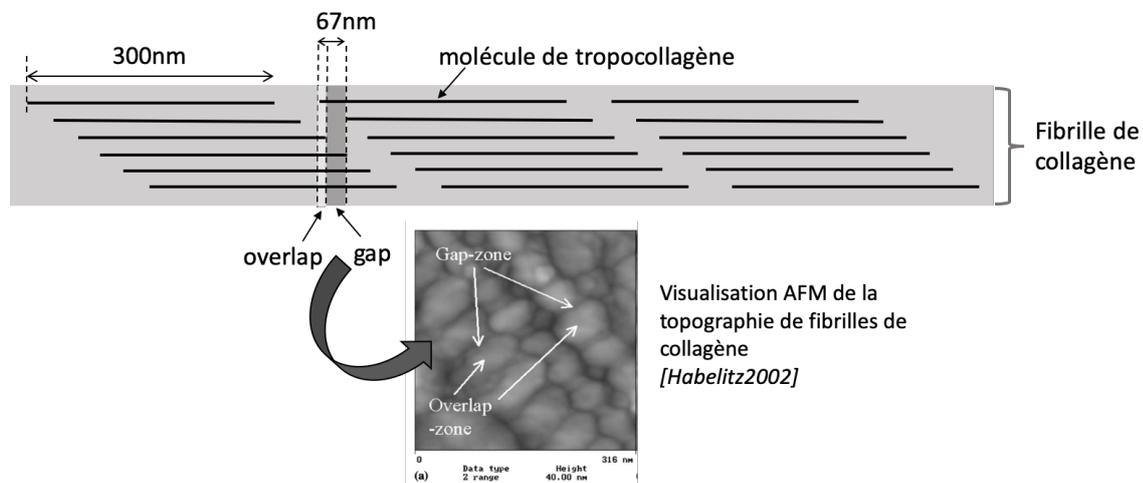


Figure 21 : Schéma d'une fibrille de collagène et observation AFM (Habelitz et al., 2002) des bandes caractéristiques liées à l'organisation des molécules de tropocollagène.

Les **études au MET** de l'ITD, composite fait de fibrilles de collagène et de cristaux d'HAP, se limitent souvent à des zones très limitées en taille avec une attention portée sur les cristaux d'HAP dont la variation géométrique à travers les dentines est étudiée par (Xue et al., 2013). Il ne semble pas y avoir de protocole particulier utilisé pour maîtriser l'orientation de la lame par rapport aux tubules dans ces études. C'est une piste d'étude que je développerai au Chapitre II (partie II.1.4).

1.1.4. Focus sur la jonction amélo-dentinaire (JAD)

La JAD est une zone très importante dans la dent car c'est l'interface entre deux tissus très différents : l'émail et la dentine, tant en termes de microstructure qu'en termes de mécanique.

Cette jonction épouse la forme de l'interface générale de l'émail et la dentine dans la dent et possède plus localement une forme festonnée (Figure 22). Ces festons ont une forme qui évolue en fonction de la localisation et il est fait état de festons plus marqués dans les zones les plus sollicitées mécaniquement (Nanci and TenCate, 2018).

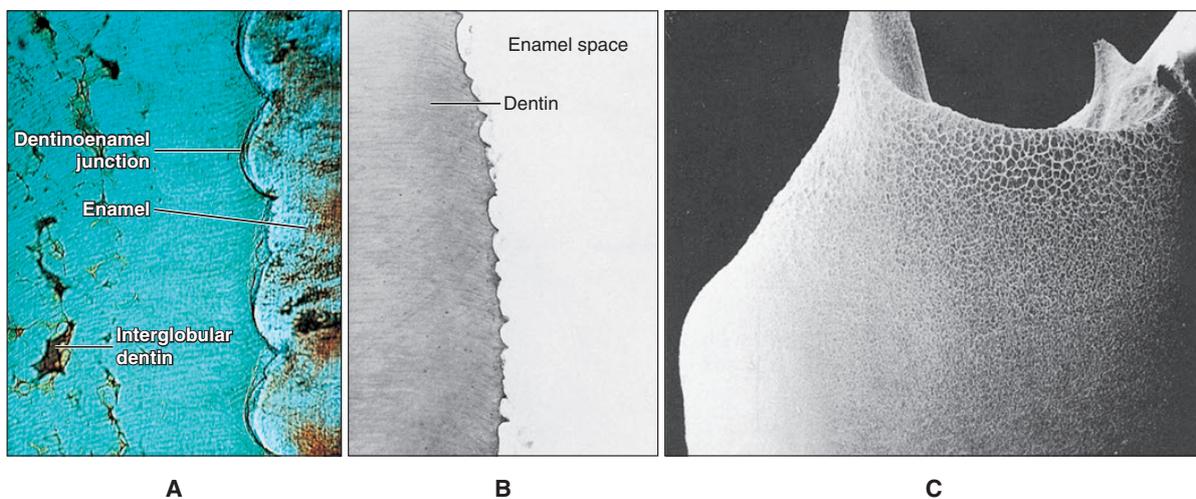


Figure 22 : L'interface émail-dentine (jonction amélo-dentinaire, JAD). A : coupe vue au microscope optique. B : coupe de la JAD ou l'émail a été éliminé vue au microscope optique. C : La JAD en volume vue au MEB (la taille des festons varie en fonction de la localisation)

Dans la dentine, dans ce qui souvent appelé le manteau dentinaire (une zone de 5 à 30 μ m en partant de la JAD vers la cavité pulpaire), les tubules se divisent en branches majeures et forment des jonctions dites en Y (Figure 23). Dans cette zone particulière, des fibrilles de collagènes de type III appelées fibrilles de Von Korff perpendiculaires à la JAD sont présentes (Figure 24), elles apparaissent aux premiers stades de la dentinogenèse (Nanci and TenCate, 2018). Lin *et al.* (Lin et al., 1993) étudient les fibrilles de collagène de type I de cette jonction au MEB. Ils définissent cette jonction comme étant une interface renforcée avec des fibres, modérément minéralisée.

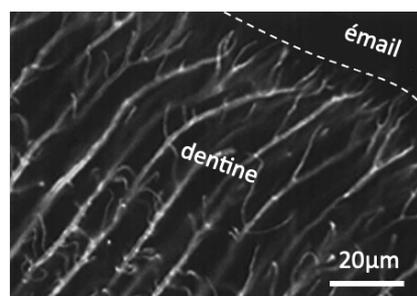


Figure 23 : Les branches majeures formant des jonctions en Y avec les tubules à la JAD (d'après (Kagayama et al., 1999))

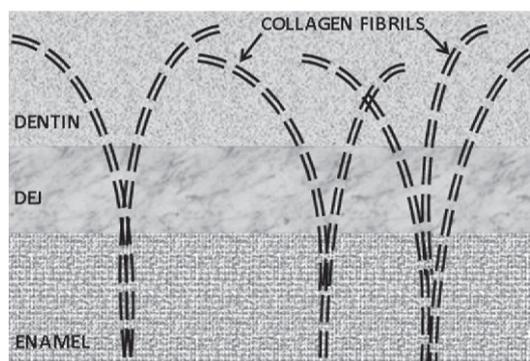


Figure 24 : Représentation des fibrilles de collagènes (appelées fibrilles de Von Korf) situées dans la zone adjacente à la JAD (ou DEJ pour Dentino-Enamel Junction), appelée manteau dentinaire (Tjäderhane et al., 2009). Un schéma similaire est proposé par Lin et al. (Lin et al., 1993) mais les fibres sont identifiées comme des fibrilles de collagène de type I.

La zone près de la JAD sera particulièrement étudiée dans mes travaux (voir Chapitre II partie II.1.3).

1.1.5. Odontogenèse et dentinogenèse pour comprendre la minéralisation du tissu

Pour mieux comprendre la microstructure dentinaire, il est intéressant de connaître le déroulement de la formation de la dentine, la dentinogenèse. Le processus d'odontogenèse commence dans l'embryon. Plusieurs stades se succèdent (lampe, bourgeon, capuchon et cloche dentaires puis différenciation terminale des odontoblastes et améloblastes) puis la dentinogénèse et l'amélogénèse débutent donnant lieu à la croissance centrifuge de l'émail et centripète de la dentine à partir d'une surface commune, la membrane basale (Piette and Goldberg, 2001). Les odontoblastes, cellules responsables de la formation de la dentine, déposent la matrice organique et se retirent vers la cavité pulpaire laissant derrière eux leur « tunnels » de passage : les lumières tubulaires dans lesquels resteront leurs prolongements (Figure 15).

Ce sont d'abord les fibrilles de collagène de diamètre 50-100nm qui sont sécrétées par les odontoblastes puis se minéralisent. Le processus de minéralisation est encore beaucoup discuté. D'après Bertassoni (Bertassoni, 2017), le minéral s'accumule d'abord dans les mitochondries (à l'intérieur des cellules odontoblastiques) puis transite dans l'espace extracellulaire où il accumule du calcium et reste sous la forme de phosphate de calcium amorphe avant sa transformation en cristallites dans le réseau de fibrilles de collagène. C'est donc sous la forme de phosphate de calcium amorphe que le minéral s'insère entre les molécules de tropocollagène donnant lieu à l'apparition de cristaux intrafibrillaires stables suite à sa transformation (Bertassoni, 2017). La nucléation des cristallites commence dans les zones de « gap » des fibrilles de collagène (Figure 25). Les cristallites d'HAP intrafibrillaires (forme, orientation) sont donc largement influencées par l'organisation du réseau de fibrilles de collagène alors que les cristallites extrafibrillaires sont moins contraintes.

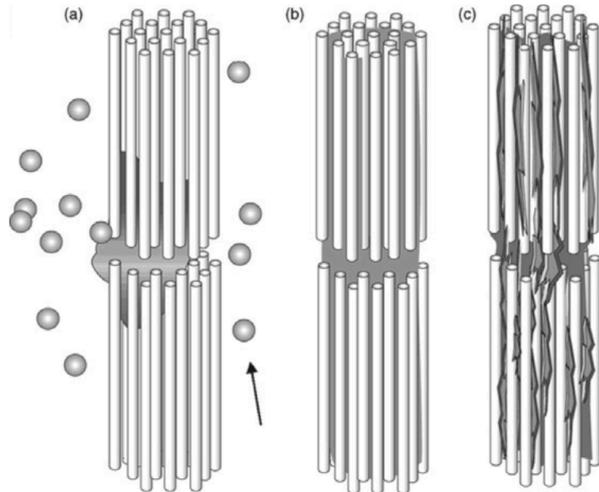


Figure 25 : Minéralisation d'une fibrille d'après (Nudelman et al., 2013)(a) phosphate de calcium amorphe sous forme de gouttes (b) imprégnation de la fibrille (c) transformation en cristaux d'HAP

1.1.6. L'évolution de la dentine

La dentine ne se remodèle pas (contrairement au tissu osseux, voir la partie introduction de mon travail) mais il existe une **évolution du tissu avec l'âge**. En effet, de la dentine péri-tubulaire est apposée tout au long de la vie dans les tubules, le diamètre des lumières tubulaires est donc décroissant avec l'âge. Montoya et al. (Montoya et al., 2015) ont démontré que le taux d'obturation des tubules augmentait avec l'âge. Une telle obturation des tubules implique des changements de propriétés mécaniques et une baisse de sensibilité dentaire (liée aux écoulements de fluide). De plus, la dentine dite secondaire se crée tout le long de la vie (à un rythme évalué à $4\mu\text{m}/\text{jour}$ dans (Nanci and TenCate, 2018)) cela impliquant une diminution de volume de la cavité pulpaire. L'architecture multi-échelle de la dent saine d'un patient jeune et d'un patient plus âgé est donc différente.

Bilan-orientation de mes travaux sur les micro- et nano-structures dentinaires

Les micro- et nano- structures dentinaires sont complexes et varient en fonction de la localisation (de la JAD à la cavité pulpaire), c'est pour cela qu'il est judicieux de parler de « dentines ».

La quantification des microstructures (notamment du réseau secondaire de canaux de la dentine) et de leurs gradients fait souvent défaut. Dans la littérature, beaucoup d'observations (souvent bidimensionnelles) sont faites mais souvent les paramètres mesurés sont insuffisants pour construire un modèle géométrique de chaque zone. Les travaux présentés au Chapitre II (parties II.1.1, II.1.2 et II.1.3) ont pour but de combler ces manques.

L'organisation des parties minérale et organique de la dentine n'a pas encore révélée tous ces secrets. Comme dans les tissus biologiques dans leur ensemble, c'est l'organisation aux différentes échelles qui confèrent aux tissus les propriétés attendues. L'échelle « nano » est donc d'importance et notamment les zones d'interfaces entre deux organisations (dentine/émail à la JAD, PTD/ITD à la PIJ) semblent avoir un rôle important à jouer dans la mécanique de la dent et du tissu dentinaire. Mes travaux à cette échelle seront abordés au Chapitre II (partie II.1.4).

1.2. Morphologie de l'organe dentaire restauré

La dent est un organe complexe dont les structures, microstructure et nanostructures ont été décrites (avec plus ou moins de détail) dans les sections précédentes. Il a été vu que certaines pathologies ou altérations pouvaient toucher les tissus que sont l'émail et la dentine. Les tissus dentaires ne se régénèrent pas et les tissus affectés sont donc éliminés et remplacés par des biomatériaux de restauration par le praticien dentaire. La dent restaurée, qui résulte de cette opération, peut donc être considérée comme un empilement de couches qui doit être capable d'assurer les mêmes fonctions que l'organe initial.

1.2.1. Un empilement de couches

La dent restaurée grâce à une prothèse collée ou scellée consiste en un empilement de couches de natures et de dimensions très différentes. La Figure 26 illustre cet assemblage prothétique dentaire (APD) dans le cas d'une restauration de type couronne. Le support naturel est majoritairement de la dentine auquel est adjoint la prothèse via un « joint ». La partie externe de la prothèse est appelée l'extrados alors que la partie interne est appelée intrados. L'intrados est en contact avec le joint (dont on discutera la composition dans ce qui suit) via une première interface (interface 1). Il existe une deuxième interface entre la dent et le joint (interface 2).

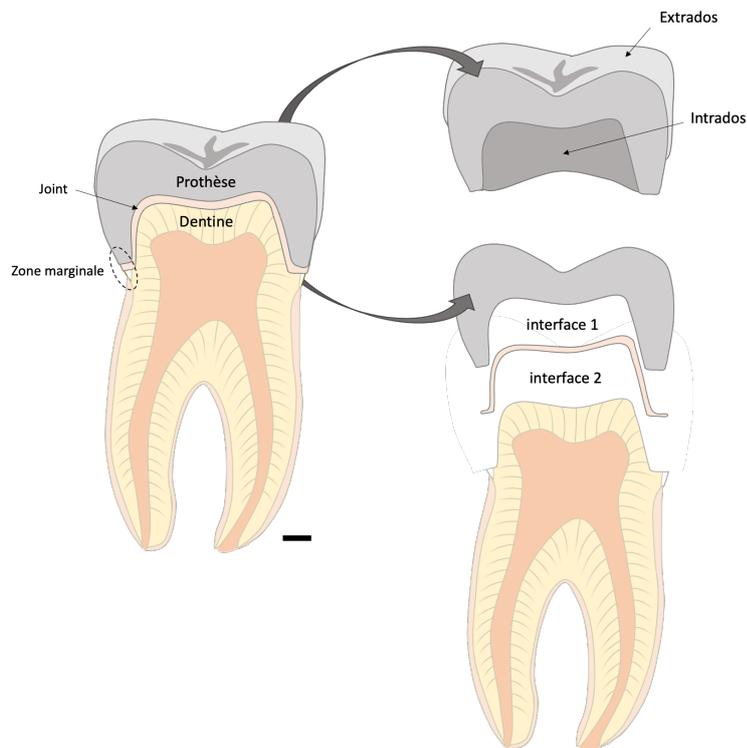


Figure 26 : L'assemblage multicouche de la dent restaurée par une prothèse fixée (ici une couronne). Barre d'échelle : 500 μ m.

1.2.1.1. Les types de prothèses considérées

Les prothèses que je considère dans mes travaux sont les prothèses collées ou scellées. Elles sont illustrées sur la Figure 27. Ne sont pas considérés dans mes travaux, les implants dentaires et les restaurations composites qui se situent aux extrêmes droite et gauche du gradient thérapeutique respectivement (et ne sont pas représentés sur la Figure).

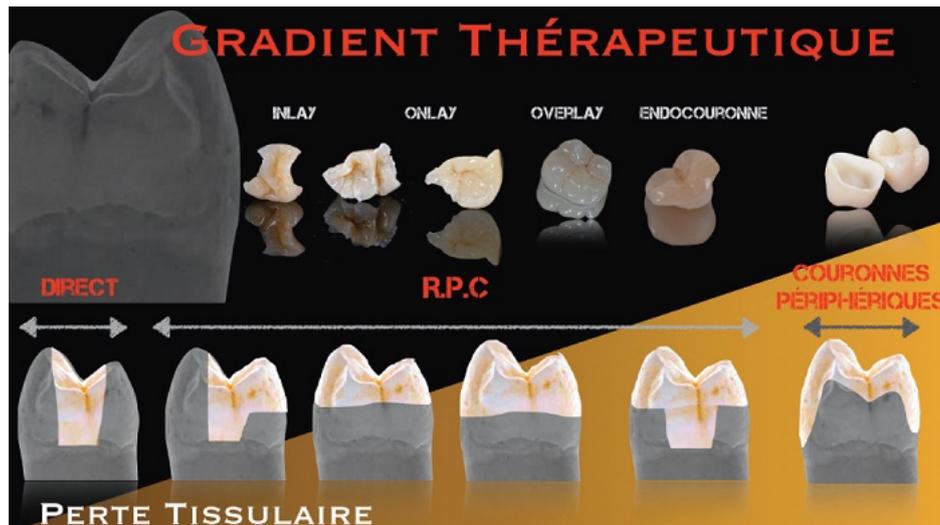


Figure 27 : Les types de prothèses collées ou scellées et notion de gradient thérapeutique. Les prothèses sont classées de gauche à droite en fonction de leur caractère invasif (lié à la perte tissulaire) donc de l'inlay à la couronne (d'après (Bonnafous, 2018))

I.2.1.2. Les matériaux prothétiques

On peut classer les matériaux prothétiques considérés en trois familles : les vitrocéramiques, les céramiques polycristallines et les céramiques hybrides. Je ne prends pas en compte les prothèses multi-couches avec une partie métallique dans mes travaux donc je ne les présenterai pas ici.

Les vitrocéramiques sont des verres et ont donc une structure amorphe. Les verres des céramiques dentaires sont principalement issus d'un groupe de minéraux appelé feldspath (Robert Kelly, 2004). Ils sont renforcés (avec des proportions variant de quelques % à quelques dizaines de %) par des charges qui peuvent être de la leucite, du disilicate de lithium, des oxydes d'aluminium ou de zirconium.

Les céramiques polycristallines sont des céramiques qui possèdent des arrangements cristallins (et sont donc ordonnées à l'échelle atomique). Elles sont composées d'oxyde d'aluminium ou d'oxyde de zircon. Elles ont de moins bonnes propriétés esthétiques (moins translucides) que les vitrocéramiques et sont plus difficiles à mettre en forme.

Les céramiques hybrides sont des céramiques poreuses infiltrées de résine polymère. A l'instar de l'os et de ses bonnes propriétés résultantes de l'organisation multi-échelle et des propriétés de ses deux constituants de base, les cristaux d'HAP et les fibrilles de collagène, les céramiques hybrides tirent parti de la flexibilité de sa partie polymère et de la grande résistance et grande rigidité de sa partie céramique. Par exemple, la céramique hybride Vita Enamic (vitrocéramique poreuse infiltré par un polymère) présente un module d'Young de 23,3GPa et une contrainte maximale en flexion de 148,7MPa (Goujat et al., 2018) et ne crée donc pas de grande discontinuité de propriétés avec la couche de dentine sous-jacente. Ces matériaux présentent une meilleure dureté et un module d'Young légèrement plus élevé qu'un composite (résine polymère) seul.

I.2.1.3. Le joint

Le joint est la partie de l'assemblage entre la prothèse et la dent préparée. Le joint vide est appelé « hiatus ». C'est le joint qui assure l'étanchéité ainsi que la continuité (et la tenue) de l'assemblage.

Ce joint est soit composé d'une colle, c'est alors un joint collé, soit d'un ciment (le plus souvent un ciment verre ionomère, CVI), c'est alors un joint scellé. La particularité du joint collé est la présence d'une couche hybride qui sera discutée dans la partie suivante. Le joint collé est réalisé avec un système dit autoadhésif (« tout en un ») ou bien avec un système constitué d'une résine adhésive associée à un composite.

Dans le cas d'un joint scellé, c'est la forme de préparation et de la prothèse qui assure la rétention de la prothèse car il n'y a pas à proprement parler de collage, le ciment est considéré comme un matériau de comblement. Le CVI a des propriétés mécaniques moindres et est hydrophile donc facile à appliquer mais sujet à la dissolution.

Un hiatus marginal faible favorise la prévention des reprises de carie (en assurant une bonne étanchéité), des irritations gingivales, des éventuelles sensibilités dentinaires, de l'apparition de plaque dentaire, la dissolution du ciment si le joint est scellé (Boitelle, 2015). Le hiatus marginal cliniquement acceptable serait entre 100-120µm néanmoins sa mesure clinique est très délicate et la sonde ne peut mesurer des dimensions de joint marginal en dessous de 80µm (Boitelle, 2015). Le hiatus interne est démontré comme ayant une influence sur la mécanique de l'APD et est donc d'importance lui aussi (Boitelle, 2015). Enfin la norme ISO n°7489 :1986 indique que les propriétés mécaniques des CVI sont optimales pour une épaisseur de CVI n'excédant pas 25µm.

Ainsi les dimensions de la couche de joint est cruciale et sa mesure est abordée au Chapitre III. Son impact sur la mécanique de l'assemblage est discuté au I.3.2 en se basant sur les données de la littérature et des études complémentaires sont menées au Chapitre III.

1.2.2. Des interfaces et interphases complexes

L'APD présente différentes couches et entre elles des interfaces complexes qui assurent son intégrité.

L'interface 1 est l'interface entre le matériau du joint et la prothèse (Figure 26). Pour assurer une bonne liaison entre le matériau du joint et la prothèse, la prothèse subit un traitement de surface (permettant d'augmenter sa rugosité notamment) qui dépend de son matériau constitutif. Ses traitements peuvent être le mordantage ou le sablage de l'intrados de la prothèse, la silanisation (pour activer chimiquement la surface et favoriser les liaisons hydrogènes à l'interface (Myerson and Dogon, 1972))

L'interface 2, entre la dentine et le joint (Figure 26), est en fait une interphase complexe dans le cas d'un joint constitué d'un système adhésif. En effet, le collage sur la dentine se fait via une couche hybride d'une dizaine de microns d'épaisseur. Cette interphase décrite par Nakabayashi (Nakabayashi, 1982) est constituée de dentine déminéralisée (le réseau de fibrille de collagène de la dentine) infiltrée résine adhésive. Cette couche est hybride car c'est un composite avec une partie biologique naturelle, les fibrilles de collagène de la dentine et une partie synthétique, la résine qui a pénétré le réseau poreux formant

- Des brides résineuses dans les tubules élargis par la déminéralisation (T sur la Figure 28)
- Une imbrication fibrilles de collagène/résine adhésive (H_δ sur la Figure 28).

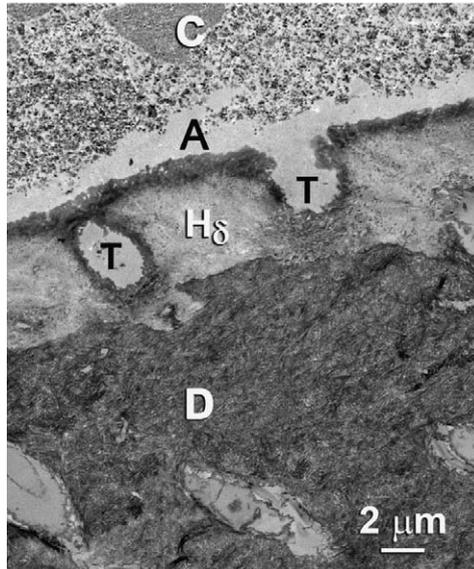


Figure 28 : Image MET de l'interphase dentine (D)/système adhésif (résine adhésive A + composite C) : Bride résineuse (T) et dentine déminéralisée infiltrée (H_δ)(d'après (Pashley et al., 2011))

Bilan-orientation de mes travaux sur la géométrie et les microstructures de l'assemblage prothétique dentaire (APD)

A bien des égards, la géométrie de l'APD est importante. Elle est cruciale pour la pérennité de la restauration comme cela a été vu en Introduction. Néanmoins, le praticien a peu (voir pas) de moyens de contrôle de cette géométrie assemblée.

Dans le but d'améliorer la maîtrise de la géométrie de l'assemblage, j'ai donc mené plusieurs études sur tout ou partie de l'APD. Une attention particulière a été portée au joint (Chapitre II, partie III.1.3). car il est considéré comme crucial par les praticiens Or, peu d'études traitent de la microstructure du joint, je présenterai des premiers travaux révélant des défauts dans cette couche au III.1.4.

Deux angles ont été choisis pour aborder le problème de l'évaluation de la géométrie de l'APD.

J'ai travaillé sur des géométries modèles conçues avec des praticiens, ces géométries se veulent constituer la base d'une chaîne d'évaluation des chaînes de CFAO dentaire (Chapitre II, partie III.1.3).

J'ai aussi travaillé sur des géométries de prothèse réelles afin de sonder les problèmes liés aux géométries plus complexe (Chapitre II, partie III.1.2).

I.3. Mécanique des tissus et de la dent restaurée

I.3.1. Les dentines, quelle caractérisation mécanique jusqu'ici ?

I.3.1.1. Mécanique du tissu

La dentine a beaucoup été caractérisée mécaniquement à l'aide d'essais classiques de type compression, traction et flexion (trois points ou quatre points). Les résultats en termes de module de Young sont présentés Figure 29 (ronds blancs cerclés de noir et points rouges) et varient sur une plage très étendue (moins de 5GPa à plus de 50GPa).

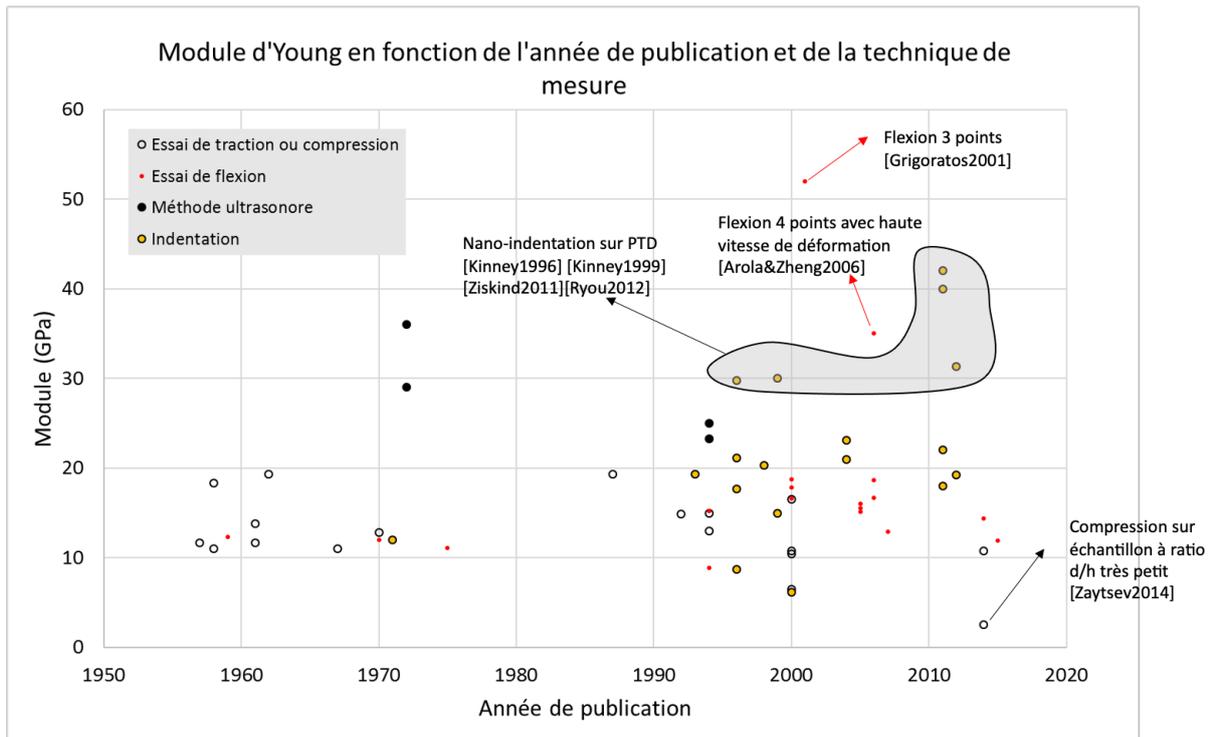


Figure 29 : Mesures du module d'Young de la dentine à travers le temps et en fonction des techniques expérimentales utilisées. Dans la série « Essai de traction ou compression » ont été incluses les valeurs obtenues par traction, compression et essai brésilien. Dans la série « Essai de flexion » ont été incluses les valeurs obtenues par flexion 3 points, flexion 4 points et essai sur poutre console (ou cantilever). Dans la série « Méthode ultrasonore » ont été incluses les valeurs obtenues par spectroscopie ultrasonore. Dans la série « Indentation » ont été incluses les valeurs obtenues par indentation, micro-indentation, nano-indentation et microscopie à force atomique (AFM).

Néanmoins comme évoqué précédemment, il n'existe pas une dentine mais des « dentines ». Bien sûr quand l'échantillon prélevé est millimétrique (c'est le cas pour les essais de traction, compression et flexion de la Figure 29), il englobe plusieurs dentines et la microstructure interne varie énormément tout le long de l'échantillon. Alors qu'avec les techniques plus locales comme l'AFM ou la nano-indentation, c'est les deux types de dentines ITD et PTD qui sont caractérisées.

En termes de contrainte maximale à la rupture (ou résistance mécanique), les résultats varient aussi grandement : entre 30 et 333MPa (Wang, 2016).

Les techniques d'obtention des échantillons (géométrie pas toujours maîtrisée) et de calcul des contraintes et déformations dans l'échantillon semblent avoir un rôle à jouer sur ces écarts. Bien sûr les variations sont aussi liées à la nature biologique du tissu donc à la variabilité inter-personnes, la sensibilité aux conditions de stockage, à la déshydratation et à la vitesse de chargement.

Il s'avère aussi que pour déterminer l'éventuelle anisotropie, aucun consensus n'est trouvé. Les études numériques semblent indiquer un rôle prépondérant de la nano-échelle (voir « Modélisations

proposées, lien avec les caractérisations expérimentales » dans ce qui suit). Les mesures de ténacité montrent que c'est l'orientation des fibrilles de collagène qui permet à la dentine d'être plus tenace dans la direction des tubules (Nanako Iwamoto and Ruse, 2003).

Les différentes « dentines » de la cavité pulpaire à la JAD sont peu caractérisées, les essais étant soit macroscopiques (toutes les « dentines » sont présentes dans l'échantillon) soit très locaux (c'est alors les entités microstructurales PTD et ITD qui sont sondées).

Il existe néanmoins des études sur la JAD dont la microstructure est particulière et les propriétés en résultant permettent une jonction robuste avec l'émail. Les fissures ne semblent pas s'arrêter exactement à l'interface comme cela est mentionné généralement mais dans la dentine au près de la jonction (Imbeni et al., 2005). La connaissance des micro- et nano-structures de la dentine dans cette zone s'est donc cruciale pour une meilleure compréhension de la capacité de cette zone à stopper les fissures. La variation de rigidité de cette zone est difficile à sonder car son épaisseur est faible (elle est évaluée autour du micron, (Nanako Iwamoto and Ruse, 2003)). Bien comprendre cette zone peut avoir un intérêt pour créer des interfaces restauration/dent aussi performante que la JAD. Dans une des perspectives de mes travaux (Chapitre III, partie III.2.4), un premier pas vers des restaurations biomimétiques est fait en proposant des prothèses à gradient de rigidité.

I.3.1.2. Mécanique des entités microstructurales

Les dentines pérítubulaire et intertubulaire ont essentiellement été caractérisées mécaniquement par nano-indentation et AFM. Les mesures de module de l'ITD varient entre 15 et 22GPa alors que celles concernant la PTD varient entre 29 et 48GPa (Balooch et al., 2004; Kinney et al., 1999, 1996; Ryou et al., 2012; Ziskind et al., 2011). Leur anisotropie a été discutée par Ziskind *et al.* (Ziskind et al., 2011): l'ITD semble légèrement anisotrope avec un module de 18GPa perpendiculairement aux tubules et de 22GPa parallèlement aux tubules. Là encore peu d'études s'intéressent à la variation de ces propriétés avec la localisation dans la dentine.

Enfin, la PIJ est auscultée par Balooch *et al.* (Balooch et al., 2004) et Ziskind *et al.* (Ziskind et al., 2011) et par analyse du comportement mécanique local le long de cette interface qui semble varier de manière continue (Ziskind et al., 2011), l'épaisseur de cette zone est estimée à 0,5-0,8 μ m (Balooch et al., 2004).

I.3.1.3. Mécanique des nanostructures

Pour comprendre le comportement mécanique de l'ITD et de la PTD, il est important de connaître les propriétés des constituants à l'échelle nanométrique, à savoir les fibrilles de collagène et les cristaux d'HAP.

Bien sûr, déterminer les propriétés mécaniques de ces constituants est une tâche difficile. Ce paragraphe a pour but de donner des ordres de grandeurs sans rentrer dans les détails des conditions expérimentales d'obtention des différentes propriétés. Concernant les fibrilles de collagène, il est possible de travailler sur des fibrilles extraites d'un tissu ou des fibrilles synthétisées en laboratoire. Dans (Shen et al., 2010) le module d'Young des fibrilles de collagène de type I (ici extraites d'un tendon d'Achille de rat) sollicitées en traction varie entre 0,11 et 1,47GPa alors que Yang et al. (Yang et al., 2008) proposent un essai de flexion sur des fibrilles provenant de concombre des mers et trouvent un module d'Young variant entre 0,07 et 0,17GPa. Des valeurs entre 0,1 et 1 GPa semblent être raisonnables pour des protéines (Figure 30). La contrainte maximale est mesurée entre 50 et 380MPa par Yang et al. (Yang et al., 2008).

La partie minérale de la dentine est fait de cristaux d'hydroxyapatite (de la famille des phosphates de calcium) et ceux-ci sont très résistants et rigides mais permettent peu d'allongement à la rupture. Le

module d'Young des cristaux est estimé aux environs de 135GPa par Fratzl et al. (Fratzl et al., 2004) (et est reporté entre 60 et 180GPa par (Schwarcz et al., 2017)) alors que l'allongement à la rupture n'est que de 0,1% (contre quelques dizaines de pourcent pour les fibrilles de collagène).

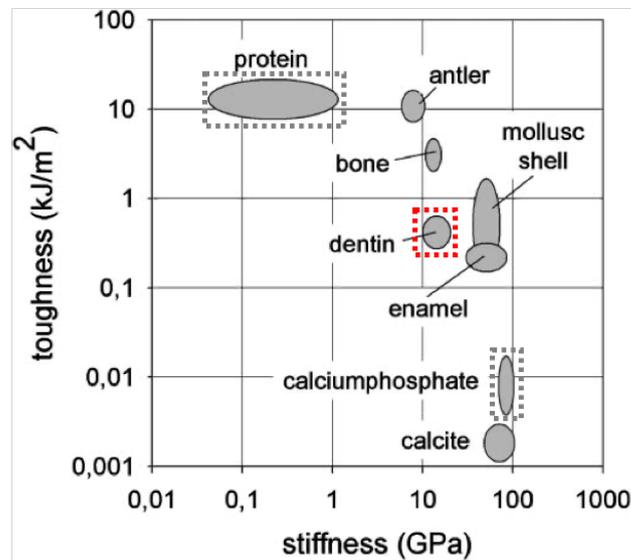


Figure 30 : Diagramme d'Ashby présentant la ténacité en fonction du module d'Young des constituants élémentaires organiques et minéraux et de certains matériaux biologiques. Les protéines et l'apatite permettent de créer des tissus aux propriétés intermédiaires telles que l'os et la dentine (d'après (Fratzl et al., 2004))

I.3.1.4. Modélisations proposées, lien avec les caractérisations expérimentales

La dentine est un tissu complexe. Comme la plupart des matériaux naturels, c'est sa structure composite multi-échelles qui lui confère ses bonnes propriétés. Les différents modèles mécaniques de ce tissu ont pour but de mieux comprendre le rôle des différentes micro- et nano- structures dans le comportement effectif du tissu.

La table suivante (Table 3) suivante illustre les niveaux de hiérarchie structurelle pris en compte dans les différentes études.

| Référence bibliographique | Dentine | ITD |
|--|-------------------|------------------------------|
| | Composite ITD/PTD | Composite fibrilles/cristaux |
| (Kinney et al., 1999),(Qin and Swain, 2004) | oui | non |
| (Bar-On and Daniel Wagner, 2012a), (Yoon, 2013),(Seyedkavoosi and Sevostianov, 2019) | oui | oui |

Table 3 : Prise en compte du caractère composite des constituants de la dentine en fonction des études.

Kinney et al. (Kinney1999), ont proposé un premier modèle micromécanique prenant en compte la dentine intertubulaire, la dentine péri-tubulaire et les lumières tubulaires. Les tubules sont considérés comme des inclusions isotropes dans une matrice, elle aussi isotrope, mais plus flexible. D'après leur étude, ce sont les propriétés mécaniques du tissu intertubulaire qui prédominent dans le comportement mécanique global. Qin et Swain (2004) ont proposé un modèle considérant également la dentine comme un assemblage des mêmes constituants avec différents pourcentages volumiques et

modules locaux. Une conclusion intéressante est que le module dans la direction parallèle aux tubules est toujours plus élevé que le module dans la direction perpendiculaire et les deux diminuent avec la distance à la pulpe.

Bar-On et Wagner (Bar-On and Daniel Wagner, 2012a, 2012b) ont été les premiers à modéliser l'échelle constituée par l'enchevêtrement entre les fibrilles de collagène et les cristaux d'hydroxyapatite pour l'ITD, puis à étudier le tissu constitué de ITD, de PTD et de lumières tubulaires. Ils ont découvert que selon la localisation dans la dentine, il se produit une transition de l'isotropie à l'anisotropie. Mais cette anisotropie est liée à l'arrangement des fibres de collagènes (perpendiculaires aux tubules) avec un module effectif plus important perpendiculairement aux tubules (résultat contraire aux conclusions de Qin et Swain (Qin and Swain, 2004)). Yoon (Yoon, 2013) a également proposé deux échelles géométriques d'homogénéisation : d'abord, l'ITD est considérée comme un mélange de fibrilles de collagène, de cristaux d'hydroxyapatite (qui sont considérés comme en forme de plaque ou d'aiguille) et d'eau, puis la dentine est considérée comme un composite périodique constitué de ITD, de PTD et de vides. Plus récemment, Seyedkavoosi et Sevostianov (Seyedkavoosi and Sevostianov, 2019) ont tenté de prendre en compte l'anisotropie des cristaux d'hydroxyapatite et ont évalué son influence sur les propriétés mécaniques effectives.

Dans les précédentes études numériques ou théoriques du tissu dentinaire, les résultats sont principalement présentés en termes de propriétés effectives.

En termes de microstructure, seule la structure tubulaire est prise en compte en tant que porosité de la dentine (Kinney 1999, Qin et Swain 2004, Bar-On 2012, Yoon 2014, Wang 2017). **Le réseau secondaire de porosité n'est pas pris en compte.** Il n'est, de plus, pas du tout évoqué la présence possible de dentine interglobulaire.

Enfin, peu des études tentent de valider conjointement expérimentalement leur modèle.

Bilan-orientation de mes travaux sur la mécanique du tissu dentinaire

Il existe un besoin de caractériser « les dentines » et donc les gradients de micro- et nano-structures de la dentine comme évoqué au I.1. La mécanique peut être un outil de caractérisation de ces structures comme elle l'a été pour déterminer la taille des interfaces (JAD et PIJ) mais surtout l'impact de ces structures sur la mécanique du tissu est encore mal connu et mes travaux tentent d'apporter des compléments de compréhension (Chapitre II, partie II.2). Les observations et les quantifications réalisées permettront de faire le lien entre ces structures et le comportement mécanique de la dentine de manière expérimentale et numérique, ce qui aujourd'hui fait souvent défaut, les études étant soit purement numériques soit purement expérimentales.

I.3.2. Mécanique de la dent restaurée

La mécanique de la dent restaurée joue un rôle dans un certain nombre d'échecs cliniques des restaurations prothétiques collées ou scellées (présentées en I.2.1). Dans cette partie, je présente brièvement les études cliniques montrant les localisations des ruptures ou décollements des prothèses puis les études expérimentales et numériques menées en laboratoire de recherche pour mieux les comprendre. Enfin j'aborderai comment la mécanique des interfaces est étudiée.

I.3.2.1. Échecs cliniques

Deux types d'échecs cliniques liés à la mécanique de l'assemblage prothétique dentaire sont reportés dans la littérature : le décollement (impliquant une interface de l'APD) ou la rupture prothétique.

Goodacre et al. (Goodacre et al., 2003) reportent des **décollements** très fréquents (touchant plus de 20% des patients des études considérées) dans le cadre d'une synthèse reprenant 48 études cliniques.

Ce type d'échec est également identifié par (Boyer et al., 1993; Hansson and Bergström, 1996; Kassardjian et al., 2016; Simeone and Gracis, 2017; Thayer et al., 1993) mais semble néanmoins baisser de nos jours (sans doute du fait d'une meilleure maîtrise du collage).

La **rupture de la prothèse** peut aussi avoir lieu avec un taux d'occurrence de 6% lors des 5 premières années d'utilisation (Sailer et al., 2015). Les ruptures semblent être plus fréquentes pour des prothèses placées sur des dents postérieures (soit des molaires ou prémolaires) (Kassardjian et al., 2016). Les taux de rupture varient en fonction des matériaux prothétiques employés (Sailer et al., 2015) et les taux d'échec sont plus élevés pour les dents postérieures (molaires et prémolaires) (Kassardjian et al., 2016).

Les ruptures semblent s'initier essentiellement à l'interface prothèse/joint en zone occlusale ou cervicale (Øilo et al., 2014; Thompson et al., 2016) et de rares cas de rupture en zone occlusale sur l'extrados de la prothèse sont reportés par Scherrer *et al.* (Scherrer et al., 2006) (Figure 31).

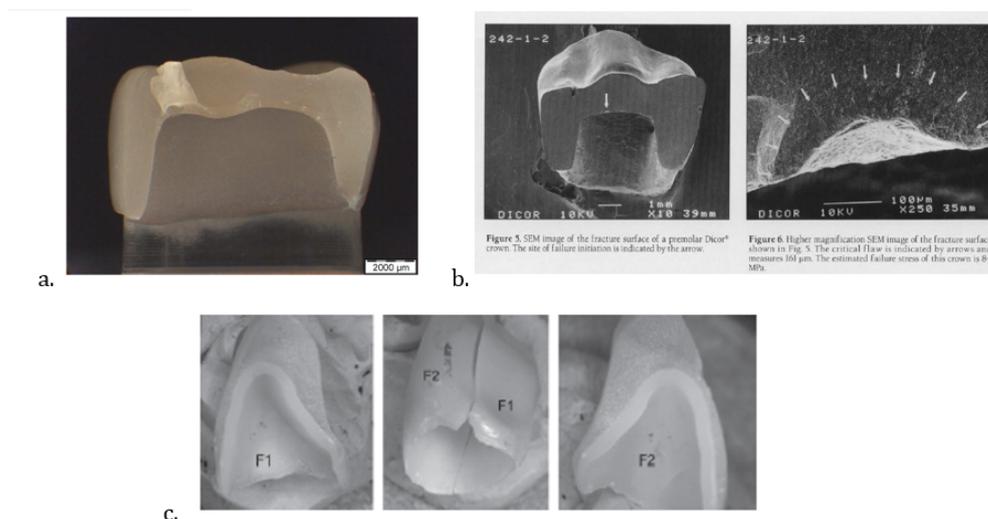


Figure 31 : Illustration des ruptures observées a. *in vitro* en zone occlusale par Hernandez et al. (Hernandez et al., 2008) b. cliniquement en zone occlusale à l'interface joint/prothèse par Thompson et al. (Thompson et al., 1994) c. cliniquement en zone cervicale Øilo et al. (Øilo et al., 2014)

Bien sûr, ici les paramètres géométriques des APD sont variables (études cliniques ou *in vitro* sur des cas patient). Les études *in vitro* sur des géométries simplifiées pour mieux comprendre les phénomènes en jeu sont présentées dans ce qui suit. Ces études permettent la simplification de la géométrie pour mieux mettre en avant l'impact des différents paramètres géométriques et matériaux de l'APD.

1.3.2.2. Mécanique de l'APD, études en laboratoire

Pour comprendre ces échecs cliniques, des études expérimentales et numériques ont été menées sur des géométries d'APD de complexités diverses.

Les études les plus simples sont réalisées sur des **empilements axisymétriques de couches planes** horizontales (correspondant à la dentine, la couche de joint et la prothèse) sollicitées par un effort vertical en face supérieure (Dong and Darvell, 2003; Kim et al., 2003; Tsai et al., 1998). Les études numériques réalisées sur ce type d'assemblage (dont les interfaces sont supposées parfaites) révèlent une sollicitation en traction bi-axiale de la prothèse à l'interface avec le joint (sous le chargement), ce qui est préjudiciable pour la prothèse si elle est réalisée en céramique. C'est d'ailleurs à l'interface joint/prothèse que s'initie la fracture de la prothèse cliniquement. L'étude de Clelland *et al.* (Clelland

et al., 2007) met en avant l'importance des interfaces. En comparant des assemblages contrôle et des assemblages aux interfaces dégradées (à l'aide d'une fine pellicule de graisse), elle montre que les assemblages dégradés sont moins résistants et il semble que le cas le plus préjudiciable soit quand l'interface joint/prothèse est dégradée par rapport au cas où c'est l'interface dent/joint qui est dégradée.

Ces conclusions constituent une première base pour comprendre la mécanique de l'APD. La prothèse, sous le chargement à l'interface avec le joint, est en traction bi-axiale et les interfaces sont cruciales dans la tenue de l'assemblage. Néanmoins, les géométries et les chargements envisagés ne permettent pas d'appréhender l'APD dans toute sa complexité. En effet les géométries simplifiées permettent de bien connaître les champs de contraintes dans les échantillons et donc une interprétation aisée des résultats, néanmoins, la géométrie étant éloignée de la réalité, certains phénomènes pouvant aboutir à des ruptures cliniques ne sont pas prévues.

Des **modèles 2D axisymétriques** semblent être un bon compromis avec une géométrie suffisamment simple pour rendre la compréhension des mécanismes aisée et suffisamment proche de la réalité pour mieux rendre compte de la réalité clinique. Ces types de modèles ont d'abord été utilisés dans le cadre d'études **expérimentales** dont le but a été de comparer la résistance à la rupture des APD avec couronnes réalisées dans différents matériaux prothétiques (Bindl et al., 2006; Pallis et al., 2004; Sobrinho et al., 1998).

Des études expérimentales et numériques sur l'influence des différents paramètres géométriques, interfaciaux et matériaux des APD ont aussi été menées à l'aide de modèles 2D axisymétriques. L'étude expérimentale de Sornsuwan & Swain (Sornsuwan and Swain, 2012) portait essentiellement sur la qualité de l'interface et la meilleure configuration, quel que soit l'angle de convergence (6° ou 12°) ou la largeur d'appui marginal du joint (0,8 ou 1,2mm, Figure 32), est celle du joint collé.

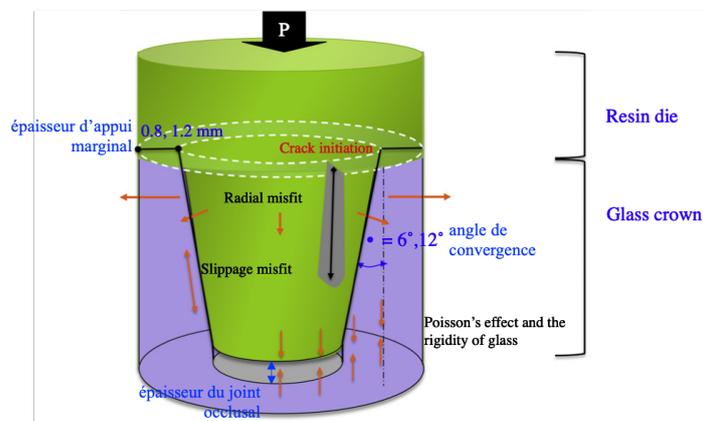


Figure 32 : Modèle 2D axisymétrique de Sornsuwan & Swain (Sornsuwan and Swain, 2012).

Dans cette étude, le matériau mimant la couronne était un verre ce qui a pour avantage la possibilité d'observer les fissures à travers le matériau mais le désavantage d'une initiation de rupture pouvant être différente de celle des matériaux prothétiques réels. Pour aller plus loin, le même groupe a proposé une autre étude expérimentale et numérique (Zhang et al., 2016) et a montré la grande importance de la largeur d'appui marginal (dont l'augmentation est bénéfique) et l'importance de l'angle de convergence (qu'il convient de diminuer au maximum). Dans la configuration étudiée, le module de la couche de joint n'a pas d'influence pour des valeurs de module comprises entre 3 et 10GPa mais en dessous de 3GPa, la résistance de l'APD augmente significativement. May et al. (May et al., 2012) ont étudié le même type de géométrie avec, cette fois, une couronne faite dans un matériau prothétique

dentaire et un intérêt particulier porté à l'épaisseur de joint occlusal dont l'épaisseur est démontrée comme étant un paramètre d'importance, sa diminution est très bénéfique. L'influence de la qualité du joint a aussi été investiguée et les travaux montrent, encore une fois, l'importance du collage. Miura *et al.* (Miura et al., 2018) ont quant à eux réalisé une étude exclusivement numérique sur des APD modèles axisymétriques en se focalisant sur l'impact des congés de la préparation et les écarts de modules d'élasticité entre les matériaux de l'assemblages et des configurations géométriques et matériaux sont mises en avant. L'ensemble des études menées montrent une zone fortement sollicitée dans la prothèse sous le chargement à l'interface avec joint. Les études portant sur la qualité du joint montrent son caractère crucial et préconisent un joint collé. Beaucoup de paramètres géométriques et matériaux semblent avoir un rôle à jouer dans la tenue mécanique de l'APD. Dans toutes ces études, la géométrie finale réelle des APD réalisés n'est pas caractérisée de manière approfondie et peu évoquée. Et bien sûr, la modélisation numérique de la géométrie axisymétrique restreint les possibilités de chargement.

Il existe beaucoup d'étude expérimentales sur l'effet des différents (innombrables !) paramètres de l'APD réel (dont la géométrie est très complexe et varie en fonction du cas patient) sur la mécanique de l'APD. Les études ne sont pas toujours en accord : par exemple, Son *et al.* (Son et al., 2012) et Palacios *et al.* (Palacios et al., 2006) proposent des études sur l'influence du type de ciment et leurs résultats vont dans des sens opposés. En effet, le cas patient considéré et la géométrie de l'assemblage ne sont pas les mêmes ce qui rend difficile la comparaison des résultats. De plus, le contrôle des paramètres géométriques des APD réalisés est souvent discutable. Les couples matériaux joint/prothèse sont aussi très nombreux. Pour simplifier, 3 familles de matériaux prothétiques peuvent être considérés : les vitrocéramiques, les céramiques polycristallines et les céramiques hybrides (voir partie I.2.1.2) et 3 familles de matériaux pour constituer le joint : les colles adhésives, les colles auto-adhésives, les ciments (voir partie I.2.1.3) avec une multitude de produits correspondant à chaque famille.

La simulation numérique peut permettre de tester un grand nombre de configurations plus aisément. Dans les études numériques sur l'APD, les simulations sont réalisées sur des géométries simplifiées comme décrites précédemment ou des cas patient. Il n'existe pas, à ma connaissance, d'étude sur des géométries génériques complexes, c'est-à-dire une géométrie construite par CAO avec les caractéristiques géométriques d'un type de dent réelle. Cela permettrait de s'affranchir de la variabilité inter-patients mais de garder la complexité d'une morphologie dentaire.

Les cas patients me semblent intéressants à traiter s'il s'agit d'améliorer un cas réel en cabinet mais trop complexes et trop spécifiques pour tirer des conclusions générales.

Il est aussi à noter que les chargements sont souvent assez simples et c'est donc une piste à approfondir que de les complexifier tant expérimentalement que numériquement.

I.3.2.3. Mécanique des interfaces

Les interfaces jouent un rôle crucial dans la mécanique de l'APD. En effet des décollements/descelllements ou des initiations de fissure y ont lieu, sources d'échecs cliniques. De nombreux tests mécaniques ont été proposés : flexion, traction, cisaillement sur des éprouvettes de tailles et géométries différentes avec un éventuel cyclage préalable au test (Blatz et al., 2003; Della Bona and van Noort, 1995; Luthra and Kaur, 2016; Øilo et al., 2013) mais aucun de semble faire consensus. Néanmoins, l'influence du vieillissement et de la fatigue cyclique est démontrée, ce seront donc des aspects à aborder pour prendre en compte toute la complexité du fonctionnement l'APD.

Bilan-orientation de mes travaux sur la mécanique de la dent restaurée

La dent restaurée est un assemblage multi-couches complexe. Dans mes travaux, j'ai considéré un assemblage de prothèse collée ou scellée. Leur géométrie est difficile à caractériser en clinique et les études en laboratoire peuvent aider à mieux la connaître ainsi que ses microstructures internes et leur dépendance à différents facteurs cliniques, c'est l'objet de la partie III.1 du Chapitre III. La couche de joint est particulièrement importante car elle assure la continuité de l'assemblage, son étanchéité et le bon positionnement de la prothèse préviennent les complications comme la gingivite ou la rétention de plaque bactérienne. Je m'y suis donc particulièrement intéressée (partie III.1.3 du Chapitre III).

C'est à l'interface joint/prothèse qu'advient la plupart des décollements/descelllements ou rupture prothétique et une meilleure compréhension et modélisation de la mécanique de l'assemblage semble pouvoir prévoir et donc sans doute prévenir ces échecs. Les géométries considérées dans mes travaux sont de deux types : des géométries génériques (avec deux niveaux de complexité) pour mieux comprendre le comportement mécanique de l'assemblage et tirer des recommandations générales pour les praticiens et des géométries « patient specific » afin de montrer qu'il est possible de prendre en compte la mécanique dans la chaîne de CFAO dentaire en pratique (partie III.2.3 du Chapitre III).

Chapitre II : Le tissu dentinaire : comment sa microstructure complexe influence son comportement mécanique ?

« Ne désespérez jamais. Faites infuser davantage. »

Henri Michaux

| | |
|---|-----|
| <i>Chapitre II : Le tissu dentinaire : comment sa microstructure complexe influence son comportement mécanique ?</i> | 76 |
| II.1. Imager et quantifier la microstructure de la dentine (morphologie du tissu dentinaire) .. | 80 |
| II.1.1. La dentine déprotéinisée – étude au porosimètre par intrusion de mercure | 81 |
| II.1.2. La phase minérale et plus généralement la microstructure dentinaire révélées par microscopie électronique à balayage | 86 |
| II.1.3. La multitude de canaux latéraux observés par microscopie confocale par balayage laser (CLSM)..... | 93 |
| II.1.4. L'imbrication des fibres de collagène et des cristaux d'hydroxyapatite mis à jour par microscopie électronique à transmission | 99 |
| II.2. Sonder les propriétés mécaniques de la dentine et leur lien avec la microstructure (mécanique du tissu dentinaire)..... | 104 |
| II.2.1. Quelles éprouvettes et quels essais pour sonder quel type de dentine ? | 104 |
| II.2.2. Les enseignements des essais « macroscopiques » | 105 |
| II.2.3. La nano-indentation pour déterminer les propriétés mécaniques locales de la dentine | 110 |
| II.2.4. Quelle échelle pertinente pour faire un essai révélant le lien microstructure-propriétés ? | 113 |
| II.2.5. Modélisation numérique pour mieux comprendre la mécanique du tissu dentinaire | 114 |
| II.3. Conclusions et perspectives | 119 |

Mes travaux à l'échelle du tissu se sont portés sur la dentine, tissu majoritaire de la dent et support des restaurations « à minima ». Dans le chapitre précédent, nous avons vu que sa microstructure et le lien entre sa microstructure et ses propriétés mécaniques sont encore mal connus bien que cruciaux pour mieux restaurer l'organe dentaire. Le premier objectif que je me suis donc fixé a été d'apporter des pistes de compréhension du lien entre la microstructure multi-échelle de la dentine et ses propriétés mécaniques. Pour comprendre ce lien, il a d'abord fallu mieux connaître la microstructure dentinaire (c'est l'objet de la partie II.1). Nous avons vu au chapitre précédent qu'il existe plusieurs « dentines », donc cette étude est moins triviale qu'il peut y paraître au premier abord et il est important d'étudier des zones dont la localisation dans la dent est connue. De plus, les tailles des entités microstructurales (lumière tubulaire, dentine périctubulaire PTD et dentine intertubulaire ITD) sont de taille de l'ordre du micron (et en dessous) qui nécessitent donc des moyens observations de résolution sub-micronique.

La technique d'imagerie qui vient donc tout de suite à l'esprit (en tout cas au mien !) est la microscopie électronique à balayage (MEB). Cette technique qui fait intervenir l'interaction d'électrons avec la matière permet de s'affranchir des limitations de résolution de la microscopie optique. C'est une technique très utilisée pour imager la dentine, quantifier sa porosité et les taux de PTD et d'ITD. Les quantifications se font généralement sur une surface polie en utilisant les électrons rétrodiffusés qui nous renseignent sur le numéro atomique de la matière rencontrée et donc sa densité. La densité locale de la surface variant fortement en fonction du type de dentine rencontrée (périctubulaire ou intertubulaire), ces images sont faciles à traiter pour en déduire des caractéristiques morphologiques. Le MEB a donc été LA technique d'observation de routine des échantillons dans mes travaux. De plus, dans le cadre de la thèse d'Asef Hemmati, nous sommes en train de mettre en place un protocole de traitement des images pour en déduire les caractéristiques de réseau poreux secondaire encore jamais quantifié (voir partie II.1.2). Néanmoins, ces quantifications sont issues d'images bidimensionnelles et ne renseignent pas sur tout le volume d'un échantillon.

Le MEB-FIB est un MEB équipé d'une deuxième colonne, une colonne ionique qui permet de bombarder la surface de l'échantillon et d'enlever de la matière par fines couches. C'est donc un appareil intéressant pour imager en 3D la dentine avec, en théorie, la même résolution que le MEB. Je présente des résultats préliminaires de visualisation 3D avec cette technique (MEB-FIB utilisant des ions Gallium) partie II.1.2. Néanmoins, le temps d'acquisition, son prix et la petite taille du volume sondé sont des inconvénients majeurs de cette technique quand des ions Gallium sont utilisés.

J'ai donc cherché une technique d'imagerie qui me permette d'acquérir des données locales sur les entités microstructurales dans un volume, idéalement, de taille millimétrique et de manière assez rapide et peu coûteuse. C'est après une discussion avec Aurélien Gourrier (LiPHY, UGA, CNRS) que je me suis tournée vers la microscopie confocale à balayage laser. Des premiers résultats sont présentés à la section II.1.3 et plus en détails dans (Vennat et al., 2017). Nous nous sommes focalisés sur la zone près de la JAD et nous avons imagé en 3D le réseau de porosité de la dentine de manière inédite, montrant toute la potentialité de cette technique pour caractériser un tel réseau.

Bar-On & Wagner (Bar-On and Wagner, 2012) ont montré que la nano-structure influençait grandement les propriétés élastiques de la dentine. Or cette nano-structure est encore mal connue. L'imbrication des fibrilles de collagène et des cristaux d'hydroxyapatite n'est pas totalement résolue. C'est pourquoi l'étude au MET de la nano-structure de la dentine semble attractive. C'est une piste que je développe actuellement (partie II.1.4).

Il est difficile de faire le lien entre microstructure et propriétés mécaniques de la dentine en utilisant des éprouvettes de taille millimétrique. En effet, comme le soulignent Kinney *et al.* (Kinney et al., 2003) les résultats en termes d'élasticité sont très variables. La variabilité vient non seulement du caractère biologique (variabilité inter-individu, sensibilité aux conditions de stockage ou d'hydratation lors de l'essai...) mais aussi des variations à l'intérieur même d'une éprouvette (existence de plusieurs « dentines »). Comment faire le lien entre l'orientation des tubules et le module élastique de la dentine à l'aide d'une éprouvette dans laquelle cette orientation varie sensiblement (ainsi que les taux de PTD et d'ITD) ? De plus, dans les essais proposés dans la littérature, peu d'auteurs caractérisent et quantifient la microstructure de l'échantillon testé. En effet, il est généralement fait état du sens de découpe de l'échantillon par rapport aux tubules mais aucune quantification n'est réalisée.

Après avoir mis en place un protocole d'obtention d'échantillons de dimensions maîtrisées, deux types d'essais ont été mis en place dans le cadre de la thèse de Wenlong Wang (Wang, 2016), tous deux avec une quantification préalable de la microstructure :

- Un essai de flexion trois points sous microscope optique
- Un essai de compression sous microscope optique avec imagerie MEB environnemental

L'essai de flexion trois points nous a permis d'identifier certaines limitations des études de la littérature. La modélisation « poutre » des barreaux de dentine génère des erreurs non négligeables en termes de module d'élasticité et de contrainte de traction maximale déduits, nous nous en affranchissons en estimant les champs de contraintes à l'aide d'une simulation numérique éléments finis. De plus nos mesures de déformations sont réalisées grâce aux images en microscopie optique traitées par DIC (Digital Image Correlation), ce qui nous affranchi des erreurs faites avec des mesures de flèche par mesure du déplacement de la traverse de la machine d'essai. Ce protocole est présenté partie II.2.2.1.

L'essai de compression, plus simple en termes de champs de contraintes, est plus difficile à mettre en place car il nécessite une géométrie encore plus contrôlée que pour la flexion trois points. C'est donc fort de notre expérience précédente que nous avons amélioré le protocole de préparation des échantillons. La microstructure a été acquise au MEB environnemental. Les essais ont été réalisés sous microscope optique en chambre environnementale et nous avons donc pu utiliser la technique DIC pour déduire les déformations de l'échantillon dans le plan observé. Malgré tous ces efforts, il nous a été difficile de faire le lien entre les paramètres microstructuraux des éprouvettes et leur comportement mécanique en compression. Néanmoins, nous avons pu déduire un module d'élasticité moyen de 17,8GPa et un coefficient de Poisson moyen de 0,29 sur 10 échantillons et nous n'avons pas observé de variation significative avec l'humidité relative. Grâce à l'enceinte climatique, nous avons pu étudier la dilatation hydrique des échantillons. Les résultats de ces essais sont présentés partie II.2.2.2.

Bien qu'ils puissent s'avérer utiles pour étudier l'impact de traitements ou de pathologies, ces deux types d'essais classiques ne nous permettent pas de maîtriser suffisamment la microstructure interne pour en déduire son influence. C'est pourquoi, j'ai décidé de réduire la taille des éprouvettes. Pour cela, je m'appuie sur la possibilité de faire du micro-usinage grâce au MEB-FIB au laboratoire. Dans le cadre de la thèse d'Asef Hemmati, nous sommes en train de mettre au point un essai de traction sous MEB. L'inconvénient est que nous sommes en condition déshydratée. En parallèle, j'ai obtenu le financement d'un nano-indenteur avec une cellule liquide nous permettant d'envisager des essais sous celui-ci tout en gardant l'échantillon hydraté. De la même manière, l'échantillon (j'envisage de commencer par un essai de micro-compression sous nano-indenteur) sera usiné grâce au MEB-FIB.

Pour aller plus loin dans la compréhension du lien structure-propriétés, il s'avère indispensable de considérer une échelle encore plus fine. En effet, la dentine est un composite naturel multi-échelle et sa nanostructure, c'est-à-dire l'imbrication fibrilles de collagène/cristaux d'hydroxyapatite, joue aussi un rôle important dans son comportement mécanique. Pour caractériser cette échelle, le MET Titan est utilisé pour observer la nano-structure de la dentine avec une perspective d'observer sa déformation sous sollicitation mécanique.

II.1. Imager et quantifier la microstructure de la dentine (morphologie du tissu dentinaire)

Le but de mes premiers travaux sur la dentine a été de mettre en place des outils pour caractériser la microstructure de la dentine. En effet, bien que beaucoup décrite dans la littérature, « les dentines » manquent encore de quantification rigoureuse et tridimensionnelle, notamment du réseau poreux secondaire constitué de branches latérales reliant les tubules entre eux.

L'étude au porosimètre par intrusion de mercure m'a permis de compléter la connaissance de la dentine en termes de porosité globale, tailles des pores et apports de ceux-ci à la porosité totale. Ces données sont volumiques et moyennes sur plusieurs échantillons déshydratés. Après m'être intéressée à la dentine saine puis déminéralisée en thèse, je me suis intéressée à la dentine déprotéinisée (c'est-à-dire privée de son réseau de fibres de collagène) pour compléter la connaissance de la dentine (voir II.1.1).

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique très utilisée pour observer la dentine et elle m'a permis d'illustrer les porosités détectées au porosimètre. A partir d'images en électrons rétrodiffusés, il est possible de révéler les densités locales surfaciques de l'échantillon donc en plus de la porosité, les taux de PTD et d'ITD peuvent être déduits. Dans la thèse d'Asef Hemmati, nous avons mis en place un protocole permettant d'analyser tous les constituants du tissu en particulier les branches latérales, encore peu documentées (voir II.1.2.1).

Ayant accès à un MEB-FIB, j'ai aussi investigué le mode « slice and view » qui permet d'acquérir successivement des images MEB en érodant successivement la surface imagée à l'aide du faisceau ionique (voir II.1.2.2).

Afin d'imager sur des grandes zones les porosités de la dentine, la microscopie confocale à balayage laser a été utilisée. Celle-ci permet de révéler l'organisation tridimensionnelle du réseau poreux de la dentine. Dans un premier temps, nous avons imagé des zones à la JAD (voir partie II.1.3) et des acquisitions dans toute la profondeur de la dentine sont en cours d'analyse.

Les matériaux naturels sont des composites multi-échelles et c'est l'imbrication des structures aux différentes échelles qui leur confèrent leurs extraordinaires propriétés. La dentine, en plus de sa structuration sous forme de tubules, a aussi une organisation que j'appellerai nanoscopique (bien que les briques de base à cette échelle aient des dimensions de quelques nanomètres à quelques centaines de nanomètre), qu'il est crucial de comprendre. Dans le cadre du projet ToTEM, une étude au MET de la nanostructure de la dent est menée. Les résultats préliminaires sont présentés partie II.1.4.

II.1.1. La dentine déprotéinée – étude au porosimètre par intrusion de mercure

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Maud Denis (M2, 2012) ; Corentin Fichant (Parcours Recherche, 2015-2017)

Collaboration(s) principale(s) : Jean-Pierre Attal (URB2i) ; Bertrand David

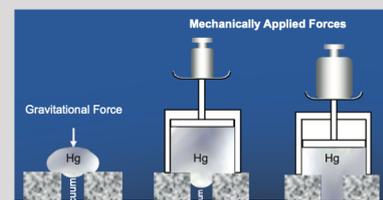
La technique de la porosimétrie par intrusion de mercure avait été utilisée lors de ma thèse sur la dentine déminéralisée (c'est-à-dire de la dentine privée de sa phase minérale). La dentine déminéralisée a un intérêt clinique avérée car elle constitue le tissu d'ancrage des restaurations dentaires alors que son complémentaire, la dentine déprotéinée (privée de sa phase organique) semble moins cruciale cliniquement. J'ai néanmoins voulu m'y intéresser afin de mieux comprendre l'imbrication des deux phases minérale et organique. C'est par un biais détourné que j'ai pour la première fois mis en place un protocole de déprotéinisation et de caractérisation d'un tel tissu.

Technique : Porosimétrie par intrusion de mercure

Principe : faire pénétrer un fluide non-mouillant (le mercure) dans le matériau poreux et mesurer le volume infiltré à chaque pas de pression

Sortie : la porosité **ouverte** totale (due aux pores détectés, soit de diamètre variant entre 10nm et 100µm), la distribution de taille de pores, leur apport à la porosité totale

Limitations : échantillon déshydraté, taille d'entrée dans les pores ouverts ...



II.1.1.1. La dentine déprotéinée par traitement thermique

Contexte et problématique clinique

En effet, c'est pour mimer l'émail hypominéralisé nous avons développé un milieu poreux à base de ... dentine déprotéinée!

L'émail est le tissu le plus minéralisé de l'organisme avec une composante minérale évaluée à 96% en poids et 87% en volume. Cependant, la composante minérale peut être affectée par certaines pathologies. Dans le cas d'une hypominéralisation, le taux de minéralisation diminue sans perte de volume. À l'échelle microscopique, il présente une porosité interconnectée (20 à 200 nm) due à l'altération de l'ultrastructure (élargissement de la gaine interprismatique et dissolution acide localisée des cristaux intra-prismatiques).

Le traitement par infiltration de résine est un nouveau traitement entièrement compatible avec le concept de dentisterie « à minima ». Ce traitement a pour objectif de masquer les lésions blanches de l'émail hypominéralisé. Avec le nouveau boom de l'infiltration des résines thérapeutiques, un nombre croissant d'infiltrants est attendu sur le marché dans les années à venir, ce qui rend nécessaire leur évaluation et leur comparaison. L'utilisation d'un émail naturel hypominéralisé pour tester de tels infiltrants semble idéale, mais comme l'hypominéralisation n'est pas un indicateur d'extraction, il est très difficile de rassembler de tels échantillons en nombre suffisant pour des tests systématiques. Notre objectif a été de définir un milieu poreux modèle fiable et reproductible imitant la plupart des caractéristiques de l'émail hypominéralisé afin de pouvoir réaliser des essais d'infiltration sur les couples résine/milieu poreux biomimétique et donc qualifier les infiltrants.

Les réseaux poreux obtenus par traitement thermique

Trois groupes ont été définis :

- le groupe D0 qui correspond au groupe de contrôle

- le groupe D600 qui subit un traitement thermique à 600°C
- le groupe D800 qui subit un traitement thermique à 800°C

Les échantillons ont été chauffés à 600°C (D600) et 800°C (D800), températures auxquelles les composants organiques sont connus pour être éliminés tout en préservant les composants minéraux. Des analyses thermogravimétriques et thermogravimétriques différentielles (ATG et ATD) ont été effectuées spécifiquement sur des échantillons du groupe D0. La Figure 33 montre la courbe ATG (poids de l'échantillon en fonction de la température) obtenue pour la dentine saine (groupe D0) chauffée dans une atmosphère contrôlée.

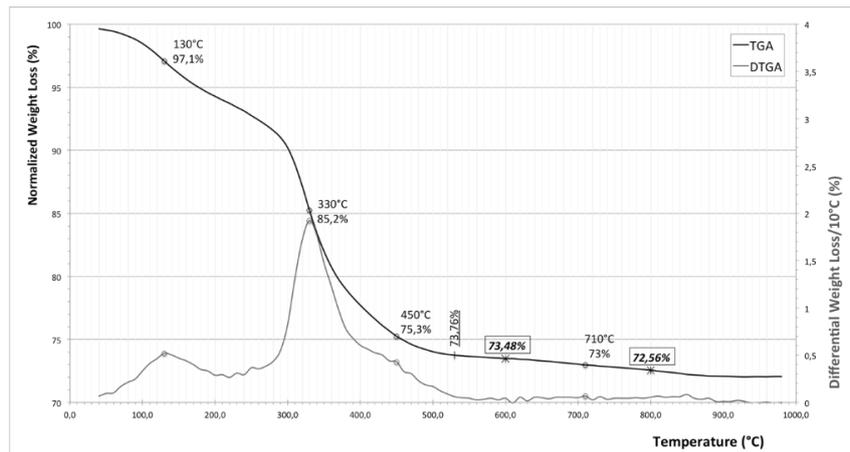


Figure 33 : Courbe ATG ATD de la dentine [Vennat2015].

Les résultats de l'ATG et des analyses en microscopie optique ont confirmé que la déprotéinisation quasi-totale de la dentine se produit à haute température (supérieure à 500°C). Le défi consistant à obtenir des échantillons totalement déprotéinés par traitement thermique a été relevé avec succès pour les groupes D600 et D800. Cela a été confirmé par les observations MEB et les essais de porosimétrie.

Les résultats des tests de porosimétrie révèlent deux tailles de pores principales autour de 0,9µm et 20 nm et autour de 0,9µm et 90 nm pour les groupes D600 et D800, respectivement, alors que le groupe témoin D0 n'a présenté qu'une taille de pore autour de 0,6µm (Figure 34).

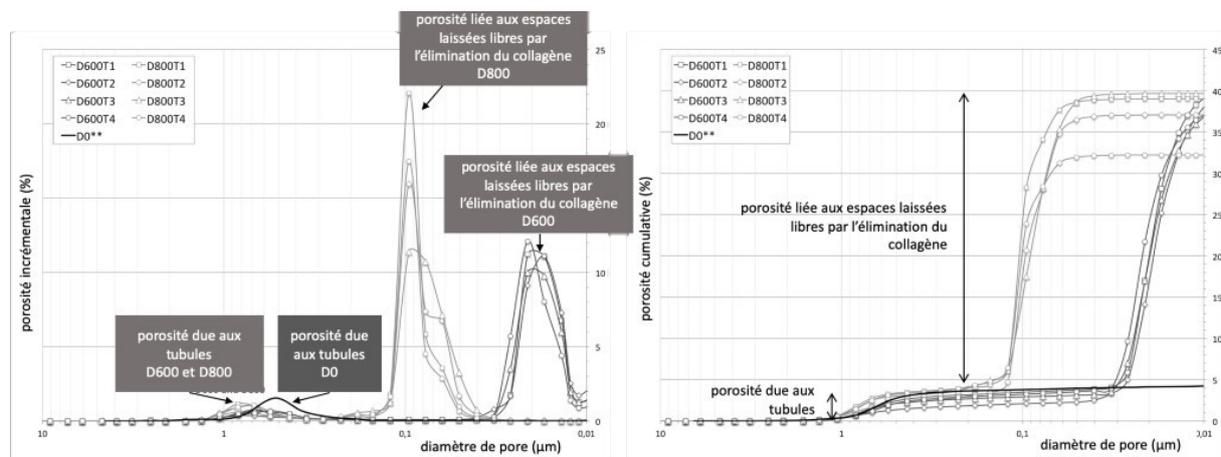


Figure 34 : Courbes de porosimétrie obtenues sur les trois groupes (courbes de porosité incrémentale à gauche et cumulative à droite)[Vennat2015]

La première taille de pore détectée correspond aux tubules et aux branches latérales présents dans les trois groupes. Le déplacement de la taille des pores vers une taille plus importante avec le traitement thermique indique que les tubules ont été affectés par le traitement thermique. Mais la principale conclusion est que le traitement thermique permet la formation d'une nouvelle porosité suite à l'élimination des fibres de collagène (confirmée par des observations au MEB, Figure 35).

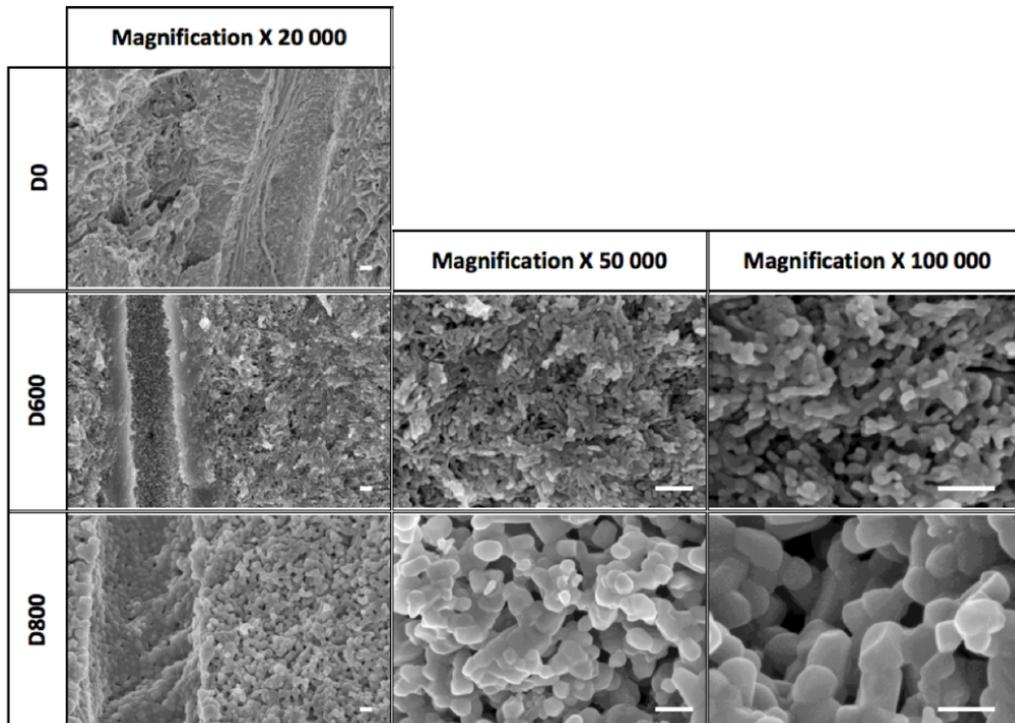


Figure 35 : Images MEB du réseau poreux (fracturé) des trois groupes (Vennat et al.,2015). Barre d'échelle: 200nm

Dans le groupe D600, la nouvelle taille des pores est d'environ 50 nm, alors que dans le groupe D800, elle est d'environ 100 nm. Cette différence entre les deux groupes peut s'expliquer par la transformation des cristallites à 800°C, comme on a pu le voir avec des observations au MEB. Le traitement thermique n'a pas modifié la microstructure de la dentine (lumières tubulaires, dentine péri-tubulaire et inter-tubulaire), et à 600°C, les cristaux sont restés acirculaires et petits alors qu'à 800°C, les grains ont grandi et sont devenus sphériques. Il est important de noter que le réseau minéral poreux obtenu est resté interconnecté et ouvert malgré la calcination à haute température. La transformation cristalline des cristaux d'hydroxyapatite à une température supérieure à 700°C exclu l'utilisation d'échantillons D800 comme modèle de support d'infiltration de résine car nous souhaitons préserver au maximum la structure initiale des cristaux.

La porosité due à l'élimination des fibrilles de collagène dans les groupes D600 et D800 (33% et 36%, respectivement) répond à nos spécifications en termes de porosité (fixées entre 20 et 40%). On constate que la porosité naturelle de la dentine subsiste mais sa part est négligeable par rapport à la porosité nouvellement créée par le traitement thermique.

L'idée surprenante de déprotéiniser la dentine par traitement thermique est séduisante et s'est avérée appropriée en termes de porosité, de gamme de taille des pores obtenue et de propriétés mécaniques. La température de calcination de 600°C semble plus pertinente que 800°C, conduisant à une porosité totale de 39%, une taille de pores d'environ 20nm et une porosité de 36% due à la famille spécifique de pores créée par déprotéinisation.

Quelles nouvelles informations sur le tissu dentinaire peuvent en être tirées ?

L'expérience menée sur la dentine, au-delà de la validation de sa transformation en un modèle satisfaisant de milieu poreux minéral mimant l'émail hypominéralisé par traitement thermique, a fourni des informations intéressantes sur la composition et la micro- et nano- structure de la dentine. Il est à noter que les résultats pour le groupe D800 n'ont pas été pris en compte dans la discussion qui suit, car le phénomène de frittage à cette température conduirait à une surévaluation du volume minéral. D'après les mesures de la porosité totale de chaque groupe, le pourcentage en volume de la phase minérale semble légèrement sous-estimé dans la littérature. Une étude supplémentaire à plus basse température pourrait être menée pour confirmer cette conclusion. En effet, l'étude de la déprotéinisation thermique de la dentine a permis d'évaluer la porosité totale moyenne de la dentine déprotéinisée (39,4%), et, par extension, un volume minéral de dentine restant de 60,6%, alors que Driessens & Verbeeck (Driessens and Verbeeck, 1990) et Mjör & Fejerskov (Mjör and Fejerskov, 1979) indiquaient un volume minéral de 50% pour ce même substrat. Cependant, les résultats de ma thèse (Vennat, 2009) ont montré une porosité d'environ 4% et 70% pour la dentine intacte et déminéralisée, respectivement, c'est-à-dire que les tubules occupent 4% du volume de la dentine et les fibres de collagène 30%, nous pouvons donc en déduire que la partie minérale est d'environ 66% ce qui est en bon accord avec ces nouveaux résultats. Comme dans ma précédente étude, une phase d'intrusion de mercure se produit en fin d'essai, laissant penser que des porosités plus petites que celles détectées par la technique de porosimétrie par intrusion de mercure existent. La taille moyenne des pores obtenue pour D600 est inférieure au diamètre moyen d'une fibre de collagène (83-100 nm pour les fibres hydratées et 75-105 nm pour les fibres déshydratées, (Habelitz et al., 2002)). Cela tend à confirmer le fait que les cristaux ne sont pas seulement situés autour des fibrilles de collagène mais sont aussi intrafibrillaires, comme l'expliquent Pashley *et al.* (Pashley et al., 2011).

Cette étude avait deux objectifs : mettre en place un milieu poreux mimant l'émail hypominéralisé et élargir la connaissance de la microstructure dentinaire en étudiant sa phase minérale. Concernant le premier objectif, il est partiellement atteint. En effet, la microstructure obtenue par un traitement thermique à 600°C présente :

- ⇒ une porosité satisfaisante par rapport au cahier des charges mais ne pourra être modulé pour prendre en compte la sévérité de l'atteinte
- ⇒ des caractéristiques mécaniques dans la fourchette haute du cahier des charges
- ⇒ une nano-structure de cristaux minéraux issus d'un tissu biologique naturel donc proche de celle de l'émail.

L'étude de l'émail hypominéralisé se poursuit dans le cadre de la thèse de Marianne Lagarde mais nous avons pris le parti de collecter des dents atteintes (bien que cela soit difficile) afin de mieux caractériser les tissus de dents atteintes de cette pathologie.

En termes de connaissance de la dentine, les fourchettes des taux volumiques de chaque phase sont confirmées : environ 5% de vide (lumières tubulaires, initialement occupées par des fluides et des éventuels prolongements cellulaires), 65 à 85% de phase minérale et 10 à 30% de phase organique. De plus, les résultats en termes de diamètre de pores tendent à corroborer la présence de plaquettes minérales intrafibrillaires dont l'existence fait de plus en plus consensus (voir aussi partie II.1.4). Néanmoins, le traitement thermique peut poser question quant à son impact sur les cristaux d'hydroxyapatite. Dans la partie suivante, un protocole chimique est adopté.

II.1.1.2. La dentine déprotéinisée par traitement chimique

Afin de transformer au minimum la partie minérale de la dentine lors de la déprotéinisation, nous avons utilisé un protocole chimique de déprotéinisation (proposé par Chen et al., (Chen et al., 2011), pour du tissu osseux).

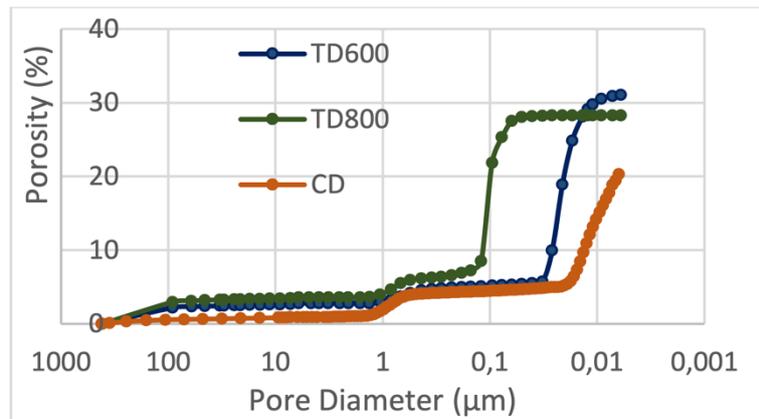


Figure 36 : Distribution cumulée de la taille des pores de la dentine déprotéinisée par traitement thermique à 600°C (TD600) ou 800°C (TD800) ou par traitement chimique (CD)(Fichant et al., 2017)

La Figure 36 présente le graphique du volume cumulé (présenté ici en termes de porosité) en fonction du diamètre de pore (inversement proportionnel à la pression appliquée) suite aux deux protocoles de déprotéinisation. La dentine déprotéinisée chimiquement (DC) présente deux tailles de pores : l'une due aux tubules autour de 0,9μm et la seconde due à l'élimination des fibres de collagène autour de 10nm. La seconde porosité est plus importante en volume que la première. La porosité totale est de 20%. Malheureusement, le porosimètre ne nous permet pas d'explorer l'ensemble des porosités de l'échantillon. En effet, la courbe n'atteint pas un plateau à la fin de l'essai et les porosités inférieures à 6 nm ne sont donc pas prises en compte dans notre évaluation de la porosité bien qu'elles semblent pouvoir exister.

Par rapport au protocole de déprotéinisation thermique, la différence de distribution se situe essentiellement sur la plus petite taille de porosité qui présente une taille plus petite en moyenne. Cela est dû au fait que les cristaux minéraux sont peu ou pas transformés par ce protocole de déprotéinisation chimique. Les volumes poreux dus à cette taille de pore pour les deux protocoles (thermique et chimique) ne peuvent pas être comparés car la courbe n'atteint pas un plateau à la fin de l'essai sur les échantillons traités thermiquement. La morphologie poreuse a été observée au MEB, l'érosion au FIB permettant un polissage ionique révélant les porosités tubulaires et intertubulaires (Figure 37).

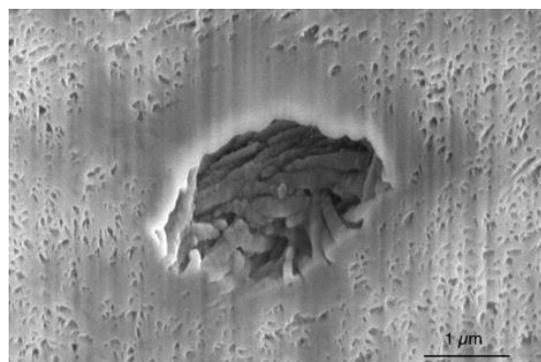


Figure 37 : image MEB de dentine déprotéinisée chimiquement dont la surface a été érodée au FIB. Au centre, un tubule de diamètre micrométrique entouré de son collier hautement minéralisé puis de la dentine intertubulaire (ITD) privée de sa partie minérale.

Les porosités laissées vacantes par la déprotéinisation sont inférieures à 20nm, ce qui confirme le fait que les fibrilles de collagène possèdent des cristaux intrafibrillaires.

Du fait que la courbe ne semble pas complète, il est difficile de déduire les taux volumiques des parties minérale et organique de la dentine.

II.1.1.3. Bilan porosimétrie

La porosimétrie par intrusion de mercure est un outil très intéressant pour caractériser en volume le réseau poreux de la dentine intacte, de la dentine déminéralisée (travail réalisé pendant ma thèse, (Vennat, 2009)) et de la dentine déprotéinisée. L'intérêt de la technique est d'obtenir, outre la porosité du matériau poreux, des données volumiques quantitatives sur la taille des pores, leur distribution et leur apport à la porosité totale.

La microscopie électronique à balayage (MEB) a été un outil complémentaire permettant de visualiser les pores détectés par porosimétrie et caractériser leur morphologie, la porosimétrie n'apportant pas d'indication sur la forme des pores et la morphologie du réseau poreux.

Deux techniques de déprotéinisation de la dentine ont été utilisées et les résultats de porosimétrie permettent de corroborer la présence de cristaux intrafibrillaires dans la dentine, les tailles de pores créés par le traitement de déprotéinisation chimique (le plus conservateur en termes de microstructure) étant significativement inférieures à la taille d'une fibrille de collagène (qui sont typiquement de 100nm de diamètre). Les échantillons traités thermiquement indiquent que les taux de porosité supérieurs aux échantillons traités chimiquement mais cela semble lié à la limitation de détection des pores en dessous de 6nm avec le porosimètre. La transformation liée à la température nous permet alors de modifier le réseau en augmentant la taille des pores et les rendant ainsi détectables. L'ensemble des résultats sont résumés Table 4, ceux à retenir étant, selon moi, ceux en gras.

| Protocole | Porosité totale (%) | Porosité due aux lumières tubulaires (%) | Diamètre de pore moyen correspondant (µm) | Porosité due aux espaces entre les cristaux minéraux (%) | Diamètre de pore moyen correspondant (nm) |
|-------------------|---------------------|--|---|--|---|
| Thermique (600°C) | 39 | 3 | 0,9 | 36 | 20 |
| Chimique | >20 | 3 | 0,9 | >17 | <20 |

Table 4 : Récapitulatif des résultats de porosimétrie par intrusion de mercure sur la dentine déprotéinisée

Les données obtenues par porosimétrie sont des moyennes sur tout le volume poreux sondé. Pour quantifier la porosité de la dentine, plusieurs dents sont utilisées pour un essai (et plusieurs essais sont réalisés), il paraît donc difficile de sonder chaque type de dentine. C'est pourquoi, pour aller plus loin dans la connaissance des « dentines », d'autres moyens sont utilisés de manière complémentaire dans la suite de mes travaux.

II.1.2. La phase minérale et plus généralement la microstructure dentinaire révélées par microscopie électronique à balayage

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Asef Hemmati (Doctorant 2018-) et Ursule Muendi (M2, 2018)

Collaboration(s) principale(s) : Nicolas Schmitt (LMT), Elisabeth Dursun (URB2i)

Dans la partie précédente sur la dentine déprotéinisée étudiée au porosimètre par intrusion de mercure, le MEB s'est avéré une technique particulièrement intéressante pour observer la microstructure poreuse de la dentine déprotéinisée.

Le MEB s'avère être une technique très intéressante pour caractériser l'ensemble des microstructures de la dentine à savoir les lumières tubulaires et les branches latérales (qui constituent la microstructure poreuse de la dentine) mais aussi la dentine périctubulaire PTD et intertubulaire (ITD).

II.1.2.1. La microscopie électronique à balayage pour étudier les « dentines » et le réseau poreux secondaire

Afin d'étudier les microstructures de la dentine de manière quantitative au MEB, les observations ont été menées en utilisant un détecteur d'électrons rétrodiffusés qui permet de percevoir les différences de densité locales. La PTD étant hautement minéralisée, elle est donc très dense et apparaît plus claire sur les images MEB.

Le MEB a beaucoup été utilisé pour caractériser les fractions surfaciques de lumières tubulaires, PTD et ITD. Néanmoins le réseau poreux secondaire constitué de branches latérales reliant les lumières tubulaires entre elles a peu été étudié depuis les études de Mjör et Nordhal (Mjör and Nordahl, 1996). Pourtant, ce réseau poreux secondaire semble pouvoir avoir un rôle à jouer dans l'initiation de la rupture de la dentine (en effet, ces porosités sont autant de petits défauts créant des concentrations de contraintes locales). Je me suis beaucoup intéressée à ce réseau, en le caractérisant au MEB (et au microscope confocal à balayage laser, CLSM, partie 0) et en étudiant son impact sur la mécanique du tissu (partie II.2.5)

Les « dentines »

Pour illustrer l'étude menée par Asef Hemmati (doctorant 2017-...), trois zones ont été sélectionnées dans la couronne: près de la pulpe (P), au milieu de la dentine (M) et près de l'émail (E). La Figure 38 montre toute la complexité du tissu liée à son évolution avec la profondeur dans la dentine. Dans le cadre de sa thèse, Asef Hemmati a mis en place un protocole de traitement et d'analyse des images MEB en utilisant FIJI (Schindelin et al., 2012) et le plugin d'apprentissage automatique Weka (Arganda-Carreras et al., 2017). Les paramètres du tissu dans les trois zones sont présentés Table 5.

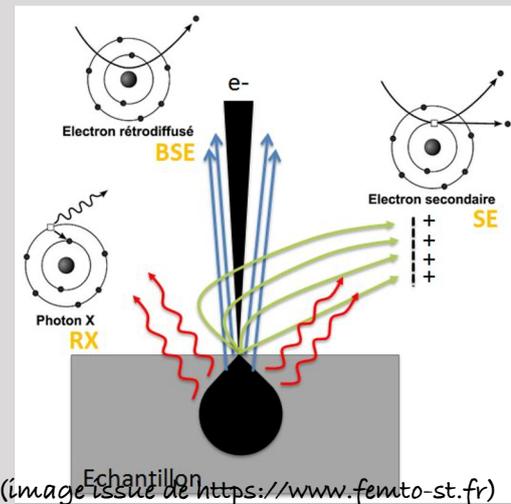
Technique : Microscopie électronique à balayage (MEB)

Principe : interaction électrons-matière

Sortie : Images des microstructures (mode BSE : renseigne sur la densité locale, mode SE : sur la topographie)

Limitations : échantillon déshydraté, technique 2D, artefacts de préparations, représentativité de la zone imagée ?...

Intérêt pour l'étude de la dentine : PTD et ITD très bien distinguées, images BSE aisées à traiter par analyse d'image



(image issue de <https://www.femto-st.fr>)

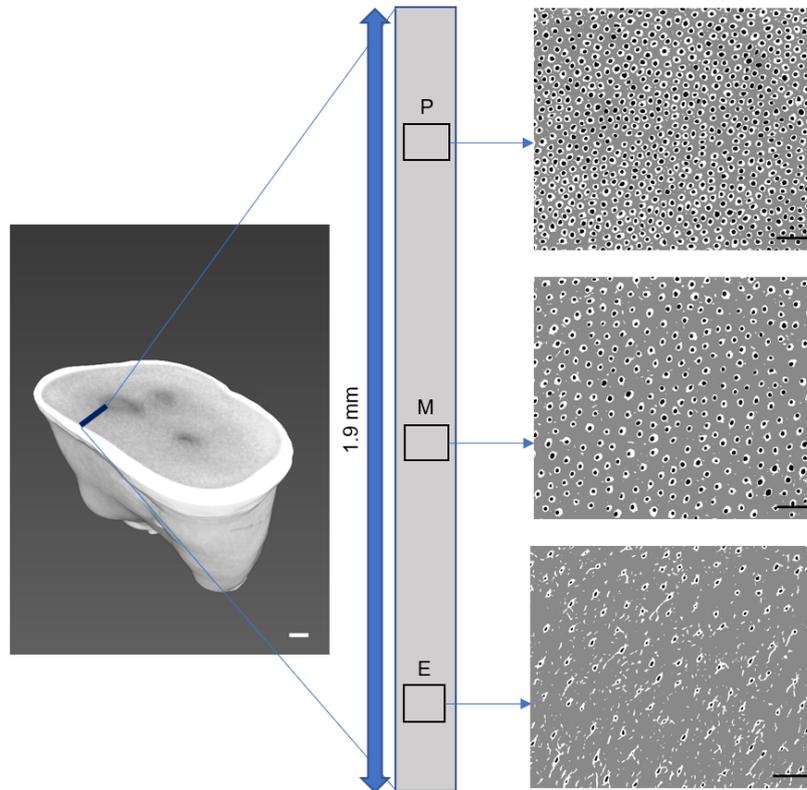


Figure 38 : Localisations et images MEB traitées des trois zones sélectionnées E, M et P. Barre d'échelle blanche : 1mm. Barre d'échelle noire : 15 μ m

| Localisation | Lumières tubulaire (%) | Partie minérale (%area) | ITD (%) | Diamètre de la lumière tubulaire (μ m) (SD) | Diamètre du collier péritubulaire (μ m) (SD) | Densité tubulaire (nb/mm ²) |
|--------------|------------------------|-------------------------|---------|--|---|---|
| E | 0.9 | 8.5 | 90.6 | 0.82 (0.16) | 1.82 (0.27) | 17685 |
| M | 4.7 | 13.9 | 81.4 | 1.38 (0.20) | 2.30 (0.33) | 30229 |
| P | 12.5 | 29.0 | 58.5 | 1.52 (0.19) | 2.21 (0.32) | 69168 |

Table 5 : Paramètres du tissu dentinaire en fonction de la localisation (Vennat et al., 2021)

La porosité détectée est uniquement due à la lumière L des tubules. En effet, les branches latérales LB (discutées plus en détail dans la partie suivante) sont pour la plupart croisées parallèlement à leur axe, ce qui rend plus probable la révélation de leur col (LBC). Les valeurs de porosité entre 0,9 et 12,5 % se situent dans la fourchette des valeurs trouvées dans la littérature : une porosité globale de 4 % (valeur moyenne sur des échantillons massifs obtenus par porosimétrie par intrusion de mercure) a été rapportée dans mes travaux de thèse (Vennat, 2009) et une porosité locale près de la JAD de 1,2 % a été rapportée (étude en microscopie confocale par balayage laser, voir partie II.1.3). Le diamètre des lumières tubulaires L augmente continuellement de la dentine superficielle à la dentine profonde, tandis que la taille du collier péritubulaire augmente d'abord puis reste quasi constante de M à P. La densité tubulaire se situe dans la fourchette de la littérature.

Quantification du réseau secondaire, caractérisation des branches latérales (LB)

Les résultats précédents montrent bien la variation des paramètres du tissu en fonction de la localisation, montrant la pertinence de parler de « dentines » au pluriel. Néanmoins ces variations sont assez bien documentées dans la littérature. Notre apport se situe dans la caractérisation des LB bien décrites par Mjor & Nordahl (Mjor and Nordahl, 1996) mais dont la quantification est quasi-inexistante.

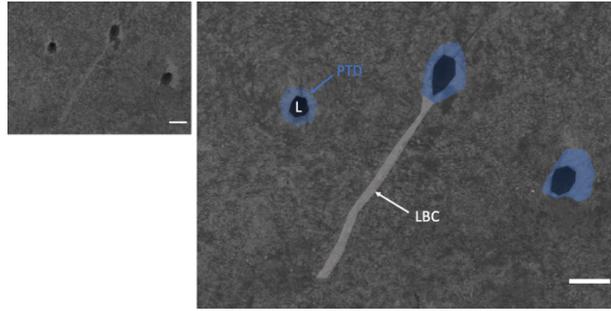


Figure 39 : Exemple d'un collier de branche latérale émergeant d'un tubule (observation MEB). L=lumière du tubule ; PTD=dentine pérítubulaire LBC=collier de la branche latérale. Barre d'échelle : 2 μ m. (Vennat et al., 2021)

La Figure 39 illustre une branche latérale observée au MEB (ou plutôt son collier minéral). L'analyse des images traitées permet d'obtenir des informations sur les LB. Une attention particulière est portée à la distribution de taille des colliers hautement minéralisés (PTD et LBC, Figure 40). La distribution est clairement bimodale avec très peu de LB près de la pulpe et une présence très importante dans la zone proche de l'émail.

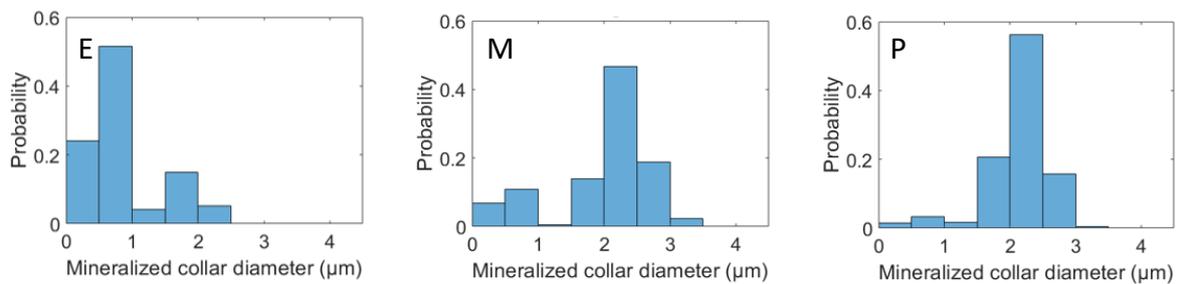


Figure 40 : Distribution des diamètres de colliers hautement minéralisés en fonction de la localisation (d'après (Vennat et al., 2021)).

Les valeurs moyennes du taux surfacique de LBC, du diamètre et de la densité sont résumées dans le Table 6.

| Localisation | LBC (%) | Diamètre LBC (μ m)(SD) | Densité de LBC (nb/mm ²) |
|--------------|---------|-----------------------------|--------------------------------------|
| E | 2.65 | 0.61 (0.18) | 27452 |
| M | 0.33 | 0.57 (0.15) | 5078 |
| P | 0.13 | 0.58 (0.14) | 2460 |

Table 6 : Résultats de l'analyse d'images concernant les LB

On note peu de différence entre les diamètres de collier des branches latérales dans les trois zones. Mjor & Nordahl (Mjör and Nordahl, 1996) avaient distingué des branches fines (300-700nm) et des microbranches (25-200nm) dans la dentine moyenne et des branches principales (0,5-1 μ m) près de la JAD mais leur apport à la porosité et leur densité n'a pas été quantifié. De plus, leur possible collier minéralisé n'a que peu été discuté. Seuls Zanette et al. (Zanette et al., 2015) et Nanci and TenCate (Nanci and TenCate, 2018) évoquent brièvement un collier dense pour les LB.

Cette première quantification sera utilisée comme base pour définir la géométrie de la microstructure dentinaire du modèle mécanique proposé en partie II.2.5.2.

Et la nanostructure ?

Les images MEB en mode BSE permettent aussi de révéler la nanostructure de la dentine. La Figure 41 illustre ce qu'il est possible d'observer. Entre les deux lumières tubulaires, la dentine intertubulaire révèle ses deux phases organique (zones sombres et fibreuses) et minérale (zones claires) alors que la

dentine péri-tubulaire apparaît plus homogène et claire. Les fibrilles de la dentine intertubulaire semblent être dans le plan de l'image (ce qui est en accord avec la littérature) sauf dans la zone interface ITD/PTD où certaines fibrilles semblent alors être coupées perpendiculairement à leur axe principal d'inertie c'est-à-dire être dirigées le long de l'axe du tubule. Une interface de quelques centaines de nanomètres (correspondant à quelques couches de fibrilles de collagène apposées le long du cylindre formant l'interface) semble exister entre les deux types de dentine.

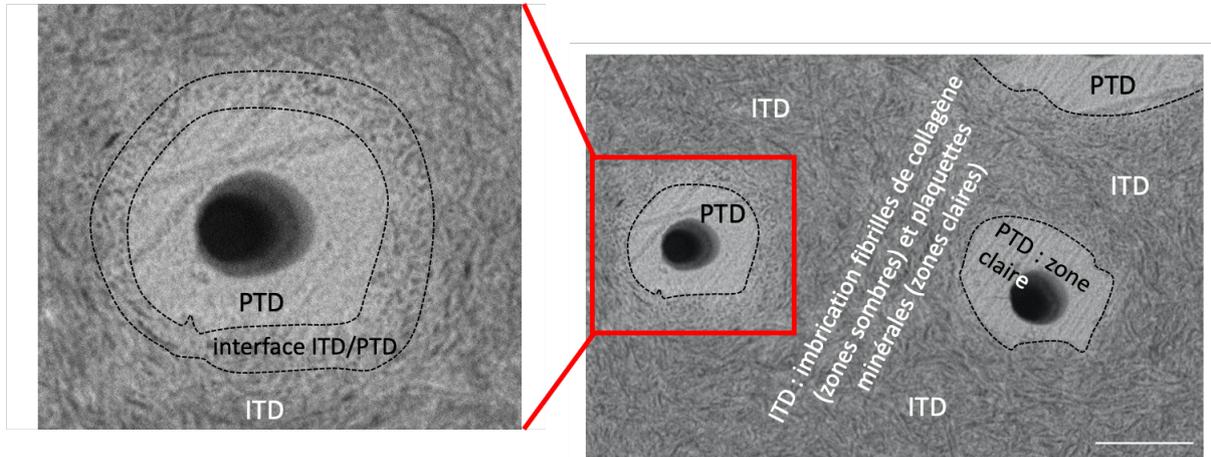


Figure 41 : Ce que révèle la microscopie électronique à balayage en mode BSE : la dentine intertubulaire présente une texture liée à l'imbrication de fibrilles de collagène et des cristaux d'hydroxyapatite ; la dentine péri-tubulaire au niveau de gris plus homogène et indiquant une densité plus élevée ; une zone de transition entre ces deux dentines dont la texture semble indiquer une orientation des fibrilles le long de l'axe du tubule.

Une autre observation intéressante est la présence de colliers denses autour des branches latérales (Figure 42), très peu discutés dans la littérature.

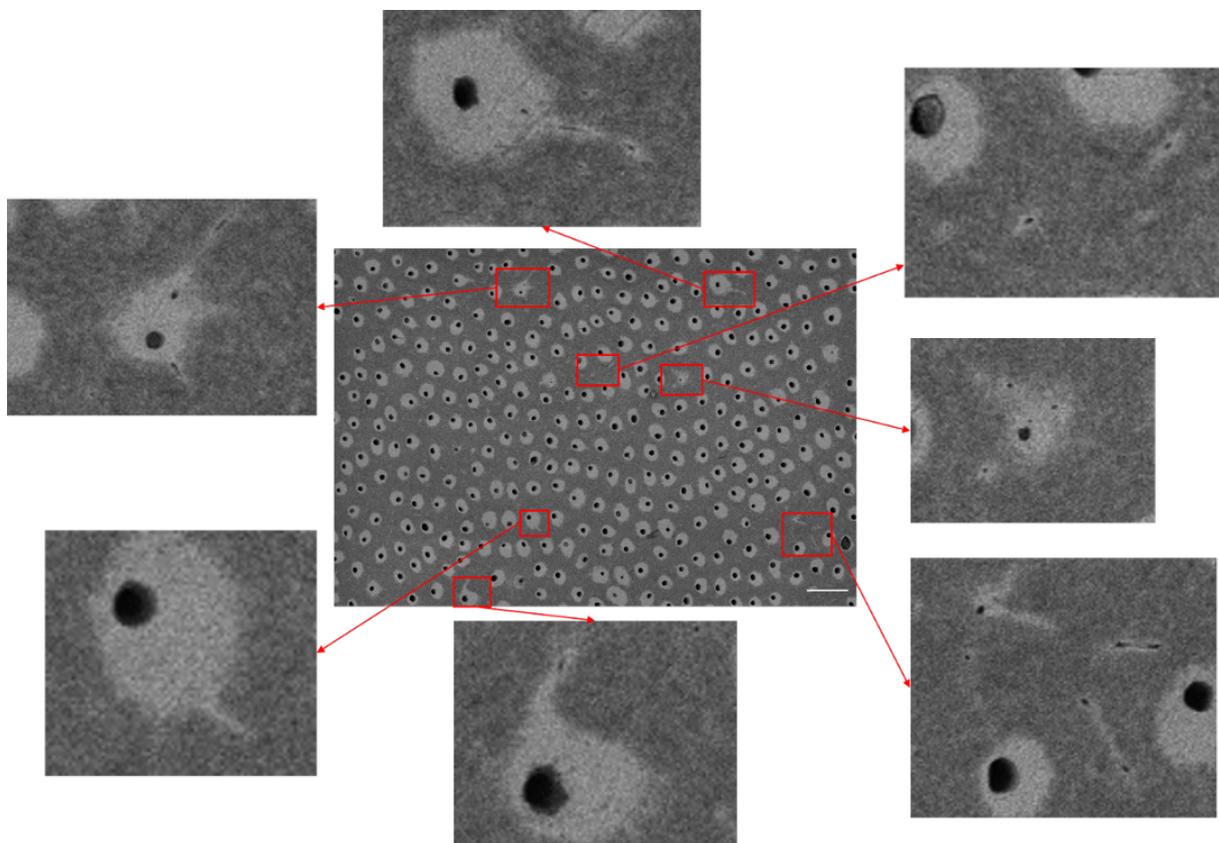


Figure 42 : Observation des branches latérales et de leurs colliers sur des images MEB (en mode BSE)

A ma connaissance, l'impact de de l'organisation particulière des fibrilles à l'interface ITD/PTD ou des branches latérales et de leur collier dense sur la mécanique du tissu n'a jamais été discuté. Dans le cadre de mes travaux de modélisation du comportement mécanique du tissu (partie II.2.5), je propose des modèles qui prennent en compte ces observations. L'étude (en cours) au MET dont je présente les premiers résultats dans la partie II.1.4 contribuera aussi à avoir des indications sur l'organisation à la plus petite échelle.

II.1.2.2. L'apport du MEB-FIB pour sonder le cœur de la matière

Au vu des images obtenues au MEB en mode BSE, il m'a semblé très attractif d'utiliser le MEB associé à un faisceau ionique MEB-FIB (ions Gallium) pour imager en 3D la microstructure de la dentine. Le principe est d'utiliser le faisceau ionique pour éroder successivement des couches d'échantillon, la surface de l'échantillon étant imagée après chaque érosion (c'est le mode « slice and view »). Une pile d'images (correspondant à des surfaces espacées d'une quinzaine de nanomètres) est alors acquise.

Nous avons imagé trois zones dans une même dent : une zone près de l'émail (appelée « DEJ area »), une zone au centre de la dentine coronaire (appelée « middle area ») et une zone près de la cavité pulpaire (appelée « DPJ area »). Les résultats sont illustrés Figure 44. Les différentes entités géométriques à l'échelle du tissu : PTP, ITD et lumières tubulaires sont assez bien caractérisables. Par contre, à l'échelle de l'imbrication fibrilles de collagène/cristaux d'hydroxyapatite, il est difficile de faire des analyses poussées. L'effet rideau, liée à la technique, rend les images difficiles à traiter. De plus, la zone analysée ne contient que peu de tubules donc les données ne peuvent pas être considérées comme représentatives.

Technique : Microscopie électronique à balayage avec faisceau ionique focalisé (MEB-FIB)

Principe : interaction électrons-matière et ions-matière. Le faisceau ionique permet d'éroder la matière pour imagier le cœur de l'échantillon ou réaliser des micro-usinages

Sortie : piles d'images des microstructures (3D, zone de 15x15x15µm), échantillons micro-usinés

Limitations : échantillon déshydraté, technique 2D, artefacts de préparations, représentativité de la zone imagée ?...

Intérêt pour l'étude de la dentine : visualisation 3D des trois phases (PTD, ITD et lumières tubulaires)

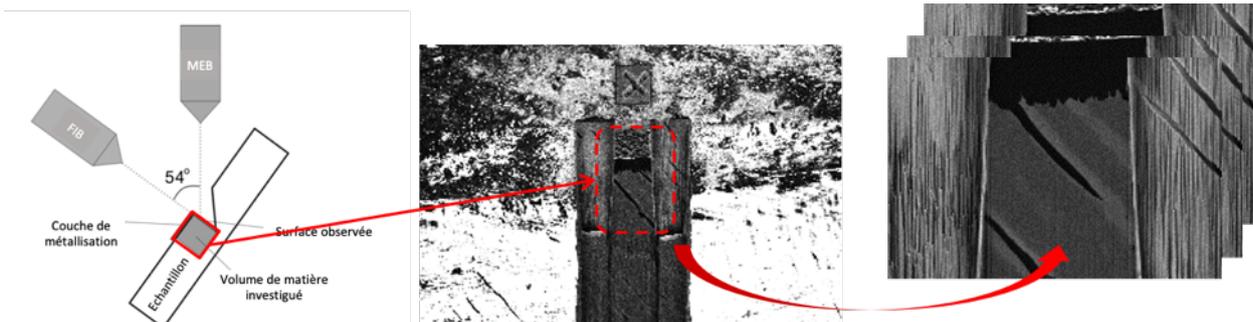


Figure 43 : Principe du mode « slice and view » du MEB-FIB (Vennat et al., 2019). Le faisceau ionique vient éroder la surface alternativement à la prise d'image MEB. Une pile d'image MEB correspondant aux différents niveaux de profondeur est acquise.

Néanmoins, concernant les branches latérales, le fait d'avoir acquis un volume permet de pouvoir faire des mesures de leur diamètres et du diamètre de leur collier, ce qui n'a jamais été réalisé (sauf dans le cadre de notre étude au MEB en mode BSE mais nous ne disposons que d'images 2D sur lesquelles les branches latérales et leur collier étaient coupées parallèlement à leur axe). Nous avons mesuré une épaisseur de collier de 0,1 à 0,25µm sur des branches de 0,2 à 0,3µm de diamètre, ce qui correspond à un diamètre D_{LBC} de 0,4 à 0,7µm (D_{LBC} a été estimé à 0,6µm dans l'étude MEB partie II.1.2.1)

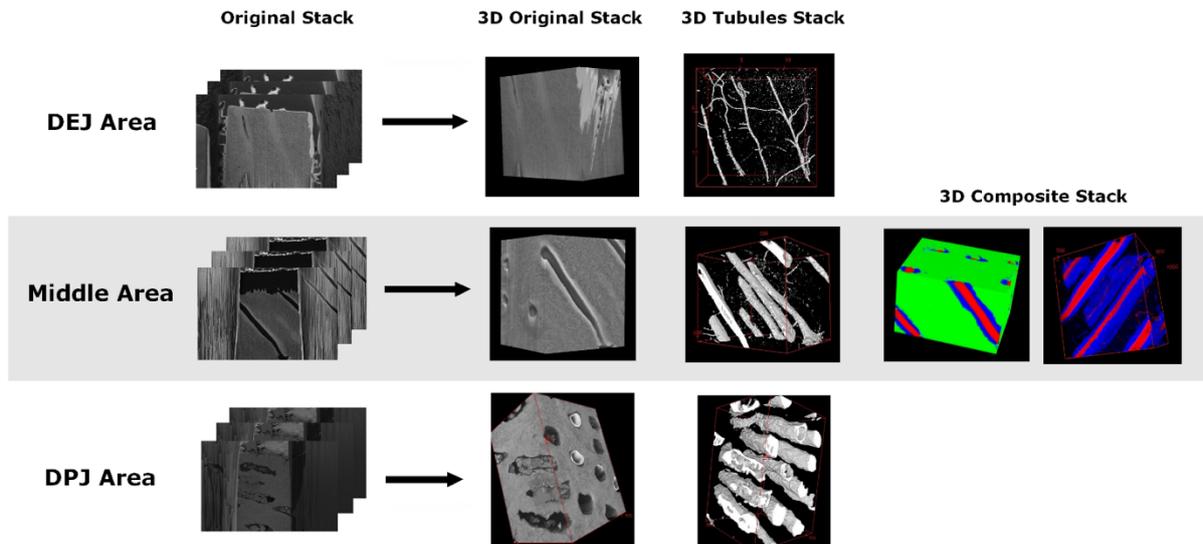


Figure 44 : Les microstructures 3D des trois zones choisies

Le principal avantage de cette technique est d'obtenir l'organisation des constituants PTD, ITD et lumières tubulaires en 3D mais malheureusement seules des petites zones (15 μ m de côté typiquement) peuvent être acquises avec le MEB-FIB utilisé. Une perspective intéressante serait d'utiliser un MEB-FIB plasma (pMEB-FIB) qui permet d'acquérir des zones plus grandes (comme illustré Figure 45). Il s'agira aussi d'optimiser les paramètres d'érosion pour diminuer au maximum l'effet rideau. En effet, nous n'avons pas réussi à obtenir en mode « slice and view » le même niveau de détail qu'en MEB 2D classique au niveau de la dentine intertubulaire alors que ce serait très intéressant de visualiser l'organisation des fibrilles de collagène et des cristaux d'hydroxyapatite en 3D.

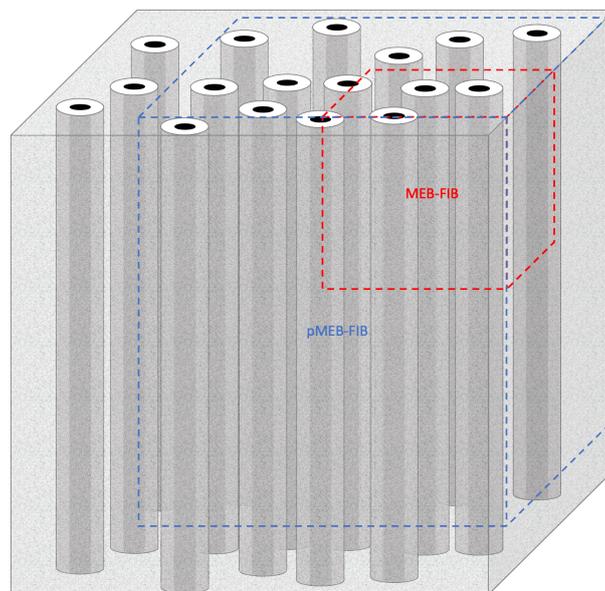


Figure 45 : Illustration de la zone imagée par MEB-FIB comparée au MEB-FIB Plasma (pMEB-FIB)

II.1.3. La multitude de canaux latéraux observés par microscopie confocale par balayage laser (CLSM)

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Wenlong Wang (2014-2017) et Ursule Muendi (M1, 2017)

Collaboration : Aurélien Gourrier (LiPhy) ; Elisabeth Dursun (URB2i) ; Jean-Pierre Attal (URB2i)

Pour mieux comprendre le réseau secondaire de la porosité dentinaire, je me suis tournée vers la microscopie confocale par balayage laser. L'intérêt de la microscopie confocale par balayage laser est d'imager en 3D la porosité d'une très grande zone (comparé au MEB-FIB ou au MEB-FIB plasma).

La microstructure de la dentine a été beaucoup étudiée en 2D (voir Chapitre I). Notre étude au MEB nous a permis de combler un manque de quantification des branches latérales de ces études 2D. Néanmoins, une meilleure compréhension du réseau poreux dentinaire nécessite des investigations tridimensionnelles tout le long de la dentine (ce qui n'est pas possible en utilisant le MEB-FIB). Des quantifications 3D de la porosité dentinaire ont été réalisées par porosimétrie par intrusion de mercure ((Vennat, 2009) et partie II.1.1 de ce Chapitre), mais seule une porosité moyenne sur un certain nombre de tranches de dentine est évaluée, ce qui ne permet pas la visualisation et la quantification locale de la microstructure. Les progrès récents dans le domaine de la tomographie à rayons X utilisant le contraste de phase (Zaslansky et al., 2010) et la cohérence (Zanette et al., 2015) de sources synchrotron très lumineuses ont permis d'obtenir une résolution suffisante pour résoudre les tubules en 3D. Toutefois, ces mesures restent difficiles et ne peuvent être réalisées en routine. Les progrès réalisés au cours des deux dernières décennies dans le domaine de l'optique, notamment en matière d'imagerie non linéaire, ont apporté de nouvelles connaissances sur la relation entre les tissus et leur microstructure (Elbaum et al., 2007). Toutefois, à ce jour, une description et une quantification 3D précises de la géométrie du réseau de tubules, de la connectivité et de la porosité locale correspondante font encore défaut. Pour compléter la connaissance de cette organisation, nous avons utilisé la microscopie confocale par balayage laser (CLSM).

Dans le domaine de l'odontologie, la technique CLSM est essentiellement utilisée pour étudier la dentine déminéralisée infiltrée et pour quantifier la profondeur de pénétration (Aguar et al., 2012; Meyer-Lueckel et al., 2006; Profeta et al., 2013; Sauro et al., 2012), étonnamment, cette technique a rarement été utilisée pour analyser la microstructure 3D de la dentine après l'étude de Kagayama et al. en 1999 (Kagayama et al., 1999).

Dans (Vennat et al., 2017), nous avons illustré l'utilisation de la technique CLSM pour étudier le réseau poreux de la dentine près de la jonction amélo-dentinaire (JAD). Nous proposons une visualisation précise du réseau de porosité en 3D, avec une haute résolution spatiale, sur des volumes d'échantillons statistiquement représentatifs grâce au CLSM. À partir des mesures, nous fournissons une description géométrique de la structure de la porosité, en introduisant de nouveaux paramètres microstructuraux

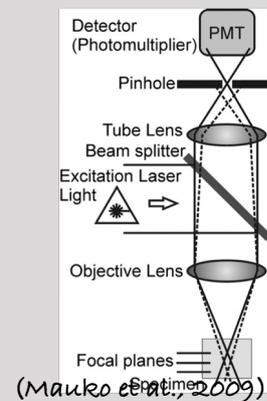
Technique : Microscopie confocale à balayage laser

Principe : interactions laser-matière

Sortie : pile d'images 3D (zone de 300x300x30µm)

Limitations: uniquement les porosités sont imagées, profondeur limitée (30µm)

Intérêt pour l'étude de la dentine: résoudre l'organisation tridimensionnelle du réseau poreux



quantitatifs pour décrire la ramification des tubules à plusieurs échelles. L'extraction des caractéristiques géométriques est cruciale afin de modéliser plus précisément le substrat dentinaire et, ce faisant, d'analyser ses propriétés mécaniques à partir d'une microstructure réaliste. Ce protocole permet aussi de réévaluer la porosité de la dentine.

II.1.3.1. Visualisation du réseau poreux de la dentine près de la JAD

Une évaluation qualitative de la morphologie du milieu étudié peut être réalisée grâce à la visualisation 3D des données CLSM. Un protocole de traitement et d'analyse d'image a été proposé afin de perdre le moins d'information sur le réseau poreux observé (plus de détails dans (Vennat et al., 2017)). La Figure 46 montre une région représentative de la structure poreuse de la dentine proche de la JAD. Cette figure est très frappante car elle révèle l'importance du réseau poreux secondaire constitué de branches latérales reliant les tubules. Jamais, les branches latérales de la dentine n'ont été imagé en 3D de la sorte.

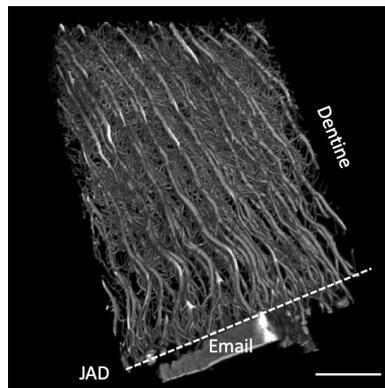


Figure 46 : Visualisation 3D de la dentine à une distance de 0-120 μm de la JAD (Vennat et al., 2017). Barre d'échelle : 30 μm .

Le deuxième constat frappant réside dans les oscillations nette des tubules autour de leur axe principal, qui semblent plus prononcées vers la JAD. La forme de S des tubules a déjà été rapporté dans des études précédentes (Mjör and Nordahl, 1996). Cependant, cette description faisait référence à une observation en 2D et on peut supposer que les tubules aient une forme 3D plus complexe que lorsqu'ils sont vus en projection, comme dans le cas de la structure hélicoïdale observée dans l'ivoire d'éléphant (Albéric et al., 2018).

Les projections (intensité maximale) du tubule isolé dans la direction axiale (Figure 47) tendent à indiquer que la forme tubulaire est soit sinusoïdale, soit hélicoïdale puisque cette dernière implique des projections circulaires. Par conséquent, la description de la "forme en S" (Mjör and Nordahl, 1996) dérivée de l'analyse 2D ne semble que partiellement valide au vu de nos mesures 3D.

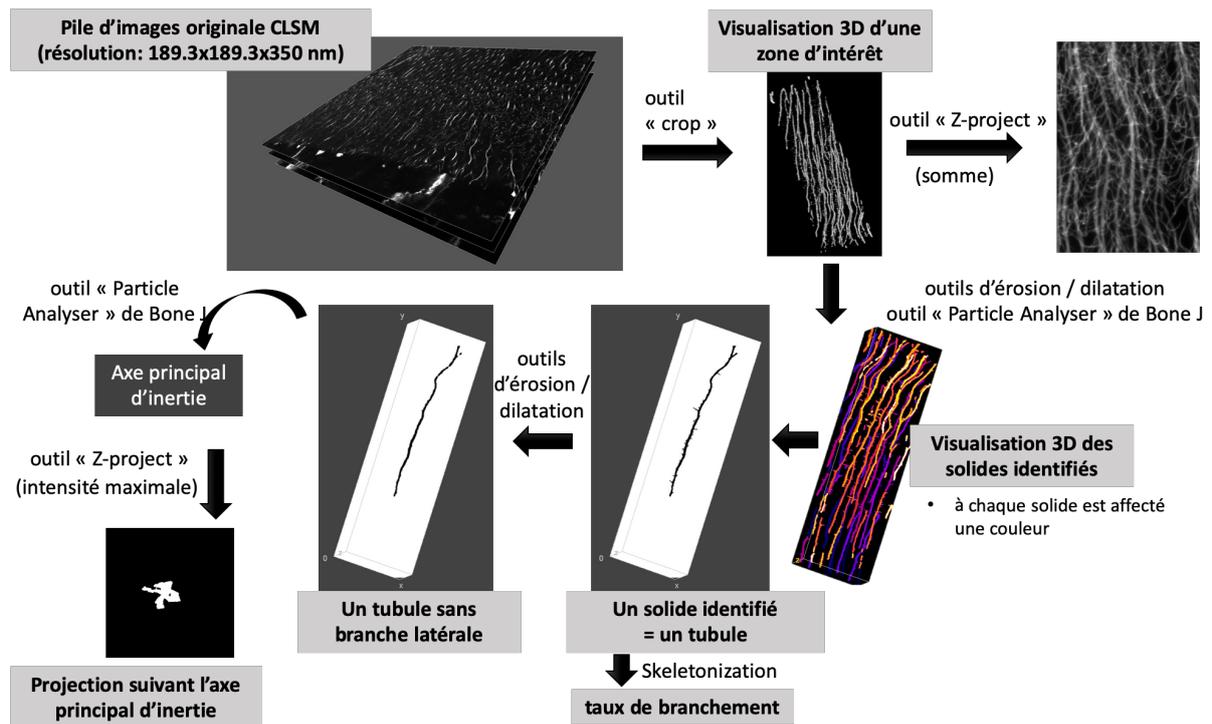


Figure 47 : Protocole d'analyse d'images CLSM (Vennat et al., 2017)

Le degré considérable de ramification près de la JAD, où la densité des tubules est réduite par rapport à celle de la région de la pulpe, n'a pas été observé à de plus grandes distances de la JAD et pourrait être dû à la nécessité de ressentir une contrainte et d'établir une communication intercellulaire au début du mouvement cellulaire collectif, c'est-à-dire dans les premières étapes de la dentinogenèse.

Une projection en Z a été réalisée en additionnant les niveaux de gris des différentes coupes. Les tubules semblent présenter des trajectoires en phase (Figure 48) ce qui suggère un déplacement cellulaire collectif pendant la dentinogenèse. Il y a des indications dans la littérature que de telles microstructures pourraient avoir un impact bénéfique sur les propriétés mécaniques macroscopiques (Fung, 2013; Wang et al., 1997). Cependant, il n'est pas clair si la contrainte subie par les cellules lors de la formation de la matrice extracellulaire formant le tissu est, à son tour, responsable de ce mouvement oscillatoire collectif.

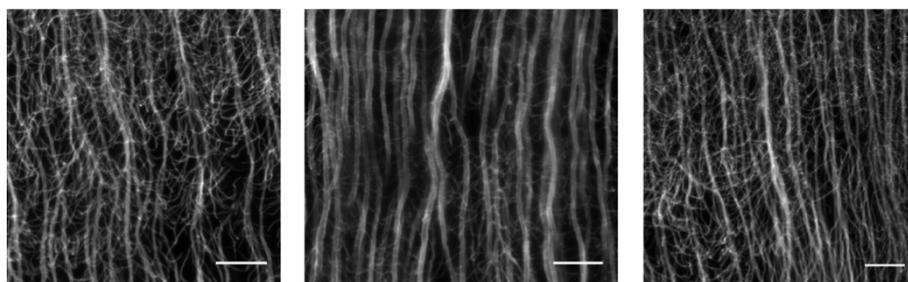


Figure 48 : Projection en Z (somme) à 3 endroits différents (Vennat et al., 2017). Barre d'échelle : 15µm.

Il est intéressant de noter que les tubules se divisent à une distance entre 5 et 30 µm de la JAD en deux branches (branches majeures selon la classification de Mjör et Nordahl (Mjör and Nordahl, 1996)) ou plus qui ne se trouvent pas dans le même plan (Figure 46) si bien que l'appellation branches "en fourche" ou branches "en delta" semblerait plus adapté que l'appellation consacrée « branches en Y ». De plus, cette structure 3D devrait avoir une conséquence mécanique car une morphologie en Y

entraînera un comportement mécanique différent de celui d'une morphologie en delta (avec de multiples branches).

Dans cette région près de la JAD, les tubules présentent un grand nombre de branches latérales s'étendant latéralement à partir du tubule à environ 45°. Ce réseau poreux est illustré plus en détail dans la Figure 49. L'organisation des branches latérales, dont le rôle n'est pas clair, est intrigante. On observe que certaines d'entre elles forment des ponts (arches) entre les tubules voisins, ce qui, en plus d'un effet mécanique, pourrait indiquer une communication intercellulaire potentielle, renforçant ainsi l'idée d'un mouvement cellulaire coordonné. D'autres forment des branches qui ne sont pas reliées à d'autres tubules. Cela pourrait être un artefact de notre mesure, en raison d'un manque de résolution spatiale pour visualiser les plus petites branches (ou les plus petites parties de branche) qui pourraient exister.

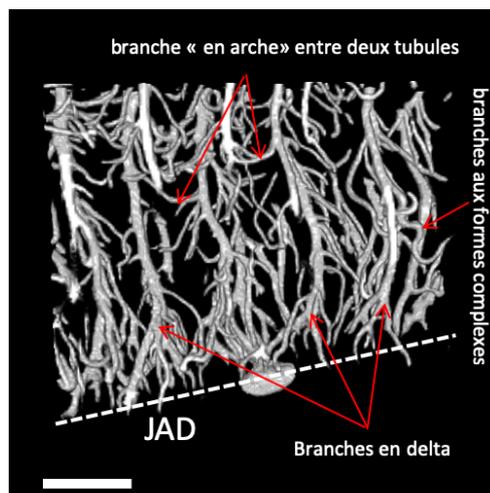


Figure 49 : La complexité du réseau poreux de la dentine près de la JAD (Vennat et al., 2017). Barre d'échelle : 30 μ m.

II.1.3.2. Analyse quantitative du réseau

Le principal avantage de l'imagerie CLSM est la visualisation et la caractérisation morphologique tridimensionnelle. Cependant, il est également intéressant d'étudier la structure des pores en termes de porosité et de distribution de la taille des pores.

La résolution spatiale du CLSM ne permet pas de détecter les microbranches (25-200nm) et les nanoporosités les plus petites. En effet, la taille du voxel est de 189,3nm x 189,3nm x 350nm. Il est clair qu'une détermination de la porosité à la limite de la résolution spatiale est discutable en raison d'un échantillonnage optique inadéquat. Cependant, la porosité de 1,8% (évaluée à l'aide d'un des protocoles de seuillage proposés dans (Vennat et al., 2017)), qui est principalement due aux tubules, correspond à l'analyse d'image MEB (2D) effectuée sur le même échantillon (1,2%) et à celles indiquées dans la littérature (Pashley, 1989; Vennat et al., 2009). Ainsi, il est possible d'obtenir un aperçu de la distribution tridimensionnelle de la taille des pores de la dentine en utilisant le CLSM combiné à l'imagerie MEB (l'analyse des images MEB permettant une évaluation réaliste du diamètre des tubules)

La distribution des diamètres de pores (lumières tubulaires et branches latérales) peut être obtenue en utilisant un algorithme appelé « maximum covering sphere » (MCS) dont le principe est de calculer le diamètre de la plus grande sphère incluse dans le volume poreux.

La Figure 50 montre la distribution bimodale des diamètres de pore dans une zone après la zone de jonction ou les tubules se divisent.

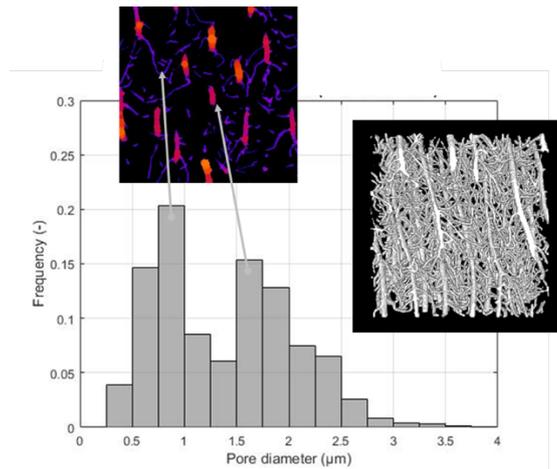


Figure 50: Distribution de taille de pores, visualisation 3D de la pile d'images seuillées correspondante. Chaque pic est illustré sur une image 2D dont les couleurs indiquent le diamètre obtenu par l'algorithme MCS (Vennat et al., 2017).

Il est intéressant de remarquer que la taille des pores correspondant aux branches latérales détectées représente plus de 30% du volume des pores. Ainsi, bien que le diamètre des branches latérales soit faible, cette taille de pore n'est pas négligeable en raison de sa densité élevée (dans la zone de dentine étudiée) et doit être prise en compte dans l'évaluation de la porosité et dans la modélisation mécanique du tissu.

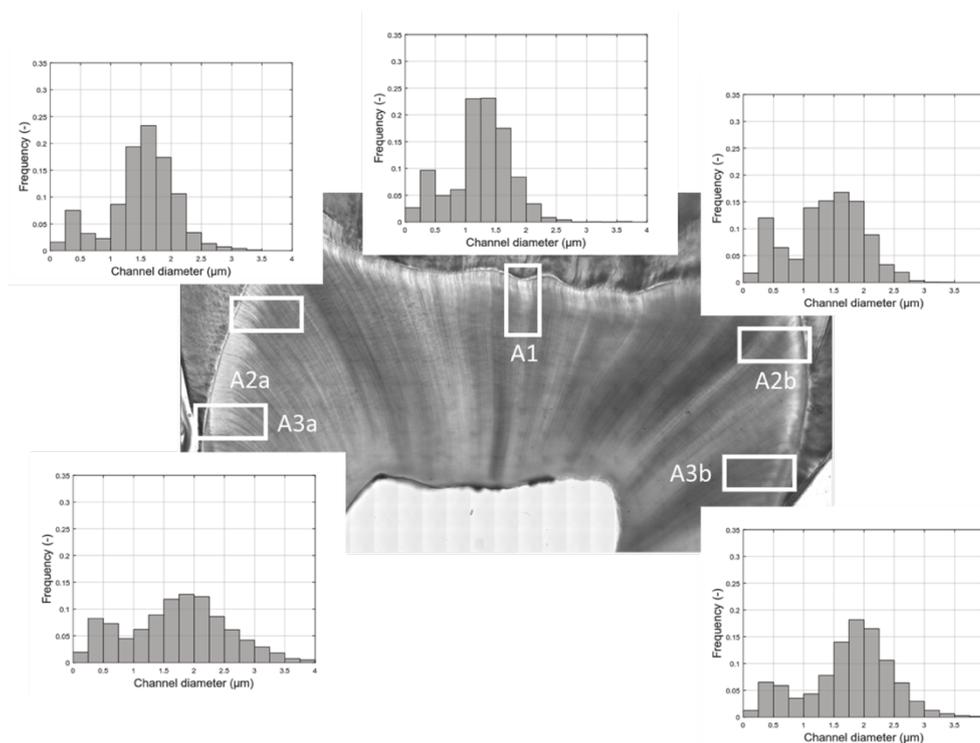


Figure 51 : Variation de la distribution de taille de pore avec la localisation dans une même dent (Vennat et al., 2017).

Globalement, sur un volume d'environ $200\mu\text{m} \times 200\mu\text{m} \times 35\mu\text{m}$, les différentes zones de la couronne dentaire (correspondant à une zone occlusale pour A1 et à des zones latérales pour A2a, A2b, A3a et A3b sur la Figure 51) présentent une distribution de taille de pores similaire pour les 3 échantillons imagés (3 dents différentes). Cependant, dans tous les cas, la visualisation 3D montre qu'il y a une évolution de la microstructure de la JAD vers la pulpe. Pour confirmer et quantifier cette observation,

la variation de la distribution en fonction de la distance à la JAD a été étudiée. La Figure 52 illustre la région étudiée et définit les emplacements choisis dans cette région.

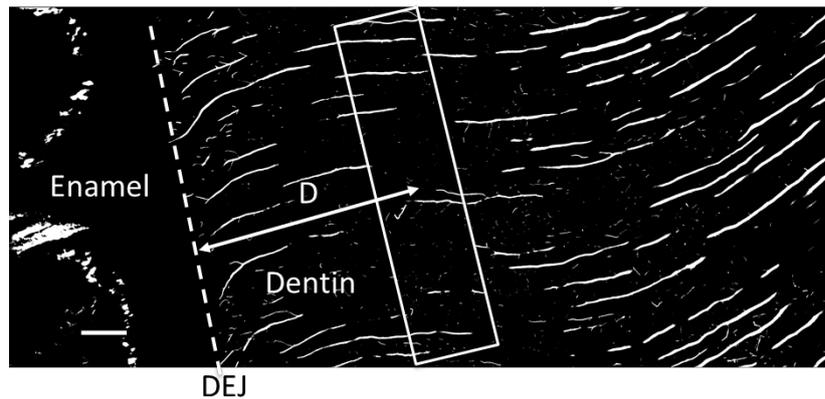


Figure 52 : Définition des lieux choisis pour étudier la variation des distributions de taille de pores en fonction de la distance D à la JAD (Vennat et al., 2017). Barre d'échelle : $15\ \mu\text{m}$.

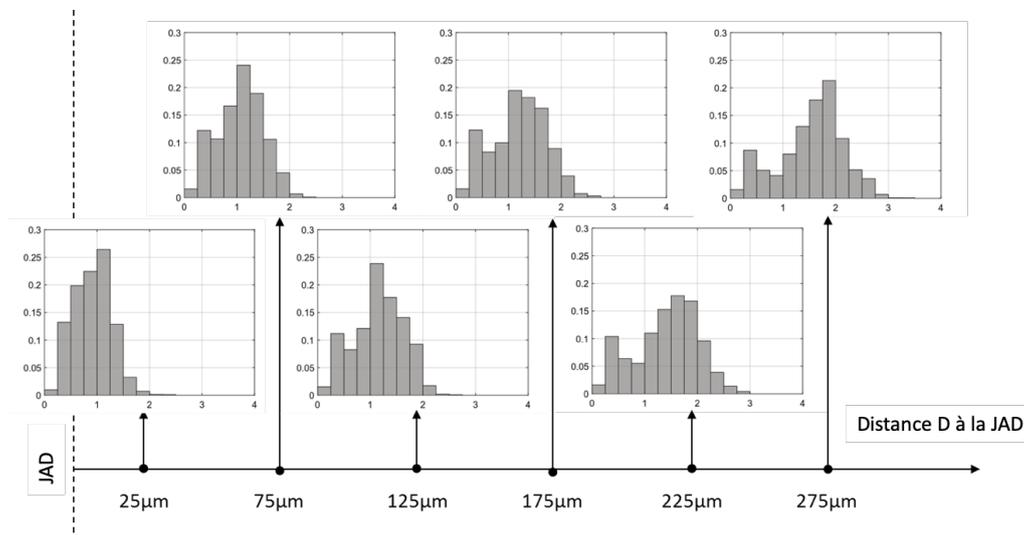


Figure 53 : Variation de la distribution de taille de pore avec la distance à la JAD (Vennat et al., 2017).

La variation à l'intérieur d'une même zone en fonction de la distance à la JAD a également été étudiée. La distribution évolue clairement d'une distribution unimodale à une distribution bimodale montrant que les tubules et les branches en forme de Y ont des diamètres similaires dans une zone proche de la JAD (ils sont donc inclus dans le même pic de la distribution). En s'éloignant de la JAD, le diamètre des lumières tubulaires devient plus grand et des branches latérales apparaissent (avec un pic de taille de pores distinct). À l'heure actuelle, il n'existe qu'une quantité limitée d'informations concernant cette distribution. Il pourrait donc être intéressant d'étudier plus avant ces variations sur l'ensemble de la dentine (de la JAD à la cavité pulpaire) afin de mieux évaluer la structure poreuse locale de la dentine qui est trop souvent simplifiée à l'excès. Des acquisitions ont été réalisées et sont en cours d'analyse.

II.1.3.3. Bilan CLSM

Cette étude inédite nous a permis de mieux connaître le réseau poreux de la dentine près de la JAD. Le réseau poreux secondaire constitué de branches latérales est pour la première fois visualisé en 3D. La porosité de ce réseau a été quantifiée et sa morphologie discutée. Les tubules prennent une forme sinusoïdale (appelée forme en S) et se séparent en plusieurs branches formant des deltas à la JAD. Les branches latérales ne sont pas droites mais forment des arches et leur porosité n'est pas négligeable dans la zone étudiée. Leur impact sur la mécanique de la dentine est étudié partie II.2.5.

Des données sur l'ensemble des « dentines » (sur toute la profondeur de dentine, de la pulpe à la JAD) sont en cours de traitement. Et nous souhaitons poursuivre nos investigations en étudiant la dentine atteinte de dentinogenèse imparfaite ainsi que la dentine traitée pour hypersensibilité dentaire avec cette même technique.

II.1.4. L'imbrication des fibres de collagène et des cristaux d'hydroxyapatite mis à jour par microscopie électronique à transmission

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Asef Hemmati (Doctorant 2018-) et Margot Leclercq (stagiaire UTC, 2020)

Collaboration(s) principale(s) : Nicolas Schmitt (LMT), Muriel Deladure Molla (Institut Imagine, INSERM UMR 1163)

Les études précédentes m'ont permis de mieux comprendre le tissu dentinaire et ses 3 phases (PTD, ITD et le réseau poreux), de quantifier leurs variations en termes de diamètre, de taux surfacique ou volumique. J'ai aussi caractérisé les branches latérales peu étudiée jusqu'ici. Néanmoins, dans les matériaux naturels, l'échelle des nano-structures a souvent un rôle important à jouer et Bar-On et al. (Bar-On and Wagner, 2012) ont montré que l'organisation intertubulaire jouait un grand rôle dans la mécanique du tissu dentinaire. Pourtant cette organisation est encore mal connue. (lien chapI) J'ai donc récemment commencé une étude de cette organisation (utilisation du MET Titan) dans le cadre du projet ToTEM dont je décris les objectifs et illustre les premiers résultats dans ce qui suit.

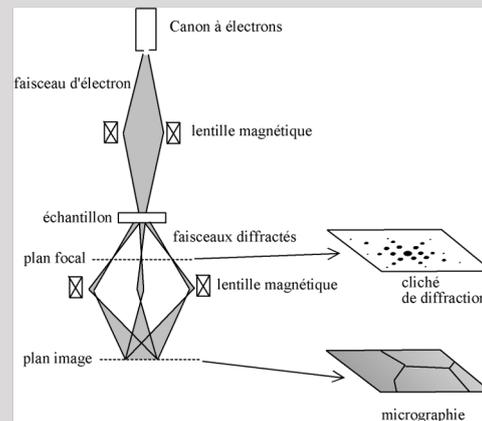
Technique : Microscopie électronique à transmission

Principe : interactions électrons-matière

Sortie : images hautes résolution, réseau diffracté, carte des composants chimiques

Limitations: taille de la zone, artefacts de préparation...

Intérêt pour l'étude de la dentine: résoudre l'arrangement fibrilles de collagène/cristaux d'hydroxyapatite



II.1.4.1. Objectifs du projet

Le projet ToTEM (débuté en Septembre 2020, financement LaSIPS) a pour objectifs :

- d'imager cette nano -structure à l'aide du MET Titan (EquipEx MatMeca). Grandfield *et al.* (Grandfield et al., 2018) ont imagé le tissu osseux au MET Titan. Une telle étude n'a encore jamais été réalisée sur la dentine à ma connaissance.
- de caractériser la réponse mécanique de cette nano-structure grâce à un essai de compression in-situ (dispositif existant MSSMat/SPMS). Cela permettra de confirmer ou infirmer les modèles mécaniques existants qui ne sont pas toujours en accord en ce qui concerne la source d'anisotropie dans la dentine et souffrent du manque de données expérimentales (Bar-On and Wagner, 2012).
- de déterminer les différences entre différents types de tissu notamment un tissu atteint de dentinogénèse imparfaite DI. Sur chaque type de dent, plusieurs zones seront imagées afin de quantifier les gradients de nano-structure et de propriétés mécaniques. Le cas de la dentinogénèse imparfaite est particulièrement intéressant car investiguer la nano-structure

d'un tissu pathologique va nous permettre de mieux comprendre cette maladie et donc mieux la soigner (collaboration avec M. Deladure Molla de l'Institut Imagine).

II.1.4.2. Premiers résultats

Préparation au MEB-FIB

L'extraction de la lame se fait au MEB-FIB, les étapes sont détaillées Figure 54. Dans notre première étude, nous avons choisi de prélever la lame soit perpendiculairement aux tubules soit parallèlement à ceux-ci.

La première lame a été prélevée perpendiculairement aux tubules. C'est pourquoi la dent a été coupée longitudinalement, de façon à avoir une surface où les tubules sont coupés le long de leur axe (Figure 54b). La lame étant prélevée perpendiculairement à cette surface, le tubule sera donc bien coupé perpendiculairement à son axe (Figure 54d).

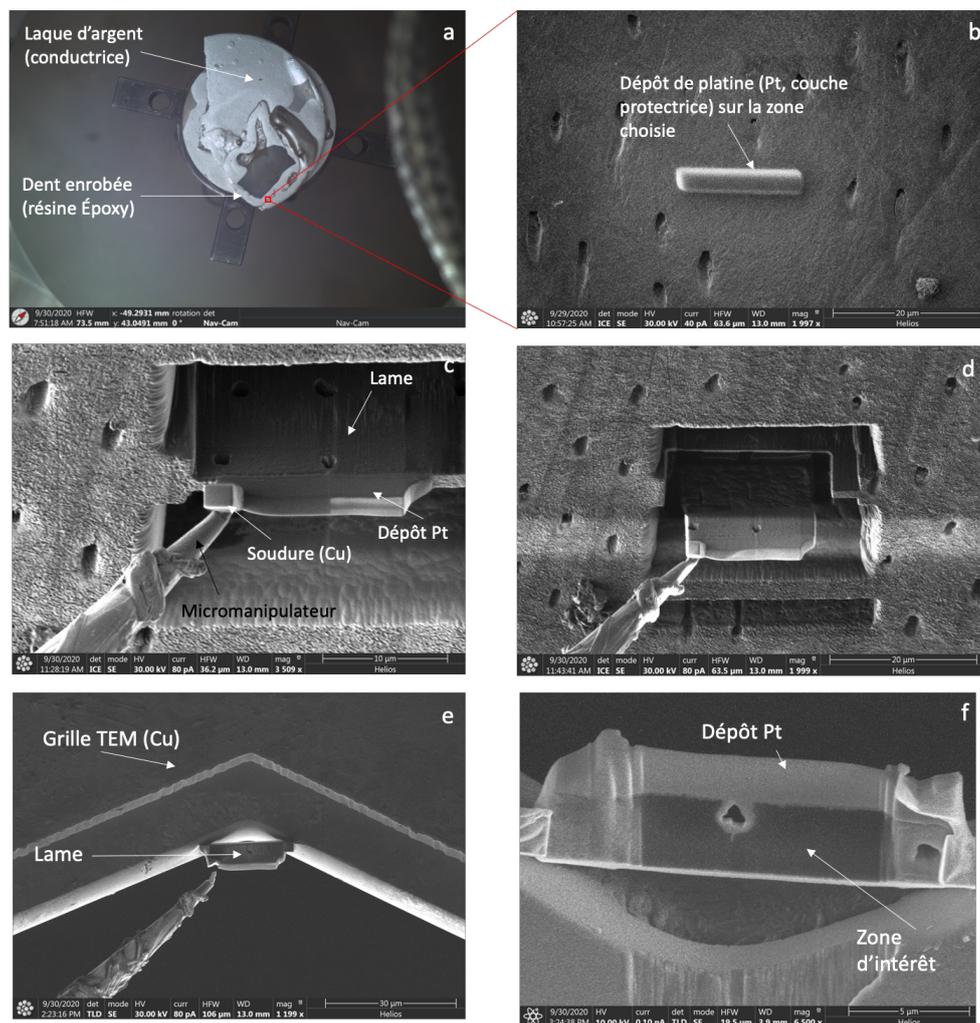


Figure 54 : Usinage de la lame au MEB-FIB. a: observation (microscopie optique) de l'échantillon sur son support dans la chambre à vide. b: observation (microscopie électronique) et détermination de la zone d'intérêt sur laquelle est effectué un dépôt ionique de platine (Pt). c: « Découpe » ionique (Ga^+) pour dégager la zone d'intérêt et soudure du micromanipulateur sur la lame. d: découpe de la lame (ions Ga^+) et « lift-out » : le micromanipulateur avec la lame soudée sont retirés (soulevés). e: soudure (au cuivre) de la lame sur la grille récupératrice (en cuivre). f : amincissement ionique (Ga^+) de la lame jusqu'à une épaisseur ≈ 100 nm. (Illustration : Margot Leclercq)

Premières observations et quantifications

Les premières observations ont donc été menées sur une lame perpendiculaire à l'axe du tubule. Deux zones d'intérêt sont visibles : la dentine péri-tubulaire qui apparaît comme une zone claire sur la Figure

55 (encadré rouge) et la dentine intertubulaire qui apparaît comme un composite fibré sur ce même encadré. Dans la dentine intertubulaire, les fibrilles de collagènes semblent majoritairement orientées dans le plan de la lame (Figure 55, encadré bleu). Leur périodicité de 67nm (liée à l'organisation interne des molécules de tropocollagène avec des lacunes périodiques dans lesquelles s'insèrent les lamelles minérales, voir Chapitre I) est bien retrouvée. Il est aussi possible de mesurer l'épaisseur des lamelles minérales qui est d'environ 5nm. Des lamelles minérales inter- et intra- fibrillaires sont bien observées.

Les points en étude actuellement sont :

- L'orientations des fibrilles organiques (analyse d'image)
- L'orientation des lamelles minérales intra et inter-fibrillaires (analyse des schémas de diffraction)
- La forme des lamelles minérales (sont-elles courbées comme dans l'os ?)
- La zone d'interface entre la dentine péri-tubulaire et la dentine intertubulaire
- L'amélioration de l'usage FIB (diminution des artefacts de type rideau)

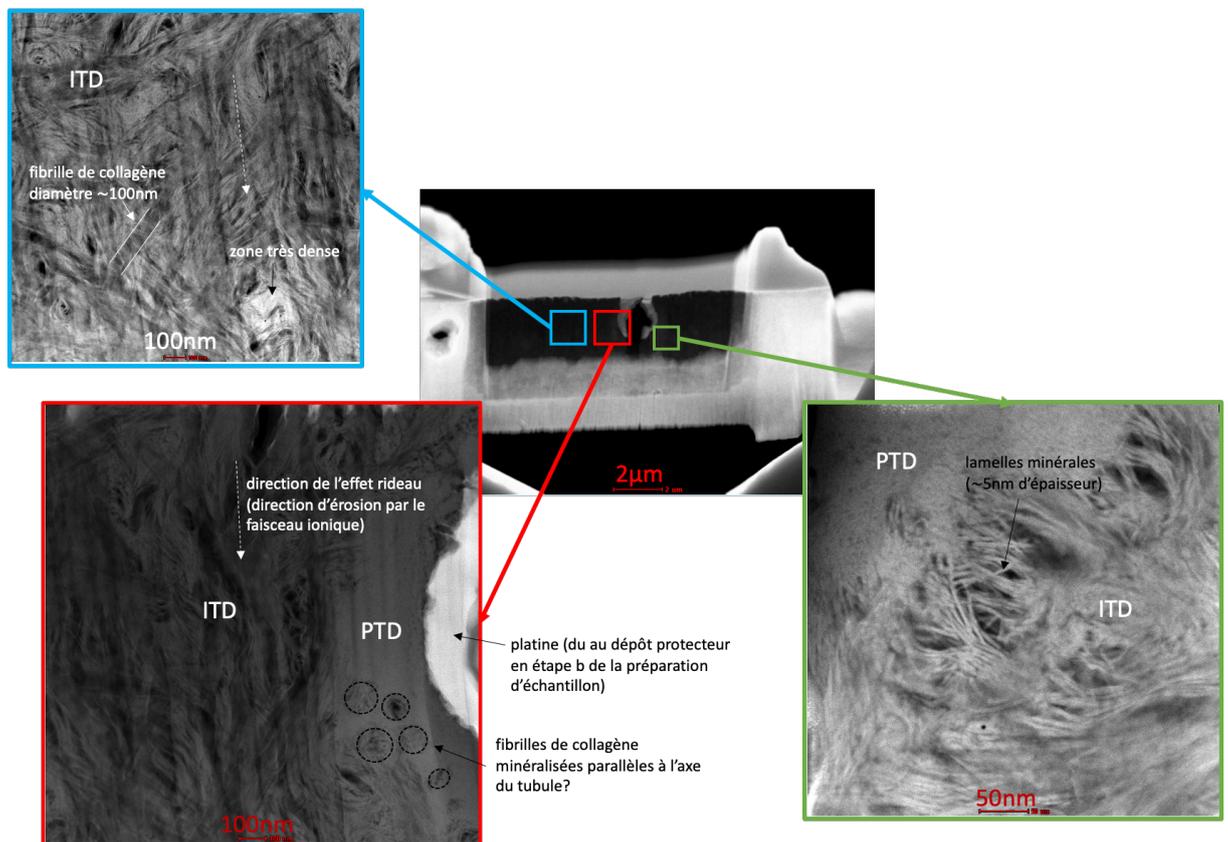


Figure 55 : Images MET de la première lame (coupe perpendiculaire aux tubules).

Conclusion partielle : quels enseignements sur la micro- et nano-structure de la dentine ?

J'ai étudié la microstructure de la dentine et en particulier son réseau poreux à l'aide de différents moyens expérimentaux permettant de sonder différentes échelles. Les zones étudiées pour chaque technique sont indiquées Figure 56.

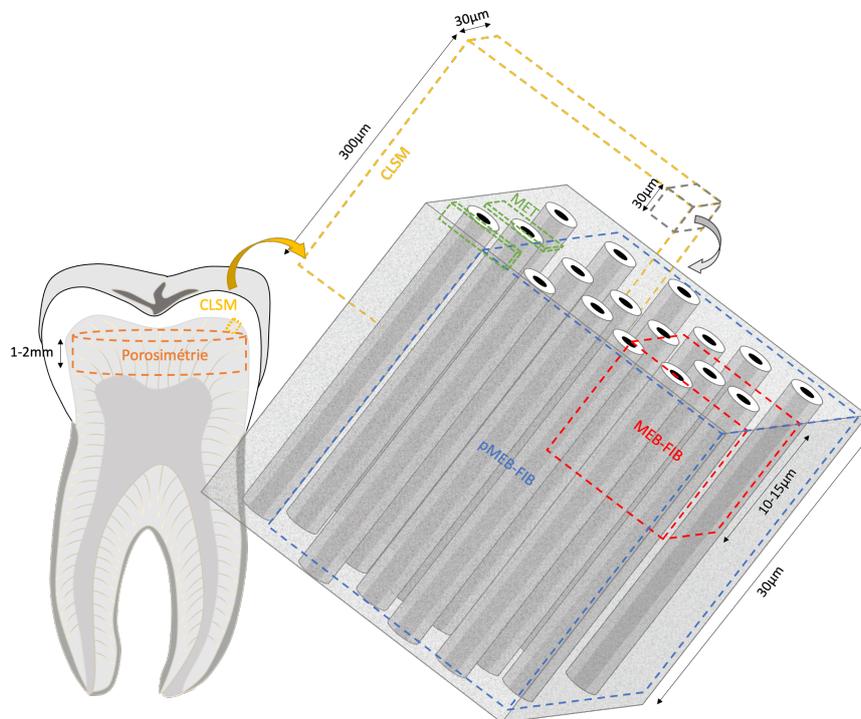


Figure 56 : Les zones sondées par chaque technique expérimentale utilisée. Par souci de clarté, les LB n'ont pas été représentées.

La porosimétrie par intrusion de mercure permet de quantifier le réseau poreux de la dentine sur des échantillons de « grandes » dimensions et les caractéristiques volumiques moyennes sont déterminées. Utilisée sur de la dentine intacte, cette technique permet de quantifier la porosité du réseau de tubules et de branches latérales sans distinction. La déminéralisation ou déprotéinisation préalable permet de caractériser les phases minérale et organique. Ces essais m'ont permis d'évaluer les taux des phases : environ 5% de vide, 65 à 85% de phase minérale et 10 à 30% de phase organique. Des pores d'environ 20nm sont créés par la déprotéinisation chimique corroborant le fait que les fibrilles de collagène possèdent des cristaux minéraux internes.

La microscopie confocale à balayage laser (CLSM) a permis de visualiser le réseau poreux de la dentine sur une large zone (avec une profondeur de 30µm), les deux réseaux poreux sont alors distingués : réseau primaire de lumières tubulaires et réseau secondaire de branches latérales. Les tubules exhibent une forme en S et se séparent en branches majeures sous forme de delta à la JAD, zone sur laquelle nous avons concentré nos efforts jusqu'ici. Un réseau secondaire foisonnant fait de branches latérales est révélé, il est imagé et quantifié pour la première fois en 3D.

L'étude au MEB nous a permis de voir et quantifier les colliers minéraux de ce réseau secondaire, très peu étudiés. En effet, la microscopie confocale à balayage laser permet uniquement d'imager les pores du milieu, l'étude MEB permet donc de compléter la connaissance du réseau secondaire en imageant et distinguant les phases de la dentine (vides, colliers minéraux et dentine intertubulaire). Le MEB-FIB en mode « slice and view » permet d'imager en 3D ces mêmes constituants sur une zone limitée (15µm de côté).

L'imbrication des parties minérales et organique de la dentine est encore mal connue. Les images MEB permettent de distinguer une texture liée à l'imbrication fibrilles de collagène/cristaux d'HAP. Pour l'instant, la quantification de cette zone grâce aux images MEB reste difficile et c'est vers des observations et quantifications au MET que mes travaux s'orientent.

Dans mon travail, plusieurs techniques d'investigation de la structure hiérarchique de la dentine ont donc été (ou sont en train d'être) mises en place. Un soin particulier a été pris pour analyser les quantités de données obtenues et décrire de manière quantitative les structures observées. Pour l'instant, je n'ai pas mis en place de méthode de microscopie corrélative mais c'est une piste intéressante afin de croiser toutes les données acquises.

L'ensemble des analyses a été réalisée sur des tissus sains et j'espère pouvoir très bientôt mettre à profit les protocoles expérimentaux mis en place pour étudier des tissus pathologiques (notamment la dentino-genèse imparfaite), les tissus de patients âgés et les tissus restaurés (couche hybride, traitement de l'hypersensibilité...) et les interfaces.

La variation notable de microstructure observée d'une zone à l'autre m'a convaincue que pour mieux comprendre le comportement mécanique de la dentine, il est nécessaire de passer par des essais sur des éprouvettes dans lesquelles la microstructure varie peu. C'est donc des micro-essais qu'il faut réaliser, c'est l'orientation qu'a pris mon travail présenté dans la partie II.2.4.

II.2. Sonder les propriétés mécaniques de la dentine et leur lien avec la microstructure (mécanique du tissu dentinaire)

La caractérisation morphologique aux différentes échelles menée dans les parties précédentes a pour but final de mieux comprendre le comportement mécanique du tissu. En effet, ce sont les différentes organisations aux différentes échelles qui confèrent aux tissus biologiques leurs incroyables et diverses propriétés. Ceux-ci sont majoritairement multi-fonctionnels. Néanmoins, dans la suite, je vais me focaliser sur la mécanique du tissu (en lien avec sa morphologie).

Mes travaux ont une forte coloration expérimentale mais il me semble très important d'utiliser les outils numériques de modélisation mécanique pour mieux comprendre le tissu et prédire son comportement. Je me sers beaucoup des simulations en tant qu'outils pour faire de l'expérimentation numériques. Elles me permettent de tester l'importance des paramètres morphologiques ou mécanique quantifiés dans mon travail expérimental.

Pour sonder les propriétés mécaniques de la dentine, j'ai menée des études expérimentales à différentes échelles. Des premiers essais à une échelle « macro » aux essais de nano-indentation, je me suis finalement dirigée vers des essais à une échelle intermédiaire encore peu considérée.

II.2.1. Quelles éprouvettes et quels essais pour sonder quel type de dentine ?

Les essais macroscopiques sur la dentine sont généralement réalisés sur des éprouvettes les plus « massives » possible comprenant plusieurs types de dentine et des orientations tubulaires diverses, rendant l'analyse du lien microstructures / propriétés difficile.

De plus, souvent la maîtrise de la géométrie des éprouvettes semble discutable.

Afin de mener des essais rendant possible une interprétation du lien structure-propriétés, mon approche a été la suivante :

- Évaluer l'impact de la géométrie de l'éprouvette testée et de sa prise en compte dans l'analyse sur les résultats en termes de module d'Young notamment (II.2.2.1)
- Mettre en place des essais macroscopiques avec contrôle de la géométrie des éprouvettes et caractérisation microscopique de la microstructure (II.2.2.2)
- Réaliser des essais de nano-indentation pour évaluer les caractéristiques locales de la PTD et de l'ITD (II.2.3.1)

L'ensemble de ces essais m'a poussé à considérer une échelle intermédiaire qui permettrait de sonder les dentines une par une, je suis donc en train de développer des micro-essais (sous MEB et nano-indenteur, voir partie II.2.4).

II.2.2. Les enseignements des essais « macroscopiques »

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s): Wenlong Wang (2014-2017); Timothée Eggen (M2, 2016); Yannick Yasothan (M2, 2019-...)

Collaboration(s) principale(s): Jean-Marc Allain (LMS); Chloé Arson (GeorgiaTech); Jean-Pierre Attal (URB2i)

II.2.2.1. Flexion trois points

Dans un premier temps, afin de faciliter la fabrication d'éprouvette nous avons choisi de mettre en place un essai de flexion 3 points. La réflexion et les tests pour définir un protocole d'obtention d'éprouvettes à géométrie contrôlée m'a menée à opter pour le protocole de préparation des échantillons suivant :

- Enrobage de la dent (éventuellement dans un support compatible avec la machine-outil du point 3 suivant)
- Micro-tomographie par rayons X et repérage des zones à usiner
- Écriture du programme d'usinage et usinage avec une machine-outil à commande numérique dentaire
- Polissage soigneux des faces (à l'aide de dispositifs adaptés)

Essai : Flexion 3 points

Éprouvette : parallélépipède rectangle de section millimétrique obtenue par usinage et polissage

Limitations : taille de l'éprouvette (contient plusieurs « dentines », large variation de morphologie)

Sortie : Module d'Young, contrainte maximale en flexion

Intérêt pour l'étude de la dentine : éprouvettes relativement simples à obtenir, machine d'essai classique

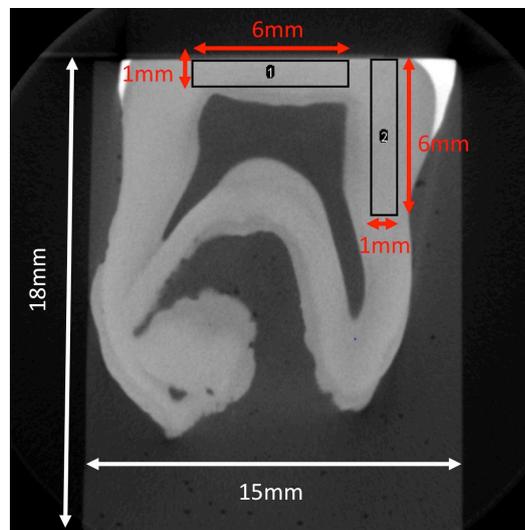
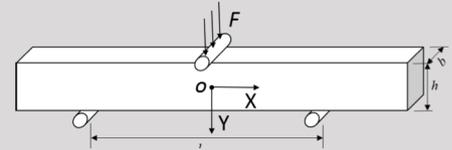


Figure 57 : Exemple d'analyse d'un scan microCT (une seule coupe est représentée) pour prévoir l'usinage des éprouvettes (Arson et al., 2020).

Grâce à un tel protocole, nous avons obtenu des poutres de 1 à 2mm de section et une dizaine de mm de longueur.

Un dispositif de flexion trois points a ensuite été conçu, fabriqué et adapté soit dans une mini-machine que nous avons placé sous un microscope, soit directement sur une machine de traction (avec prise de photographie pendant l'essai). Les images pendant l'essai nous permettent d'évaluer les champs de déplacement et de déformation de l'éprouvette pendant l'essai. Un schéma issu des travaux de

thèse de Wenlong Wang (Wang, 2016) illustre l'essai et la zone imagée au microscope optique dans ce cas (Figure 58).

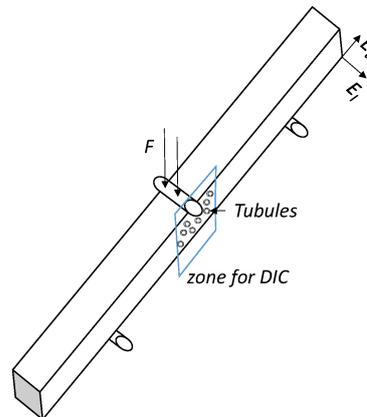


Figure 58 : Schéma de l'essai de flexion trois points. La zone imagée sous microscope optique est indiquée, ainsi que la direction moyenne des tubules (Wang et al., 2015).

La plupart des essais de la littérature ne font pas une estimation fine des déformations et des contraintes lors de tels essais. En effet, les équations de la théorie des poutres est appliquée. Dans Wang et al. (Wang et al., 2015), nous montrons que cela induit des erreurs dans l'estimation de la résistance à la flexion ainsi que du module d'Young.

Pour y palier, nous avons choisi d'estimer les déformation grâce à la corrélation d'images numériques des images prises au microscope pendant l'essai. Le champ de contrainte est quant à lui déduit par une analyse par la méthode des éléments finis.

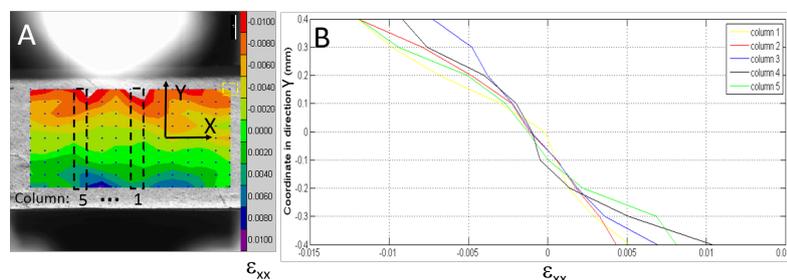


Figure 59 : Champ de déformation obtenu par corrélation d'images numériques. A. la zone imagée pendant l'essai et le champ ϵ_{xx} . B. Distributions de ϵ_{xx} selon y (Wang et al., 2015)

Les résultats obtenus sur une éprouvette test sont satisfaisants (module transverse E_t de 11,9GPa et contrainte maximale en flexion de 143,9MPa, (Wang et al., 2015)) mais bien que la forme externe de l'éprouvette soit maîtrisée, la morphologie interne de celle-ci est assez mal connue. C'est pourquoi j'ai ensuite cherché à coupler l'essai avec une analyse amont plus fine de la microstructure de l'éprouvette.

C'est ce que nous avons fait pour valider le modèle mis en place avec Chloé Arson (Arson et al., 2020): en plus des essais de flexion, nous avons caractérisé les éprouvettes au MEB. En particulier, nous avons déterminé la distribution de $\alpha = \frac{R_{PTD}}{R_L}$, le rapport des diamètres du collier péri-tubulaire et de la lumière tubulaire et le taux volumique d'ITD, données d'entrée du modèle.

II.2.2.2. Compression sous microscope optique en chambre environnementale

Plus l'échantillon est petit, plus l'orientation des tubules est « facile » à décrire donc comme il est question de relier la structure aux propriétés, mes travaux vont dans ce sens.

Dans le cadre de la thèse de Wenlong Wang, nous avons mis en place des essais de compression sur des éprouvettes parallélépipédiques (Figure 60), forts de l'expérience acquise pour mettre en place les essais de flexion. L'essai de compression permet de réduire la taille de l'éprouvette et, s'il est correctement réalisé, d'avoir un champ de contraintes plus simple au sein de l'éprouvette.

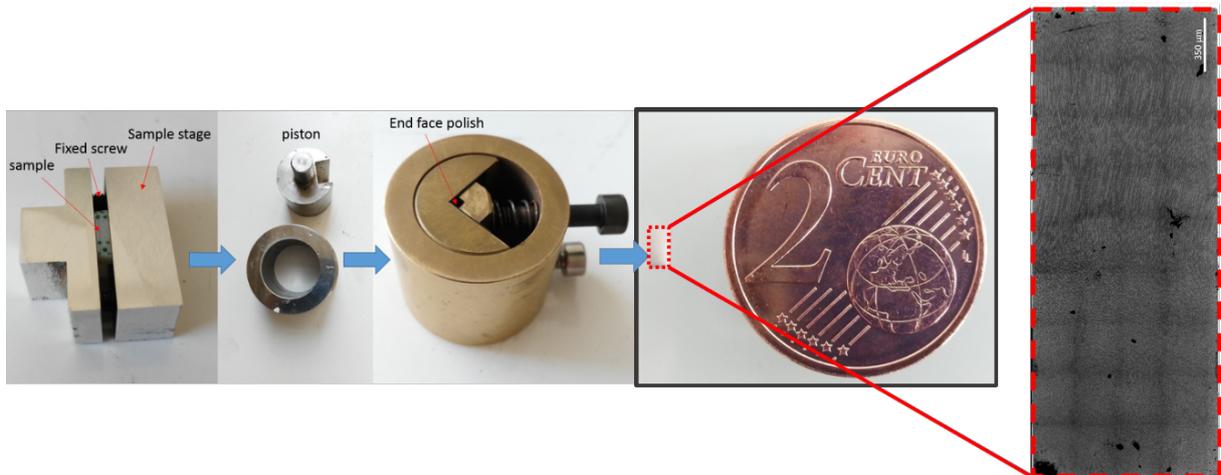


Figure 60 : Dispositif de polissage de l'éprouvette (après usinage de celle-ci) et exemple d'éprouvette obtenue. Vue au MEB environnemental de la surface d'un échantillon, révélant sa microstructure. On remarque que l'orientation des tubules varie encore beaucoup le long de l'échantillon (d'après la thèse de Wenlong Wang, (Wang, 2016)).

Dans le cadre de cette étude, l'essai est réalisé sous microscope optique (sur éprouvette avec un mouchetis) dans une enceinte climatique et la microstructure est caractérisée en amont sous MEB environnemental.

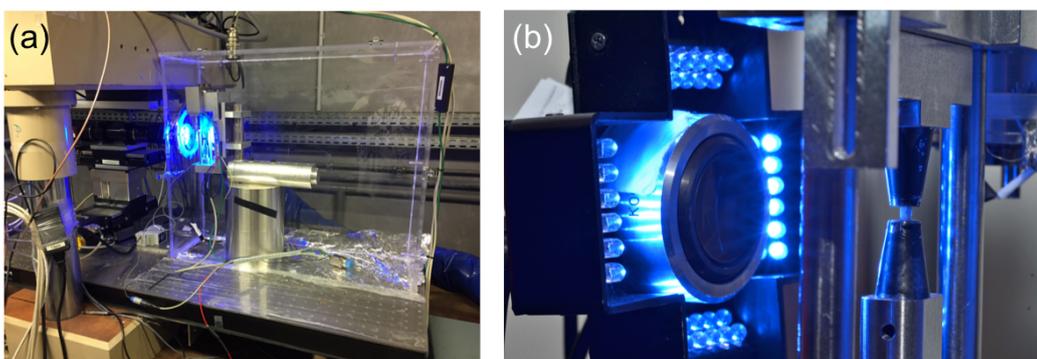


Figure 61 : Le montage expérimental au LMS. (a) Vue globale du dispositif. (b) Zoom sur l'échantillon entre deux plateaux en face du dispositif d'éclairage et du microscope optique (d'après la thèse de Wenlong Wang, (Wang, 2016)).

En fixant l'humidité relative à 55% et une température entre 24 et 30°C, un module d'Young de 17,8GPa ($\pm 5,3$ GPa) et un coefficient de Poisson de 0,29 ($\pm 0,05$) sont mesurés. Un exemple de courbe contrainte déformation est présenté Figure 62. Les valeurs mesurées pour le module d'Young et le coefficient de Poisson sont en accord avec la littérature. Même si une observation et quantification préalable à l'aide du MEB des éprouvettes ont été effectuées, faire le lien entre microstructure et

propriétés mécaniques est encore difficile du fait de la variation de microstructure au sein de l'échantillon.

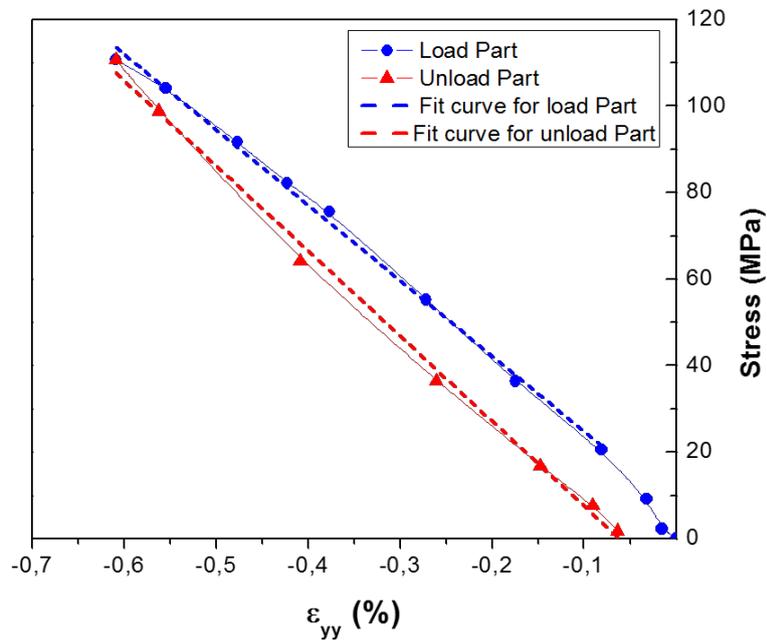


Figure 62 : Exemple de courbe contraintes-déformation obtenue

C'est finalement la variation avec l'humidité relative peu discutée dans la littérature (mais qui pourtant peut varier en situation clinique) qui se révèle l'aspect le plus intéressant dans cette étude. L'humidité relative (HR) a été mesurée in vivo par Plasmans et al. (Plasmans et al., 1994) et varie entre 75 et 95% dans la bouche selon la localisation géographique. Elle peut être abaissée par le praticien jusqu'à 30% grâce à une digue en caoutchouc. La Figure 63 indique les résultats en termes de module d'Young normalisé ($\frac{E}{E_{moyen}}$ avec E le module d'Young et E_{moyen} le module moyen de cet échantillon) en fonction de l'humidité relative. Il ne semble pas y avoir d'influence significative de l'humidité relative sur le module d'Young.

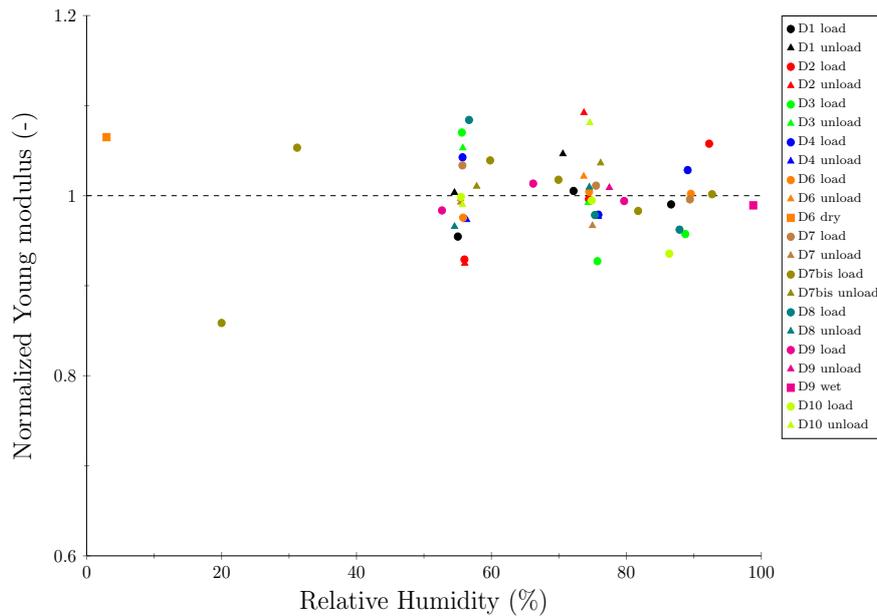


Figure 63 : Module d'Young normalisé en fonction de l'humidité relative

Nous avons aussi réalisé un essai de dilatation libre et déterminé un coefficient de dilatation de $5.9.10^{-3} \text{ } \%.(\%RH)^{-1}$ en moyenne.

Nous n'avons observé aucune dépendance des paramètres élastiques de la dentine avec l'HR. Ainsi, les paramètres mécaniques ne semblent pas être couplés avec la dilatation hydrique. Bien qu'il soit possible que nos mesures des propriétés élastiques ne soient pas assez précises pour observer les changements avec l'humidité relative, un tel résultat n'est pas vraiment surprenant pour les matériaux dans la gamme d'élasticité linéaire. Forien et al. (Forien et al., 2015) ont étudié les conséquences moléculaires de la déshydratation. Ils rapportent que les minéraux d'hydroxyapatite se compriment généralement de 0,3%, en accord avec nos observations macroscopiques. Ils proposent un mécanisme moléculaire basé sur la contraction des molécules de collagène lorsque les molécules d'eau n'interagissent plus avec elles. Ainsi, la longueur de repos du collagène diminue, et pour préserver l'interaction avec les minéraux, il en résulte des molécules de collagène étirées (tout en restant plus courtes que les molécules humides) et des minéraux compressés. Le collagène de la dentine n'est pas distribué au hasard mais présente globalement une orientation plane, perpendiculaire aux tubules. Ainsi, on peut s'attendre à ce que la dilatation hydrique soit plus importante dans le plan perpendiculaire aux tubules que dans la direction des tubules. Cela explique nos observations de dilatation légèrement anisotrope, mais nos échantillons sont trop grands pour avoir une orientation homogène des tubules.

Nos observations montrent que la dilatation hydrique ne modifie pas les propriétés élastiques de la dentine intacte. Cependant, dans l'interprétation moléculaire proposée, les minéraux jouent un rôle clé dans la prévention du rétrécissement des molécules de collagène lors du séchage. Ainsi, nous nous attendons à un coefficient de dilatation hydrique beaucoup plus élevé pour la dentine déminéralisée, avec des conséquences beaucoup plus dramatiques si l'humidité relative n'est pas correctement contrôlée pendant la chirurgie.

Les essais à cette échelle (flexion et compression) permettent de tester le tissu dans son ensemble. Ils nous ont permis de mieux comprendre certaines variations de résultats de la littérature. En effet, nos essais ont montré que la géométrie de l'éprouvette ainsi que les hypothèses sur les champs de contraintes et déformations pouvaient engendrer des estimations très variables en termes de module

d'Young et de contrainte à la rupture. A ces variations s'ajoutent les variations liées à l'état d'hydratation, à la variabilité inter-personnes, aux variations liés à l'âge et la façon dont est prélevée l'éprouvette. Nous avons montré que le module d'Young des éprouvettes testées en compression ne variait pas avec l'humidité relative et estimé le coefficient de dilatation hydrique à $5.9 \cdot 10^{-3} \text{ } (\%RH)^{-1}$.

Néanmoins, il y a trop de variations de microstructure interne à l'éprouvette pour bien comprendre l'impact de celle-ci sur le comportement. C'est pour cela que je me suis tournée vers trois types d'essai complémentaire à des échelles inférieures :

- Essais de nano-indentation « classique » (partie II.2.3) : sonde les modules locaux et globaux ;
- Essai mécanique de micro-traction in situ sous MEB (partie II.2.4) ;
- Essai mécanique de micro-compression sur microplots (partie II.2.4)

Les modules locaux obtenus par nano-indentation et les données acquises sur la microstructure m'ont permis de mettre en place un modèle micromécanique de la dentine (partie II.2.5) qui sera ensuite comparé aux essais mécaniques de micro-traction et micro-compression.

II.2.3. La nano-indentation pour déterminer les propriétés mécaniques locales de la dentine

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s): Wenlong Wang (2014-2017); Asef Hemmati (2017-...)

Collaboration(s) principale(s): Jean-Marc Allain (LMS), Nicolas Schmitt (LMT)

Dans l'idée de mieux comprendre le lien structure-propriétés, il est important de connaître les propriétés des microstructures de la dentine à savoir la PTD et l'ITD. En effet, encore aujourd'hui l'influence des tubules et de leur collier hautement minéralisé (orientation, rigidité, composition et nanostructure) sur la mécanique du tissu n'est pas tout à fait résolu. La nano-indentation permet de caractériser la rigidité de ces microstructures de la dentine.

Un premier travail de caractérisation par nano-indentation a été mené par Wenlong Wang, et Asef Hemmati poursuit ce travail actuellement.

Ces mesures sont la plupart du temps réalisées en complément d'essais macroscopiques et d'observations microscopiques. En effet, l'utilisation de cette technique est déjà beaucoup abordée dans la littérature et l'originalité de mon approche réside dans l'interprétation des résultats macroscopiques à l'aide des données locales (mécaniques et morphologiques), cette interprétation peut se faire de manière directe ou en utilisant la modélisation (voir partie II.2.5).

Essai : Nano-indentation

Principe : faire pénétrer une pointe très rigide dans le matériau et mesurer la courbe force-déplacement

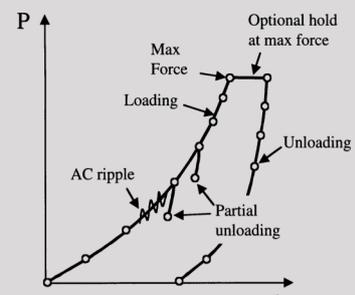
Pointe choisie : indenteur Berkovitch

Largeur indent : du micron à la dizaine de microns

Sortie : Les modules d'Young locaux (déterminés lors de la décharge ou en mode dit CSM grâce à de petites oscillations pendant la charge)

Limitations: taille de l'indentation, sensible à la rugosité de la surface...

Intérêt pour l'étude de la dentine: déterminer E_{PTD} et E_{ITD} , permet des conditions d'environnement diverses (sous eau notamment)



II.2.3.1. Caractériser la dentine pérítubulaire et la dentine intertubulaire

Les dentines pérítubulaire et intertubulaire des échantillons de compression (II.2.2.2) ont été caractérisée par nano-indentation. Sur une surface (perpendiculaire à l'axe des tubules) suffisamment polie, des grilles d'indents sont réalisées. La profondeur d'indentation a été fixée à 200nm (pour un étalement de la marque sur environ 1,4µm). Un exemple de courbe force-déplacement pour les deux types de dentine est présentée Figure 64. La probabilité de caractériser la dentine pérítubulaire est plus faible que celle de caractériser la dentine intertubulaire (taux volumique moindre) et il se peut aussi que l'indent tombe sur une interface PTD/ITD ou PTD/L. Néanmoins, la distribution des modules calculé (sur une grille suffisamment grande) est clairement bimodale (Figure 65) et son analyse permet de déduire les modules de PTD et ITD.

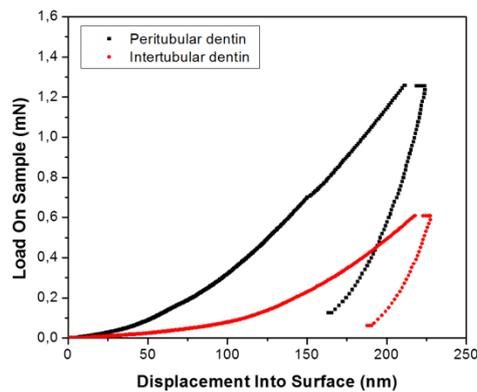


Figure 64 : Courbes force-déplacement typiques dans la dentine pérítubulaire en noir et intertubulaire en rouge (Wang, 2016).

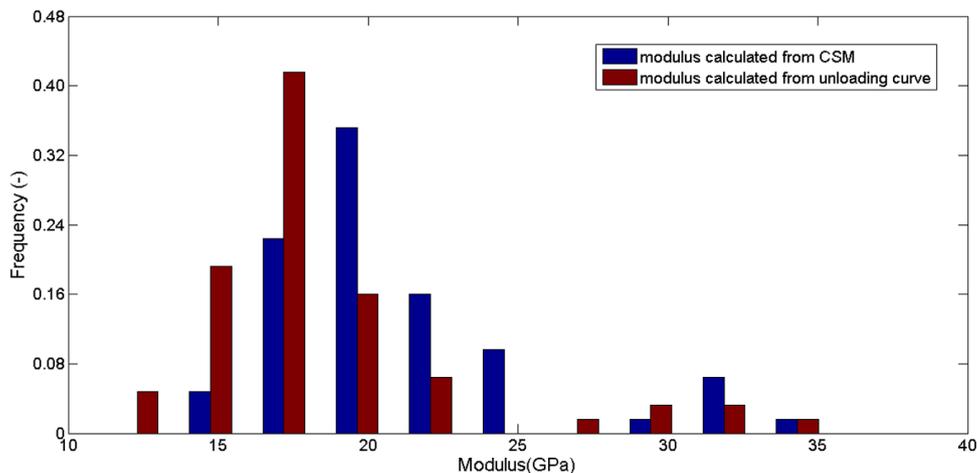


Figure 65 : Exemple de distribution des modules locaux dans la dentine. En rouge, les résultats issus de l'analyse de la décharge. En bleu, les résultats issus de l'analyse CSM (Continuous Stiffness Module).

Dans la thèse de Wenlong Wang, les échantillons étant de dimension assez grande, on se plaçait dans la zone la plus favorable pour faire de la nano-indentation et sonder l'ITD et la PTD, nous allons plus loin dans le cadre de la thèse d'Asef Hemmati. En effet, notre but est de sonder ces deux dentines tout le long de la dentine. La difficulté réside dans le fait que les zones (les « dentines ») n'ont pas la même morphologie et qu'il est donc plus ou moins difficile de quantifier les deux phases, ITD et PTD, dans celles-ci. Asef Hemmati a eu l'idée de faire un outil de visualisation des grilles d'indents et de simulation des résultats appelée « Virtual Nano-indentation Tool ». En entrée, les images MEB traitées (selon le protocole discuté en II.1.2.1) de la surface à indenter sont utilisées ainsi qu'un module estimé pour

chacune des phases. La profondeur d'indentation et l'espacement entre indents doivent aussi être indiqués. En sortie, une illustration de la grille et une estimation de la distribution des modules (en utilisant la loi des mélanges sur chaque zone/triangle) (Figure 66).

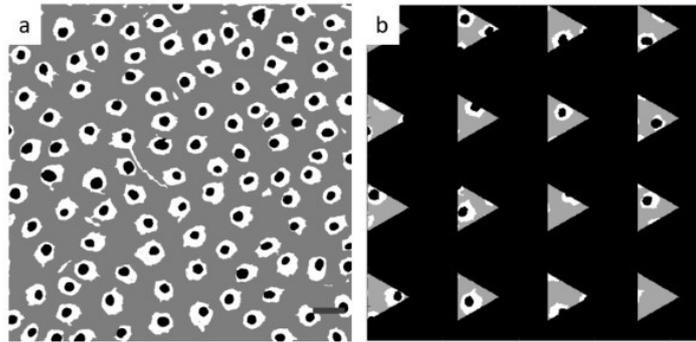


Figure 66 : Image MEB traitée (a). Représentation des surfaces indentées (b). Estimation de la distribution de modules obtenue avec cette grille (c). (figure issue du travail de thèse d'Asef Hemmati)

Cet outil est très intéressant pour planifier les essais de nano-indentation. En effet, il permet de s'assurer que les résultats feront bien apparaître le module de la PTD par exemple (indents suffisamment petits et nombreux). Quelle que soit la zone, l'ITD pourra bien être sondée. Pour la PTD, près de la JAD, il faudra faire des grilles très larges ou bien ajouter des points à indenter (choisis spécifiquement pour être dans le PTD) pour avoir des résultats significatifs. Dans tous les cas, l'épaisseur de la PTD étant faible, son module sera sous-estimé (une part d'ITD ou de vide sera forcément sondée pour des profondeurs d'indentation « raisonnables »).

En suivant ces recommandations, des premiers essais de nano-indentation ont été réalisés dans à différentes profondeurs d'un échantillon de dentine. La PTD semble être plus rigide près de la pulpe (Figure 67) mais du fait d'une porosité plus grande, le module « homogénéisé » de la dentine (sondé avec une profondeur d'indent plus élevée) plus bas près de la PTD. Le module de l'ITD ne varie pas significativement. Les valeurs mesurées sont plus élevées que dans certaines études car l'échantillon est ici totalement déshydraté, ce qui le rend plus rigide. De plus, la profondeur de l'indent est faible donc les valeurs pour la PTD sont plus proches des valeurs réelles (plus élevées que si l'indent « touche » aussi de l'ITD). L'ensemble des études ont été menées en indentant la dentine perpendiculairement aux tubules. Il serait intéressant de s'intéresser à l'anisotropie locale de la PTD et de l'ITD même si celle-ci semble faible selon Ziskind et al. (Ziskind et al., 2011).

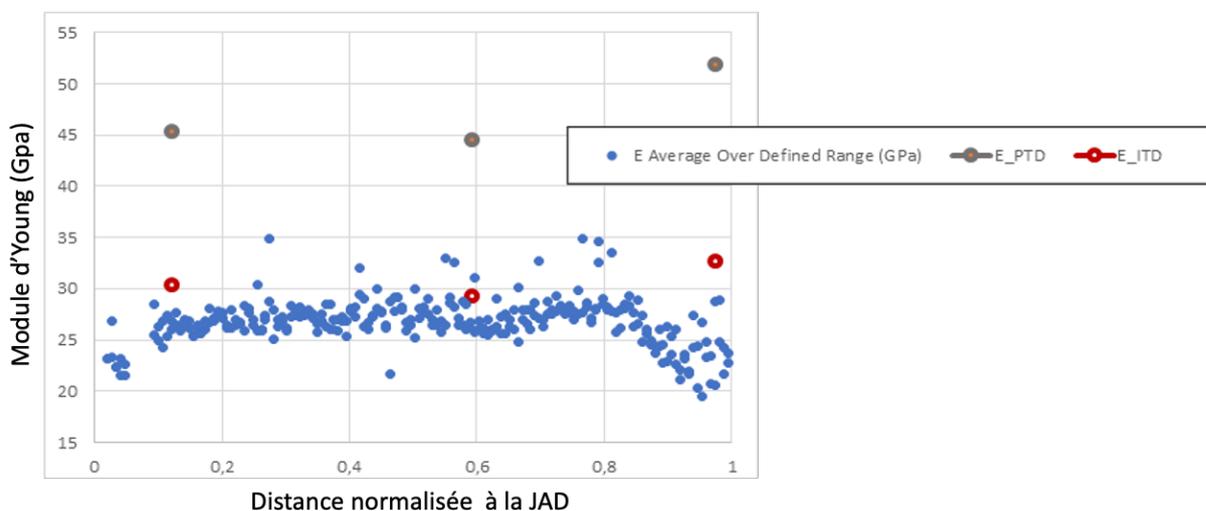


Figure 67 : Résultats de nano-indentation en fonction de la distance normalisée à la JAD pour deux types d'indents (thèse Asef Hemmati) : 200nm (points rouges et gris correspondants à l'ITD et la PTD respectivement) et 1µm correspondant à un module « homogénéisé » (prenant en compte les trois phases)

Dans la thèse d'Asef Hemmati, nous avons mis en place un outil de planification et déduis un protocole adapté pour sonder les modules d'ITD et de PTD en fonction de la zone de dentine étudiée. En effet, la microstructure variant, il est indispensable d'adapter le choix des grilles et des profondeurs d'indentation aux microstructures locales devant être sondées. Le protocole a été utilisé sur de la dentine saine et plus d'essais seront réalisés pour l'éprouver. Les données serviront notamment:

- A interpréter les résultats plus « macroscopiques »
- A avoir des données mécaniques locales pour la modélisation
- A étudier l'impact des pathologies sur les propriétés mécaniques locales du tissu.

L'intérêt de la nano-indentation est aussi de pouvoir travailler en condition liquide (très important pour les tissus biologiques) et il sera intéressant de tirer profit de cette particularité par la suite.

II.2.4. Quelle échelle pertinente pour faire un essai révélant le lien microstructure-propriétés ?

Dans la thèse de Wenlong Wang, malgré les efforts déployés pour faire des essais sur des « petites » éprouvettes et caractériser la microstructure morphologiquement (MEB) et mécaniquement (nano-indentation), le constat a été que faire le lien était encore difficile du fait de la variation de microstructure dans l'éprouvette.

Pour améliorer notre compréhension de ce lien, je souhaite faire des essais mécaniques à une échelle intermédiaire, suffisamment petite pour ne contenir qu'une seule des « dentines » (par exemple E, M ou P de la Figure 38), suffisamment grande pour être représentative de cette dentine (un critère en termes de nombre de tubules pourra être défini).

Deux pistes me paraissent intéressantes :

- Faire un essai sur micro-éprouvette usinée au MEB-FIB sous le nano-indenteur équipé d'un indenteur plat (et non plus une pointe Berkovitch)
- Faire un essai sur micro-éprouvette usinée au MEB-FIB sous le MEB grâce à une mini-machine

Pour réaliser le premier type d'essai, j'ai répondu à un appel à projet de CentraleSupélec et obtenu le financement de l'achat d'un nouveau nano-indenteur afin d'être capable de positionner l'indenteur précisément sur un microplot. Un stage de M2 pour mettre au point le protocole débutera en Février 2021. La Figure 68 présente les possibilités qu'offrent l'usinage MEB-FIB combiné à un essai sous nano-indenteur.

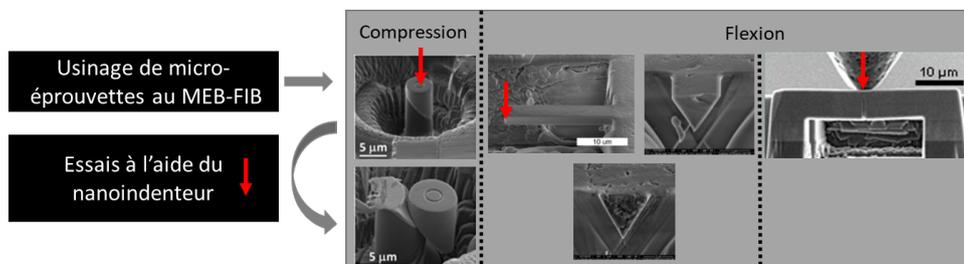


Figure 68 : Principe de l'essai sur micro-éprouvettes (images MEB avant et/ou après essais de compression et flexion issues de (Mu et al., 2017) et (Němeček et al., 2016))

Le deuxième type d'essai est en cours de mise au point (Vennat et al., 2019). Les étapes de la réalisation d'un tel essai sont illustrées Figure 69. Un premier essai a été réalisé mais pour l'instant l'analyse de la déformation de l'éprouvette pose encore question (vraisemblablement il existe des phénomènes parasites qui créent de la flexion de l'éprouvette notamment). La contrainte de traction maximale mesurée lors de ce premier essai est d'environ 60MPa (ce qui est en accord avec les valeurs de la littérature).

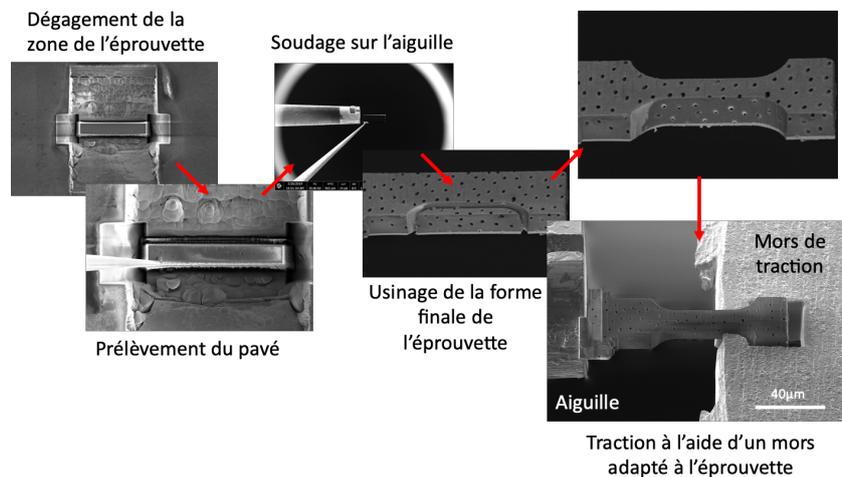


Figure 69 : Les étapes de l'essai sur micro-éprouvette sous MEB

Les deux essais qui sont envisagés vont me permettre de mieux comprendre les liens entre les structures aux différentes échelles et le comportement mécanique de la dentine. Afin de mieux interpréter les essais et d'analyser l'impact des microstructures observées, j'ai aussi mis en place des modèles numériques éléments finis de complexité croissante, ils sont présentés dans ce qui suit.

II.2.5. Modélisation numérique pour mieux comprendre la mécanique du tissu dentinaire

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Wenlong Wang (2014-2017) ; Asef Hemmati (2017-...)

Collaboration(s) principale(s) : Aurélien Gourrier (LiPhy) ; Elisabeth Dursun (URB2i) ; Denis Aubry (MSSMat)

La microscopie confocale par balayage laser CLSM nous a permis de mettre en lumière la présence de nombreuses branches latérales constituant le réseau poreux secondaire de la dentine. Les essais mécaniques à cette échelle n'étant pas encore réalisés, j'ai choisi de commencer par sonder leur impact numériquement. Une piste confortant leur importance est qu'il semble que, sur la première éprouvette d'essai in-situ sous MEB, la rupture se soit initiée à l'intersection d'un tubule et d'une LB.

II.2.5.1. Modèle simple avec branches latérales sans collier

Pour obtenir un premier indice sur l'impact potentiel de la microstructure poreuse observée sur le comportement mécanique de la dentine près de la JAD, des simulations éléments finis simples ont été réalisées. Le but de ces simulations n'est évidemment pas de fournir un modèle précis de la dentine, mais plutôt de tester l'impact des morphologies typiques observées au CLSM près de la JAD (Vennat et al., 2017).

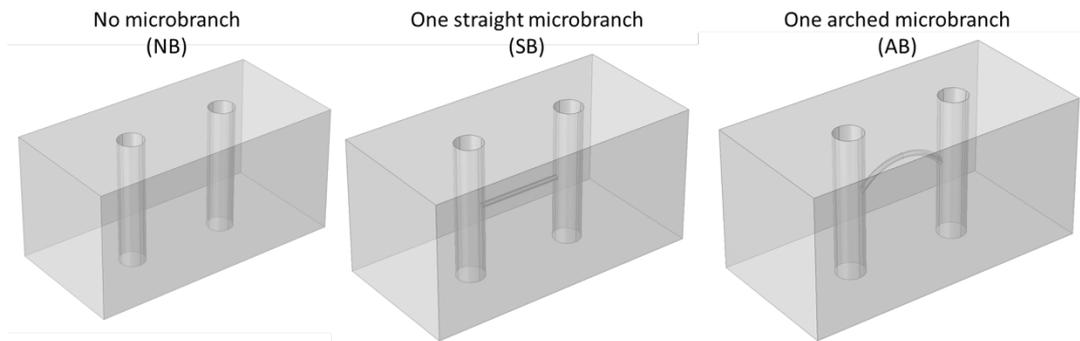


Figure 70 : Trois morphologies poreuses sollicitées en compression (Vennat et al., 2017).

La visualisation des branches montre qu'elles semblent plus arquées que droites. Pour évaluer l'impact de ces branches, trois types de géométries ont été proposés et soumis numériquement à une charge de compression (Figure 70). La présence de ces deux types de branches génère une concentration de contraintes (en traction et en compression) mais la configuration avec une branche droite semble la plus préjudiciable (induit une concentration de contraintes plus élevée). De plus, si les canaux sont considérés comme un renforcement (lorsqu'ils sont remplis), le canal arqué qui relie deux tubulures aura un meilleur comportement mécanique que le canal droit. Il est en effet bien connu (surtout dans le domaine du génie civil) qu'une géométrie arquée permet d'atteindre une portée plus importante en profitant de la répartition harmonieuse des contraintes par rapport à une géométrie rectiligne.

L'étude au MEB a permis d'avoir des données d'entrée pour investiguer plus avant l'impact des LB. La partie suivante présente les travaux de modélisation plus avancés basé sur ces résultats.

II.2.5.2. Homogénéisation du tissu dentinaire avec branches latérales

Les branches latérales observées au CLSM (partie II.1.3) et au MEB (partie II.1.2.1) sont très souvent négligées dans les études numériques du comportement mécanique de la dentine. Néanmoins elles sont présentes tout le long de la dentine avec des taux de porosité associés variables. Les travaux présentés parties II.1.2.1 et II.2.3.1) nous ont permis d'avoir des données d'entrée pour établir un modèle de dentine les prenant en compte.

Avec Denis Aubry (professeur émérite au MSSMat) nous avons développé un modèle d'homogénéisation périodique dont la cellule périodique est présentée Figure 71. Trois zones correspondant aux zones quantifiées en partie II.1.2.1 sont considérées : une zone près de l'émail (E), une zone au centre de la dentine (M) et une zone près de la pulpe (P).

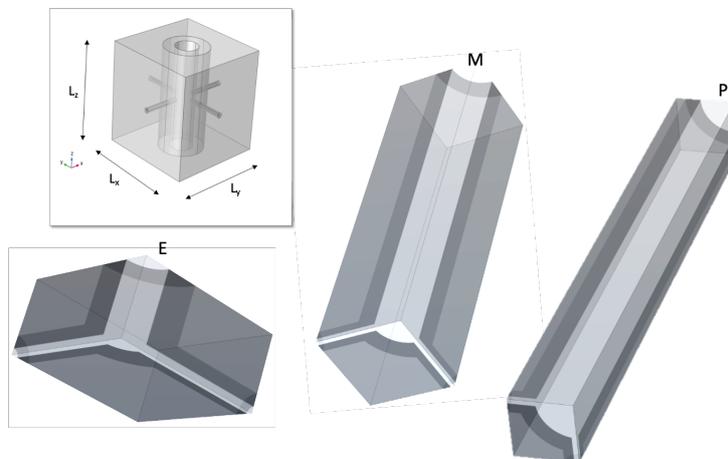


Figure 71 : la cellule périodique considérée et son allure dans les trois zones E, M et P.

Le modèle dont la spécificité est de ne pas mailler explicitement les structure internes mais de la prendre en compte uniquement par leurs variations de propriété (ici module d'Young) à l'aide de fonction level-set (modélisation appelée « implicite »). Un raffinement adaptatif du maillage est réalisé et contrôlé par la minimisation de l'erreur sur la norme de l'énergie élastique pour chaque déformation macroscopique donnée (Vennat et al., 2021).

Dans un premier temps, nous avons validé notre modélisation implicite en comparant nos résultats avec une approche explicite plus classique. Ensuite, nous avons montré, sur une cellule correspondant à la dentine moyenne (définie à partir des données disponibles dans la littérature, Figure 72), que les branches latérales présentes dans la dentine n'influencent pas la rigidité effective du tissu. Cependant, elles jouent un rôle crucial dans la concentration de contrainte pouvant être initiatrice de la rupture du matériau. Pour étudier leur rôle en fonction de leur localisation dans la dentine, les données sur leurs caractéristiques (taux surfacique, diamètres de la lumière des branches et de leur collier, résultats de l'analyse d'images MEB de la partie II.1.2.1) ont été utilisées. Les modules d'Young de la PTD et de l'ITD ont été fixés à 30GPa et 20GPa respectivement (en accord avec les données de la littérature et les résultats de thèse de Wenlong Wang). Nous avons aussi voulu regarder l'effet d'un collier minéral aux propriétés volontairement très élevée ($E=200\text{GPa}$) afin d'exacerber son influence (sans doute sous-estimée du fait de la prise en compte d'un module sous-estimé lui aussi).

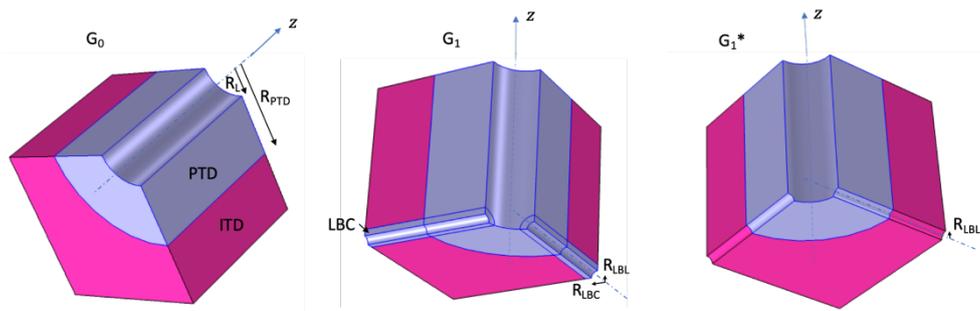


Figure 72 : Les trois cellules « simplifiées » G_0 (tubule seul), G_1 (tubule + branches latérales avec collier) et G_1^* (tubule + branches latérales sans collier). Un quart de cellule est considéré en utilisant les symétries du problème.

La principale conclusion de l'étude de la matrice de rigidité des cellules « simplifiées » est que la présence de LB n'est pas un facteur d'influence (Table 7).

| | G_0 | G_1 | G_1^* |
|----------------|-------|-------|---------|
| E_x (GPa) | 20.5 | 20.6 | 20.5 |
| E_z (GPa) | 21.8 | 21.7 | 21.7 |
| ν_{xy} (-) | 0.30 | 0.30 | 0.30 |
| ν_{xz} (-) | 0.28 | 0.28 | 0.28 |
| G_{xy} (GPa) | 15.7 | 15.7 | 15.7 |
| G_{xz} (GPa) | 16.1 | 16.1 | 16.0 |

Table 7 : Termes de la matrice de rigidité pour les trois configurations « simplifiées » pour $E_{PTD}=30\text{GPa}$.

La rigidité effective a été évaluée pour des géométries réalistes (dédites des caractérisations présentées au II.1.2.1), elle varie légèrement de l'émail à la pulpe avec une anisotropie pour les zones M et P et un comportement plus isotrope près de la JAD (zone E). L'anisotropie est exacerbée pour un module de colliers de 200GPa. Il est intéressant aussi de noter la différence entre G_{xz} et G_{xy} pour les zones M et P, qui s'explique par la présence du collier rigide épais du tubule.

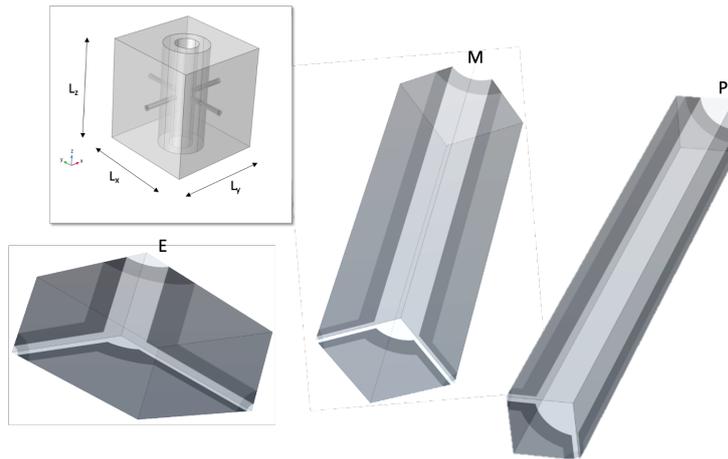


Figure 73 : les géométries « réalistes ».

Une étude mécanique originale a été finalement menée sur les trois configurations « réalistes ». Une traction macroscopique uniaxiale uniforme a été appliquée sur le tissu homogénéisé orthotrope orienté dans différentes directions (Figure 74).

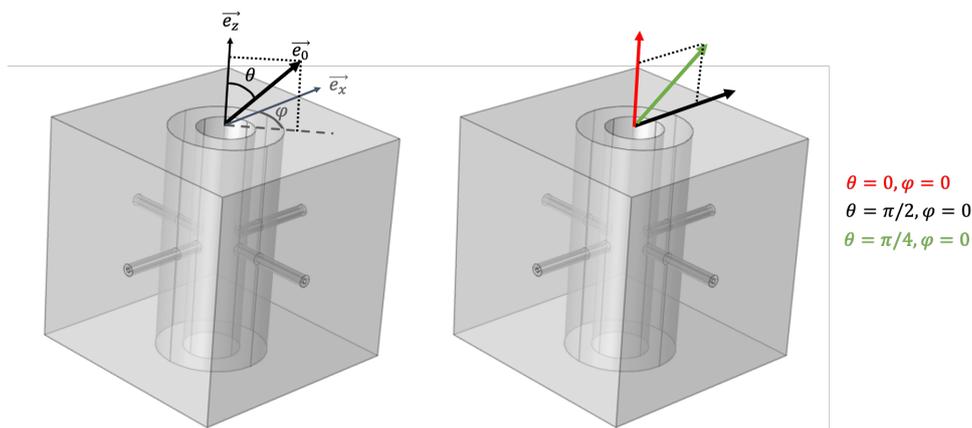


Figure 74 : la cellule périodique et l'orientation des sollicitations de traction considérées

La principale conclusion est que les concentrations de contraintes dues aux deux réseaux poreux peuvent interagir à la façon des interférences constructives, créant ainsi des sur-contraintes préjudiciables et sans doute initiatrices de fissures (Figure 75).

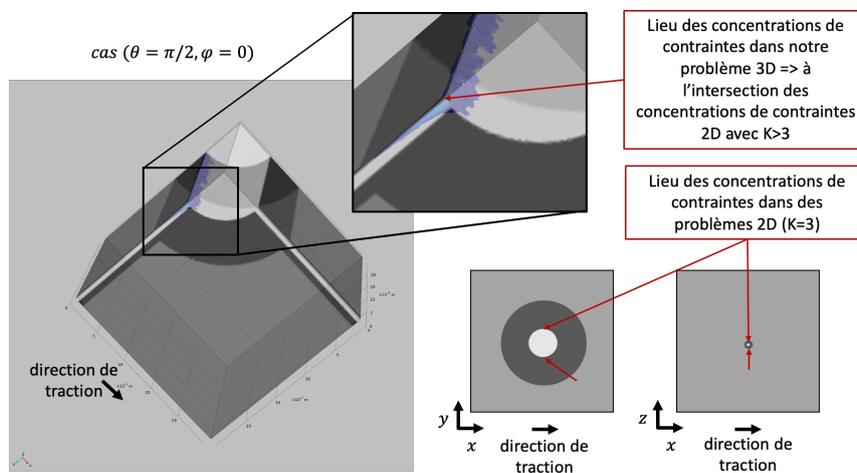


Figure 75 : Concentration de contraintes dans le cas de la traction parallèle à une branche.

Nous avons également démontré que selon l'emplacement, les coefficients de concentration de contraintes sont modulés (Table 8) : dans la configuration E, l'impact des LB est plus important alors que dans la configuration P, ce sont l'effet des tubules qui semble prépondérant en raison de la géométrie des cellules et de la périodicité (interaction entre cellules avec LB ou tubules proches).

| K | ($\theta = 0, \varphi = 0$) | ($\theta = \frac{\pi}{2}, \varphi = 0$) | ($\theta = \frac{\pi}{4}, \varphi = 0$) |
|----------------|---|---|---|
| E | 4.0 | 7 | 4 |
| M | 3.3 | 7.2 | 4.5 |
| P | 4.6 | 6 | 5.2 |
| sans LB | 1 | 3 | |

Table 8 : coefficient de concentration de contraintes dans les trois cas (E, M et P) comparé au cas sans LB

Comme nous savons que non seulement la microstructure mais aussi la nanostructure de la dentine a un rôle à jouer dans le comportement mécanique de la dentine, une perspective intéressante de ce travail est d'ajouter des informations concernant l'échelle nanométrique dans le modèle. Le concept de modèle "piloté par l'image" avec la même approche de modélisation implicite pourrait en effet être utilisé avec l'imagerie TEM par exemple pour modéliser l'enchevêtrement des fibrilles de collagène et des cristaux d'hydroxyapatite dans le tissu.

II.3. Conclusions et perspectives

Dans ce chapitre, j'ai présenté mes travaux sur le tissu dentinaire, sa structure hiérarchique et son comportement mécanique.

Je me suis particulièrement intéressée au réseau poreux de la dentine constitué de tubules et de branches latérales qui a été quantifié (porosimétrie, CLSM, MEB et MEB-FIB) et visualisé en 3D (CLSM et MEB-FIB). Les branches latérales étant peu documentées dans la littérature, une attention particulière leur a été portée et grâce au MEB en mode BSE, nous les avons imagées, notamment leurs colliers denses, et quantifié leurs caractéristiques.

Ces études de la microstructure ont révélé la complexité de la dentine (ou plutôt des « dentines ») et ses gradients de microstructure, fournissant des données d'entrée pour des modèles et des outils de quantification des éprouvettes des études expérimentales. En effet, les essais mécaniques sur la dentine dont le but est de faire le lien structure propriété nécessitent de connaître la microstructure de l'échantillon testé. Des essais mécaniques de flexion et de compression ont été réalisés sur des échantillons millimétriques, permettant d'obtenir des caractéristiques mécaniques globales de l'échantillon testé (module élastique, contrainte maximale, coefficient de Poisson) mais malgré le soin porté à la caractérisation amont de la microstructure de l'éprouvette et des caractéristiques mécaniques locales (nano-indentation), nous avons fait le constat qu'il était difficile de tirer des conclusions quant à la relation structure-propriété dans la dentine.

J'ai donc décidé de réduire la taille des éprouvettes et des essais sur des microplots usinés au MEB-FIB puis sollicités à l'aide d'un indenteur plat ainsi que sur des essais de micro-traction sous MEB sont en cours de mise en place. L'intérêt est que la microstructure ne varie pas dans les micro-échantillons, ouvrant la porte à l'étude du lien structure propriétés mécaniques.

En attendant, les expérimentations numériques permettent d'ores et déjà d'étudier ce lien « in silico ». Pour ces études, nous sommes partis des données microstructurales acquises dans la première partie du travail. Les simulations montrent que les branches latérales influencent peu le tenseur de rigidité effectif mais jouent un rôle prépondérant dans les concentrations de contraintes, initiatrices de fracture. La forme en arche des branches latérales, observée au CLSM semble moins préjudiciable qu'une branche latérale droite. Le champ de contraintes a été analysé dans différents états de sollicitation et il a été démontré que les zones de concentration de contraintes liées aux tubules et aux branches latérales interagissent à la manière d'interférence constructives menant à des niveaux de contraintes non atteint avec une entité seule (tubule ou branche latérale).

Le modèle développé peut être enrichi de données à la nano-échelle (imbrication fibrilles de collagène/cristaux d'HAP) qui semble avoir un rôle important à jouer dans les propriétés mécaniques finales. Pour mieux connaître l'organisation à cette échelle, une étude au MET est en cours, des premières observations très intéressantes ont été faites. Celles-ci confirment l'organisation des fibrilles de collagène de l'ITD dans des plans perpendiculaires à l'axe des tubules. Néanmoins une interphase entre la PTD et l'ITD comprend des fibrilles le long de l'axe des tubules, rendant moins abrupte le gradient de module à cette interface. Comme dans les études menées sur l'os, des cristaux inter et intra-fibrillaires sont bien observés. Les perspectives à court terme à cette échelle sont : d'étudier la variation de nanostructure dans les « dentines » (une zone particulièrement intéressante est la JAD) et de mieux comprendre la va la mécanique de l'assemblage fibrilles /cristaux avec une étude à la fois numérique et expérimentale. Pour l'étude expérimentale, je prévois d'utiliser un dispositif de sollicitation sous MET pour étudier l'effet du chargement sur la nanostructure de la dentine.

Jusqu'ici, je me suis focalisée sur la dentine saine, qu'il est selon moi important de caractériser avant d'aborder ses modifications. Maintenant qu'un certain nombre d'outils de caractérisation et de modélisation sont maîtrisés, j'aimerais me pencher sur ces modifications, liées aux pathologies (dentinogénèse imparfaite ou hypominéralisation par exemple), à l'âge ou aux traitements (des caries ou de l'hypersensibilité dentinaire par exemple).

Une problématique d'importance en dentisterie est le collage des restaurations sur la dentine. Les moyens d'investigation développés dans ce chapitre pourront aussi servir à un travail plus appliqué sur les restaurations dentaires et l'étude des interfaces dentine/biomatériaux. En effet, la couche hybride, couche d'ancrage de restaurations dentaires peu invasives, est une couche fine de quelques dizaines de microns qui est très peu caractérisée mécaniquement. Les essais sur micro-éprouvettes développés dans mes travaux sont tout à fait adaptés à cette caractérisation.

Ces travaux sur le tissu dentaire peuvent aussi servir de base pour une démarche biomimétique. Par exemple, la JAD naturelle qui est connue pour arrêter les fissures de l'émail (qui ne se propagent donc pas dans la dentine) pourrait être une source d'inspiration pour des restaurations bio-inspirées. Mais aussi de manière plus générale, étudier le lien structure propriétés des tissus biologiques peut mener à des nouveaux matériaux pour des applications diverses.

Dans le prochain chapitre, je présente la partie de mes travaux qui est plus « appliquée » allant de l'étude des restaurations prothétiques dentaires actuelles jusqu'à la proposition d'un nouveau concept de restauration biomimétique.

Chapitre III : La dent restaurée : comment améliorer la conception des restaurations actuelles en prenant en compte la mécanique de l'assemblage ?

« There is a crack in everything
That's how the light gets in”

Léonard Cohen

| | |
|---|-----|
| <i>Chapitre III : La dent restaurée : comment améliorer la conception des restaurations actuelles en prenant en compte la mécanique de l'assemblage ?</i> | 122 |
| III.1. La géométrie de l'assemblage prothétique dentaire | 125 |
| III.1.1. Comment est obtenue une prothèse par CFAO dentaire ? | 125 |
| III.1.2. Caractérisation de la géométrie de la prothèse usinée | 126 |
| III.1.3. Caractérisation de la géométrie d'assemblages modèles, focus sur le hiatus | 131 |
| III.1.4. Caractérisation des défauts dans la couche de joint..... | 137 |
| III.1.5. Bilan – analyse de la géométrie et des microstructures de l'APD | 140 |
| III.2. Mécanique de l'assemblage prothétique dentaire | 141 |
| III.2.1. Analyse du comportement mécanique des APD modèles | 141 |
| III.2.2. Assemblages intermédiaires ou « 3D réalistes »..... | 153 |
| III.2.3. Assemblage patient-spécifique ou « 3D patient-specific », vers une optimisation des prothèses ?..... | 155 |
| III.2.4. Vers des restaurations biomimétiques..... | 162 |
| III.2.5. Bilan – mécanique de l'APD..... | 164 |
| III.3. Conclusion et perspectives | 165 |

Le deuxième volet de mes travaux porte sur les assemblages prothétiques dentaires (APD), leur géométrie et leur mécanique. L'APD est un assemblage complexe composé de différentes couches entre lesquelles il existe des interfaces de nature différentes, desquelles la pérennité de la prothèse dépend (voir Chapitre I).

La prothèse peut être réalisée de manière traditionnelle ou par CFAO. Dans mes travaux, je vais me restreindre aux procédés CFAO que je présente brièvement en partie III.1.1. Les procédés CFAO sont relativement récents et très attractifs de par leur reproductibilité et leur coût. Néanmoins, il existe un manque d'évaluation de l'assemblage produit avec les prothèses ainsi obtenues et par conséquent aucune optimisation du procédé n'est réalisée.

Dans un premier temps, je présente mes travaux sur la qualification et la quantification de pièces usinées par CFAO dentaire (partie III.1.2). L'étude s'est focalisée sur une pièce prothétique de type onlay et l'écart pièce usinée / pièce conçue a été caractérisée.

Dans un deuxième temps, je m'intéresse à l'APD dans son ensemble et en particulier au joint. J'ai tout d'abord travaillé sur des APD simplifiés. En III.1.3, un protocole de caractérisation 3D de l'assemblage et en particulier du hiatus est proposé et utilisé sur les APD simplifiés. En III.1.4, la microstructure et en particulier les défauts de la couche de joint sont caractérisés.

Pour ces caractérisations géométriques et microstructurales, j'ai tiré parti de la micro-tomographie par rayons X qui s'est avérée une technique très pertinente. En effet, elle permet d'imager les géométries des différentes couches, leur peau externe mais aussi leur microstructure avec des résolutions adaptées.

Une fois la géométrie et les microstructures de l'APD mieux connues, je me suis intéressée à la mécanique de cet ensemble. Aucun critère mécanique n'est pris en compte dans le dimensionnement des prothèses dentaires, pourtant certains échecs prothétiques sont liés à la rupture ou le décollement/descellement de la prothèse (voir Chapitre I). Le but de mes travaux est de mieux comprendre la mécanique de l'APD en proposant des modèles de plus en plus réalistes (partie III.2). A terme, j'aimerais proposer un maillon de la chaîne CFAO qui permette une étape d'optimisation mécanique de la prothèse dès la phase de conception.

La mécanique de l'APD est donc d'abord appréhendée via les APD modèles coniques définis en III.1.3.2. L'idée est de mener des expériences numériques en faisant varier un grand nombre de paramètres, ce qui est intéressant car il existe un nombre très grand de couple matériau d'assemblage (formant le joint) / matériau prothétique- sur le marché. Cette étude a permis de mieux cerner l'influence des différents paramètres sur lesquels le praticien a une emprise.

Ensuite, la géométrie considérée est complexifiée. Une géométrie d'APD intermédiaire réaliste construite par CAO est proposée et son comportement est analysée (partie III.2.2). Et enfin, un modèle « patient-specific » est proposé et une première optimisation géométrique sur un critère mécanique est réalisée (III.2.3).

III.1. La géométrie de l'assemblage prothétique dentaire

Dans cette partie, j'aborde mes travaux de caractérisation de la géométrie de l'APD. Je décris d'abord très brièvement comment est réalisée une prothèse par CFAO dites « dentaire ». Ensuite, mes travaux sur la prothèse seule puis l'APD dans son ensemble et ses microstructures internes sont exposés.

III.1.1. Comment est obtenue une prothèse par CFAO dentaire ?

Une prothèse dentaire peut être obtenue par deux techniques différentes avec un même point de départ : la préparation dentaire réalisée par le dentiste (la partie de dent restante après élimination de la lésion par fraisage). La technique de prothèse traditionnelle consiste à prendre une empreinte physique puis à faire une coulée d'un modèle en plâtre de la dent préparée du patient et, grâce à des techniques manuelles de stratifications de céramiques (puis des étapes de finition), à fabriquer une prothèse adaptée à la morphologie du patient. La technique basée sur la conception et fabrication assistée par ordinateur (CFAO) est apparue avec l'essor du numérique et de la fabrication assistée par ordinateur. Cette technique est de plus en plus utilisée avec une fabrication de la prothèse qui peut se faire soit en cabinet soit au laboratoire de prothèse. Elle présente l'avantage d'être reproductible et moins coûteuse qu'un procédé « manuel ». Je me suis restreint à l'étude des APD fabriqués de cette façon dans mes travaux. La chaîne de CFAO dentaire est illustrée Figure 76.



Figure 76 : Conception et fabrication d'une prothèse par CFAO dentaire, de la préparation dentaire à la prothèse usinée et collée (avec l'aimable autorisation de Laurent Tapie)

La couche support de l'APD est le tissu dentaire, majoritairement de la dentine, appelée préparation dentaire. La surface de cette préparation obtenue par fraisage (« Fraisage de la partie lésée », Figure 76) est connue car acquise numériquement (à l'aide d'un scanner intra-oral, « Numérisation en bouche », Figure 76) pour ensuite pouvoir concevoir la prothèse (« Conception », Figure 76). C'est à partir de cette surface qu'est conçue la prothèse, avec une étape de dimensionnement du joint.

Une fois la préparation dentaire numérisée ainsi que les anatomies des dents adjacentes et opposées, le dimensionnement géométrique de la prothèse à l'aide du logiciel CFAO peut avoir lieu.

La géométrie de la préparation permet de concevoir l'intrados de la prothèse comme illustré Figure 77.

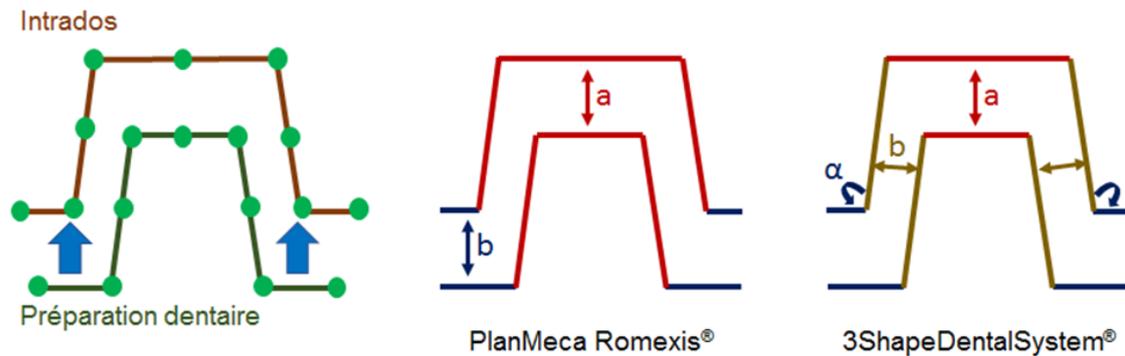


Figure 77 : Paramétrage de l'espace préparation dentaire/intrados de la prothèse en fonction de la solution commerciale de CFAO choisie (Shindo, 2019).

Le scan des dents adjacentes et opposées permet de concevoir l'extrados de la prothèse. L'intersection des deux surfaces de l'intrados et l'extrados permettent de créer la peau externe de la future prothèse.

Il n'existe aucun critère mécanique de dimensionnement de la prothèse. Pourtant, beaucoup d'échecs sont liés à la rupture mécanique de l'assemblage ou de ces constituants. Le dimensionnement du hiatus joue sur les contraintes subies par l'assemblage dentaire et donc sur la possible rupture d'un/une de ces constituants/couches. Dans le but de mieux évaluer l'impact de ces dimensionnements et ensuite tenter de l'optimiser du point de vue mécanique (partie III.2), il est important de connaître les géométries et morphologie de l'assemblage et de ces différentes couches. C'est l'objet de ce qui suit.

III.1.2. Caractérisation de la géométrie de la prothèse usinée

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Norman Chiche (M1, 2013 puis M2, 2014)

Collaboration(s) principale(s): Laurent Tapie (URB2i)

Dans cette partie, un protocole basé sur la micro-tomographie par rayons X est proposé pour comparer la forme usinée d'une prothèse par rapport à la forme conçue. En effet, afin de réaliser un assemblage proche de celui conçu, la première étape est de fabriquer la pièce prothétique la plus fidèle à la conception faite par le praticien. L'intérêt de la micro-tomographie par rayons X est qu'elle permet d'acquérir tout le volume de la prothèse en une seule acquisition alors que les machines à mesurer tridimensionnelles ou les méthodes de balayage optique ne permettent pas de mesurer les structures internes ou acquérir des zones sans accessibilité à la source de lumière ou sans visibilité pour le capteur optique (Tapie et al., 2016).

Ici, pour mettre en place le protocole, nous avons choisi de travailler sur un onlay conçu pour présenter toutes les caractéristiques morphologiques rencontrées en pratique.

III.1.2.1. Définition d'une pièce prothétique de référence

La conception de la prothèse de référence a été réalisée à l'aide d'un logiciel de CAO dentaire. Le modèle CAO de la prothèse se veut être une référence géométrique respectant les exigences anatomiques et cliniques.

Nous avons donc demandé à un praticien dentaire d'effectuer une préparation physique d'une molaire sur un modèle acrylique de prothèse (Figure 78a). Cette préparation simule une perte de tissus

dentaires par le patient nécessitant une prothèse en onlay. Ainsi, une cavité dentaire spécifique, respectant la pratique clinique, a été obtenue. Cette cavité ainsi que les dents adjacentes et opposées ont été numérisées à l'aide d'un scanner dentaire afin d'obtenir un maître modèle numérique de la prothèse (Figure 78b). Ensuite, le praticien, à l'aide d'un logiciel de CAO dédié, a conçu l'assemblage de la prothèse sur le maître modèle numérique. Enfin, le modèle numérique de la prothèse a été obtenu (Figure 78c). Ce modèle CAO représente la référence géométrique de la prothèse.

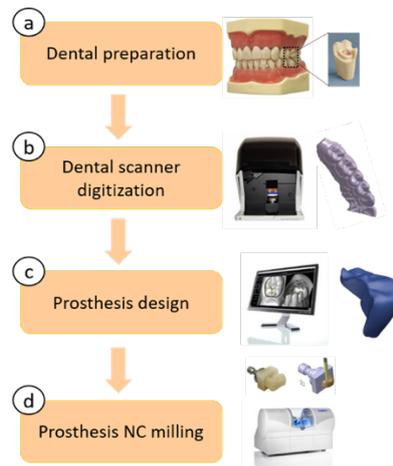


Figure 78 : Conception et fabrication de la pièce de référence prothétique (Chiche et al., n.d.)

Selon l'expertise des praticiens, la forme de la prothèse proposée est composée d'une face proximale spécifique, d'une face occlusale spécifique et d'une limite marginale avec trois emplacements anatomiques spécifiques : zone occlusale, zone proximale et zone labio-vestibulaire (Figure 79).

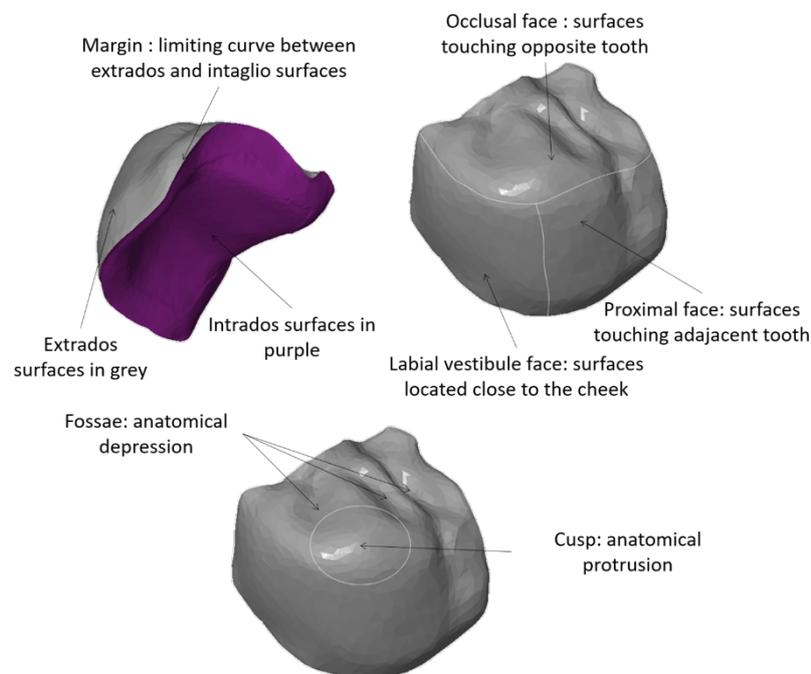


Figure 79 : Définition topologique de la référence prothétique : onlay pour une molaire (Chiche et al., n.d.)

Le biomatériau de la prothèse, sélectionné dans cette étude, était une vitrocéramique renforcée à la leucite (IPS Empress CAD). Ce biomatériau est indiqué pour la restauration partielle des molaires, comme la prothèse partielle onlay conçue dans cette étude.

La référence prothétique conçue a été fraisée avec le système Sirona Cerec MC-XL (Figure 78d). Ce système est une machine-outil à CN intégrée et fermée, associée à son propre logiciel de FAO. Lors du fraisage, la prothèse est maintenue avec un ergot sur le bloc de matériau. Cet ergot est ajouté au modèle CAO pendant le processus de FAO.

III.1.2.2. Micro-tomographie par rayons X et traitement des images

Les images d'une taille de voxel d'environ $5,8 \times 5,8 \times 5,8 \mu\text{m}^3$ ont été créées avec un micro-tomographe à rayons X (X-View X50-CT, North Star Imaging, LMT, EquipEx MatMeca). Une fois la pile d'images brutes obtenue, une procédure de traitement des images est nécessaire pour procéder à des mesures dimensionnelles sur des données volumétriques.

La première étape consiste à segmenter les images en échelle de gris en images binaires pour délimiter la surface externe de la pièce. Cette segmentation est effectuée en utilisant un seuil défini à partir de l'histogramme en niveaux de gris de la pile d'images brutes. Comme la pièce mesurée dans cette étude peut être considérée uniforme et homogène, une valeur seuil globale a été fixée. Le traitement des images, la segmentation et l'extraction de surface ont été réalisés avec le logiciel ImageJ. Après la segmentation de l'image, le module d'extraction d'isosurfaces implémenté dans le plugin de Bone J ImageJ est utilisé pour l'extraction de surface 3D sous forme de maillage surfacique.

Les erreurs de mesure ont été estimées par l'inspection dimensionnelle d'un artefact métrologique sphérique numérisé.

III.1.2.3. Inspection de l'artefact sphérique

Pour valider notre protocole nous l'avons tout d'abord testé sur une sphère calibrée en nitrure de silicium.

La déviation du diamètre de la sphère est de $7 \mu\text{m}$ à $16 \mu\text{m}$, respectivement 0,07% à 0,17% d'écart relatif. Les écarts dimensionnels peuvent être considérés négligeables par rapport aux tolérances attendues par le clinicien, soit environ 50 à $100 \mu\text{m}$. La mesure de déviation de la forme sphérique avec la résolution spatiale initiale de $10,6 \mu\text{m}$ est fiable par rapport aux tolérances cliniques.

Malgré l'apparition d'artefacts d'acquisition, le scanner et les paramètres opérationnels utilisés dans cette expérience préliminaire sont adaptés au matériau céramique de la sphère. En raison des très faibles écarts de dimensions et de forme, cette procédure de mesure est fiable pour l'inspection de prothèses en céramique avec une densité et un volume équivalent. La prothèse considérée dans notre étude peut être mesurée avec les mêmes paramètres d'acquisition tomographique que la sphère en nitrure de silicium.

III.1.2.4. Inspection de la prothèse

Tout d'abord, la pile d'images brutes acquises est analysée afin d'inspecter le matériau de base. Ensuite, une inspection métrologique est effectuée comparant les données reconstruites en 3D avec le modèles CAO de la prothèse. L'inspection métrologique était basée sur l'analyse de la distance entre le modèle CAO de la prothèse et la numérisation 3D de l'onlay fraisé en fonction des domaines cliniques d'intérêt. Le modèle CAO de la prothèse et la prothèse numérisée ont été comparés selon l'algorithme de meilleur ajustement mis en œuvre dans GOM Inspect.

Visualisation 3D

La Figure 80 illustre la morphologie tridimensionnelle de la prothèse usinée. Un léger artefact dit de « cupping » (cupping artefact) est observé, la zone périphérique (paroi externe) de la prothèse apparaissant plus claire (du fait du durcissement de faisceau). Comme l'illustre la Figure 80, un « ring artefact » apparaît sur la pile d'images sans doute lié à un défaut dans les détecteurs du microCT utilisé. Les centres des anneaux coïncident avec un axe vertical qui se trouve sur le sommet de la cuspidé

anatomique et sont observés sur l'ensemble des images. Enfin, une zone identifiée comme un artefact de volume partiel (« partial volume artifact ») est illustrée. En effet, elle correspond à la zone présentant une fine couche de colle dont l'épaisseur est sans doute plus fine qu'un pixel.

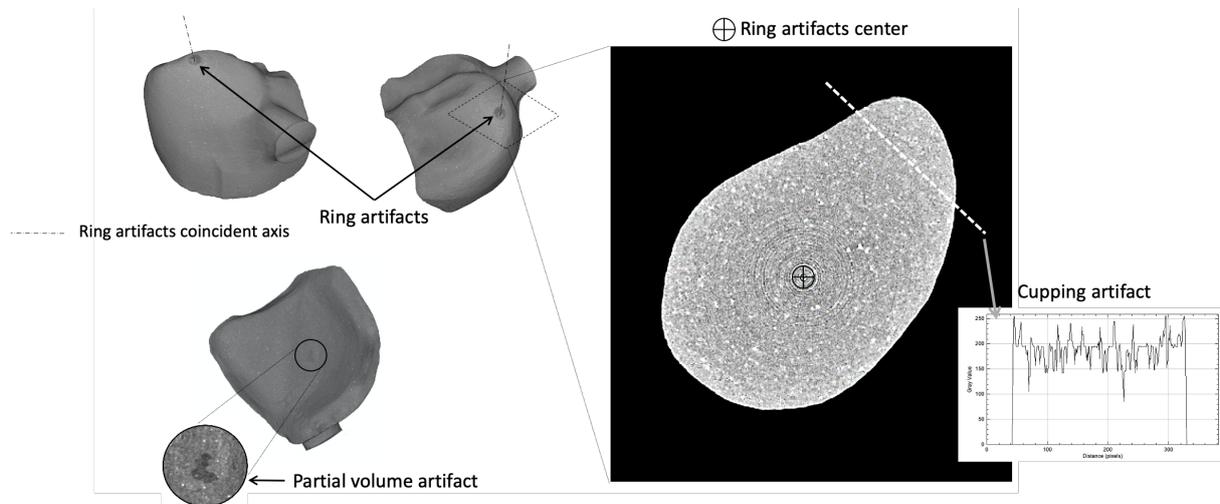


Figure 80 : Inspection qualitative de la prothèse : à gauche le rendu 3D et à droite une image 2D de la pile (Chiche et al., n.d.)

Nous pouvons observer que la structure interne du biomatériau présente des inclusions denses (petites zones claires sur la Figure 80) qui pourraient correspondre aux cristaux de leucite inclus dans la matrice de verre. Cela conforte l'idée d'inspecter aussi la microstructure internes des couches de l'APD en utilisant la micro-tomographie (dans la partie III.1.4, je présente des travaux sur la microstructure interne du joint et dans la partie III.2.4 je présente des travaux sur la microstructure interne de nouveaux matériaux céramiques imprimés en 3D).

Ecaillage

L'analyse de la surface marginale de la prothèse conçue révèle plusieurs zones de très faible épaisseur (en bleu, Figure 81b.). Dans ces zones de faible épaisseur le phénomène d'écaillage (« chipping ») apparaît (Figure 81a.). La fragilité du matériau combinée à la faible épaisseur du matériau est donc un facteur clé dans le déclenchement du phénomène d'écaillage.

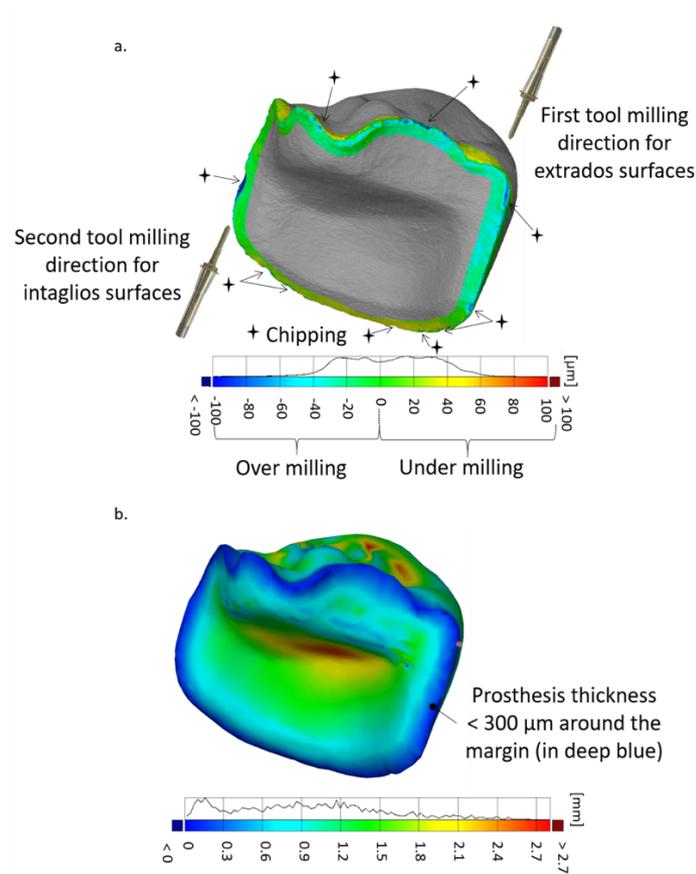


Figure 81 : Inspection de la zone marginale : a. analyse de la distance entre la prothèse CAO et la prothèse numérisée (phénomène d'écaillage indiqué par des étoiles), b. analyse de l'épaisseur de la zone marginale conçue

Ces premières observations soulignent la nécessité de prendre en compte les propriétés du matériau et son processus de mise en forme lors de la conception de la prothèse, ce qui n'est pas encore fait lors des procédures CAO/FAO dentaires commercialisées actuellement. En effet, l'écaillage pourrait sans doute être prévu et donc évité si un critère mécanique était inclus en phase de conception de la prothèse.

Sur ou sous-usinage

Des zones sur- et sous-fraisées ont été identifiées et quantifiées. Nous avons montré qu'elles pouvaient être reliées à la courbure locale, ce qui indique qu'elles peuvent être prévues et donc prises en compte dans la phase de conception. Il serait intéressant d'inclure cette connaissance de la prothèse usinée (donc de ses écarts à la prothèse conçue) dans les simulations de la mécanique de l'assemblage.

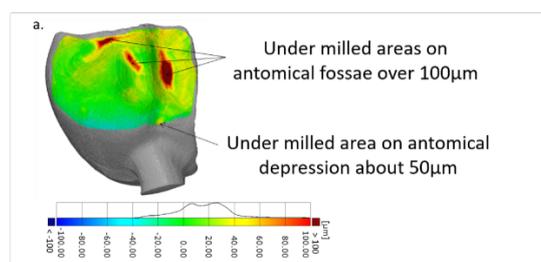


Figure 82 : Zone occlusale : analyse de la distance entre la prothèse CAO et la prothèse numérisée

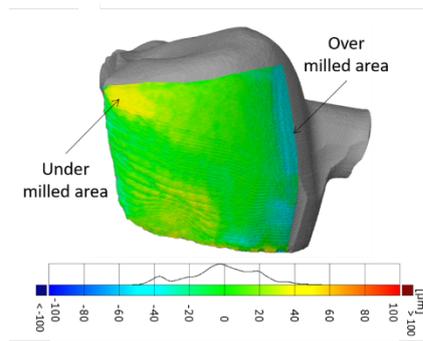


Figure 83 : Inspection de la zone vestibulaire labiale : analyse de la distance entre la prothèse CAO et la prothèse numérisée.

III.1.2.5. Bilan-caractérisation de la prothèse usinée

La caractérisation de la prothèse usinée est importante car sa géométrie et en particulier ces défauts et écarts par rapport à la prothèse conçue jouent un rôle important sur la durée de vie de la prothèse. En effet, un défaut de type écaillage va soit aboutir au ré-usinage d'une pièce (choix du praticien de ne pas poser la prothèse), soit à une zone de fragilité de la prothèse posée. Ici, nous avons montré que l'écaillage est directement relié à la finesse de la pièce.

Nous avons aussi identifié des zones sur- ou sous-usinées qu'il est important de prendre en compte. En effet, des zones sur- ou sous-usinées vont engendrer une pièce différente de celle conçue, impliquant une géométrie de joint dans l'APD et un comportement mécanique de la prothèse et de l'APD différents de ceux pouvant être prévus. Il serait intéressant de voir quelles variations de comportement sont engendrées par les écarts mesurés dans cette étude.

La procédure de mesure par micro-tomographie par rayons X proposée peut être étendue à l'inspection des prothèses imprimées en 3D, permettant l'analyse de la forme, du volume et de la structure interne en une seule acquisition. En particulier, le projet proposé en III.2.4 (où il est question de prothèses biomimétiques imprimées en 3D) se basera le protocole proposé dans cette étude pour réaliser l'inspection des pièces produites.

Dans le cadre de la pose d'une prothèse collée ou scellée, le praticien ne peut malheureusement pas contrôler son assemblage à l'aide de la micro-tomographie par rayons X. Néanmoins, les études menées pourront permettre de mieux comprendre l'impact des différentes étapes de conception et fabrication de la prothèse ainsi que le choix des matériaux de restauration sur sa géométrie et son comportement mécanique finaux.

III.1.3. Caractérisation de la géométrie d'assemblages modèles, focus sur le hiatus

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Norman Chiche (M1, 2013 puis M2, 2014)

Collaboration(s) principale(s) : Laurent Tapie (URB2i), Nicolas Schmitt (LMT)

L'assemblage prothétique dentaire (APD) est l'assemblage de la prothèse (dont la géométrie isolée a été étudiée dans la partie précédente) sur la préparation via un système adhésif ou un ciment qui va combler le hiatus formant un joint (voir Chapitre I). Pour mieux comprendre la géométrie et la mécanique de cet assemblage complexe, nous avons choisi de travailler sur des assemblages prothétiques à géométrie simplifiée dans un premier temps. La prothèse de ces assemblages simplifiés représente **une couronne**. La variation géométrique des prothèses, par définition patient-spécifique, rend difficile l'interprétation des résultats et la quantification fine de l'impact des paramètres de

conception notamment sur la mécanique de l'assemblage qui est mon objectif final. C'est donc pour cela que j'ai choisi de simplifier la géométrie de l'assemblage à étudier dans un premier temps.

En collaboration avec des praticiens dentaires, nous avons donc défini (partie III.1.3.2), fabriqué (partie III.1.3.3) et visualisé (partie III.1.3.4) de telles géométries puis proposé un protocole de mesures tridimensionnel de celle-ci (partie III.1.3.5). Tout d'abord, je rappelle brièvement quels paramètres sont usuellement définis pour caractériser le joint.

III.1.3.1. Caractérisation historique des assemblages de couronnes

Comme mentionné précédemment, le hiatus est un paramètre important qui est malheureusement contrôlé en clinique uniquement avec une sonde physique qui indique si la dimension accessible du joint est inférieure ou supérieure à 100µm. Un hiatus considéré comme cliniquement acceptable doit être inférieur à 100µm (Boitelle, 2015).

Les paramètres géométriques du hiatus des couronnes ont été historiquement définis par Holmes *et al.* (Holmes et al., 1989) et sont illustrés Figure 84.

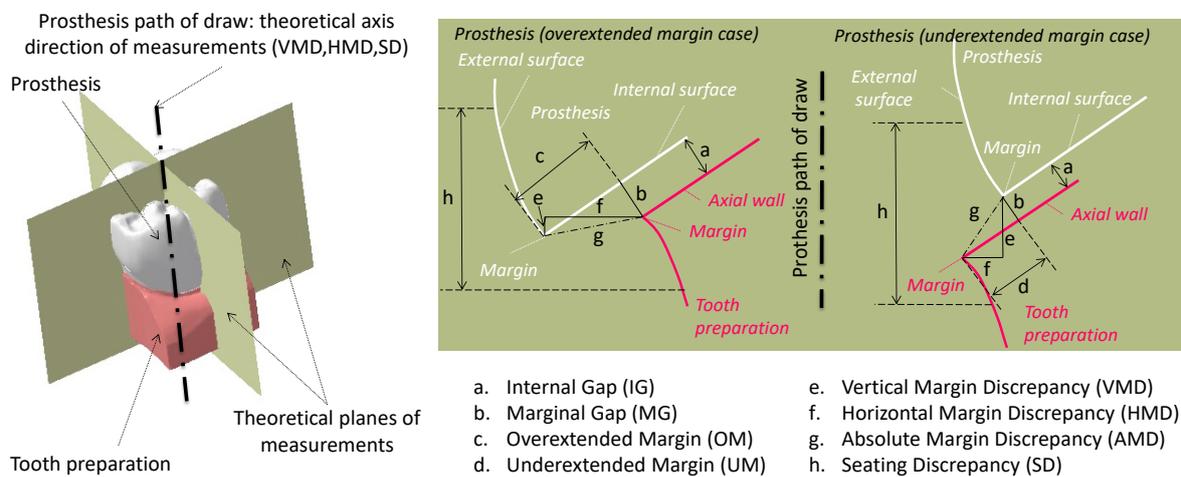


Figure 84 : Définitions des critères d'adaptation de Holmes (Holmes et al., 1989) (d'après (Tapie et al., 2016))

Les mesures des distances sont donc effectuées dans des plans (Figure 84, gauche) contenant l'axe d'insertion de la prothèse. Par définition, l'axe d'insertion est l'axe de mise en place (donc d'insertion ou de retrait) de la prothèse et peut être définie comme la direction spécifique dans laquelle une prothèse est placée sur la préparation dentaire. Dans les logiciels de CFAO, il est défini comme étant l'axe selon lequel il y a le moins de contre-dépouille créée sur la préparation dentaire mais peut être modifier manuellement par l'opérateur s'il le souhaite.

Les mesures d'adaptation sont donc historiquement faites dans des plans avec toute la difficulté que comportent la définition de l'axe d'insertion sur laquelle reposent ces mesures. Nous avons donc voulu investiguer la piste d'une mesure 3D par micro-tomographie par rayons X pour s'affranchir de cette difficulté.

Des protocoles de mesure de l'ajustement des prothèses basés des acquisitions de micro-tomographie par rayons X ont déjà été proposés dans la littérature. Néanmoins, la technique de micro-tomographie par rayons X et les images obtenues semblent sous-exploitées. Par exemple, (Borba et al., 2011; Pelekanos et al., 2009) utilisent les images issues de micro-tomographie par rayons X pour ensuite faire des mesures 2D selon les définitions de Holmes, perdant ainsi l'apport volumique de la technique.

Dans un premier temps, nous avons choisi de faire deux types de mesure de la géométrie macroscopique du joint : 2D (d'après (Holmes et al., 1989)) et 3D (en définissant notre protocole) sur des assemblages modèles sur lesquels l'axe d'insertion est défini de manière unique.

III.1.3.2. Définition des géométries d'assemblages modèles

Pour définir ces assemblages modèles ou de référence (mimant une couronne dentaire), nous nous sommes basés sur les règles de dimensionnement pratiques pour réaliser les préparations dentaires et concevoir les couronnes. Sur la base de ces recommandations classiques de préparation, deux géométries simplifiées ont été proposées (Figure 85) du même type que celles proposées par Borba et al. (Borba et al., 2011). Une géométrie pyramidale et une géométrie conique ont été choisies. La spécificité de ces géométries est qu'elles sont composées de formes régulières avec l'axe d'insertion défini mathématiquement : c'est ici l'axe de symétrie. Une fois définies, ces géométries ont ensuite été conçues à l'aide d'un logiciel de CAO.

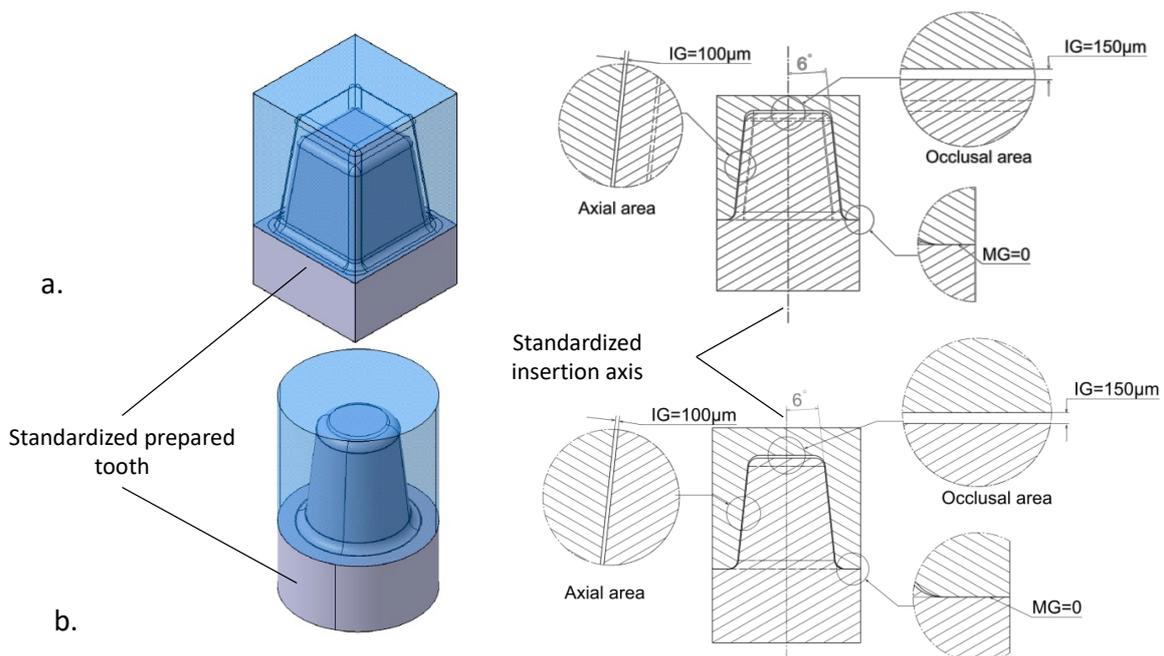


Figure 85 : Les géométries simplifiées proposées dans (Tapie et al., 2016). a : géométrie pyramidale. b : géométrie conique.

Une dent préparée standardisée a été conçue en fonction du volume anatomique molaire et des recommandations cliniques de la prothèse collée (Figure 85). L'axe de symétrie de la dent préparée normalisée (axe du cône pour la partie conique et axe donné par l'intersection des plans de symétrie pour la partie pyramidale) est considéré comme l'axe d'insertion. La valeur de l'espace interne (IG, Figure 84) est fixée à 100µm sur la zone axiale et à 150µm sur la zone occlusale (Figure 85). La valeur de l'écart marginal (MG, Figure 84) est fixée à zéro (Figure 85), pour éviter les caries secondaires dues à une micro-fuite dans la zone marginale, entraînant l'introduction de bactéries et l'irritation des gencives. De même, il n'y a pas de sur-extension ou sous-extension des marges. En effet de telles marges introduisent une rétention de plaque dentaire impliquant l'accumulation de bactéries près de la zone marginale et une irritation des gencives. Ainsi, la marge en sous-extension (UM) et la marge en sur-extension (OM) sont fixées à zéro (Figure 85). Il en résulte que l'écart marginal vertical (VMD), l'écart marginal horizontal (HMD) et l'écart marginal absolu (AMD) sont nuls. UM, OM, VMD, HMD et AMD sont définis Figure 84.

III.1.3.3. Fabrication des assemblages modèles

Il a été choisi, pour mettre en place le protocole de mesure sur les assemblages modèles définis dans la partie précédente, de réaliser un assemblage en ne remplissant pas le joint avec un biomatériau adhésif. Il sera donc question d'un « hiatus » et non d'un joint. C'est la configuration clinique correspondant à l'« essayage » de la prothèse. Les deux parties de l'assemblage ont été usinées dans un composite hybride (Vita Enamic®, une céramique hybride). Ce biomatériau présente plusieurs avantages par rapport aux autres matériaux dentaires : une bonne usinabilité, un comportement moins fragile qu'une céramique et une résistance à l'usure accrue par rapport aux composites. De plus, grâce à sa bonne radio-opacité, les artefacts impliqués lors de l'acquisition des rayons X sont réduits.

Les deux géométrie modèles (conique et pyramidales) ont été fabriquées avec un prototype de fraiseuse à commande numérique (Lyra, GACD).

Les piles d'images correspondant aux deux types d'assemblage ont été créées avec un microtomographe à rayons X (X-View X50-CT, North Star Imaging du LMT, EquipEx MatMeca). Le grossissement adopté a permis de créer une pile d'images avec une taille de voxel d'environ $8 \times 8 \times 8 \mu\text{m}^3$, ce qui est pertinent pour mesurer un écart de $100 \mu\text{m}$. Ici, nous nous sommes focalisé sur l'aspect géométrie (et non structures internes des couches).

III.1.3.4. Visualisation 3D des assemblages modèles

Une première inspection visuelle de l'assemblage a été effectuée à l'aide de l'outil de rendu volumique d'Avizo. Un plan de découpe vertical à différents endroits a été ajouté afin de visualiser les données brutes (Figure 86). On peut observer que l'axe de symétrie de l'assemblage (axe d'insertion) ne coïncidait pas parfaitement avec l'axe d'acquisition (AA) du tomographe, ce qui a donné des images verticales 2D inexploitable (image de droite de la Figure 86), corroborant que les mesures d'écart ne peuvent, en règle générale, pas être traitées directement à partir des images 2D brutes.

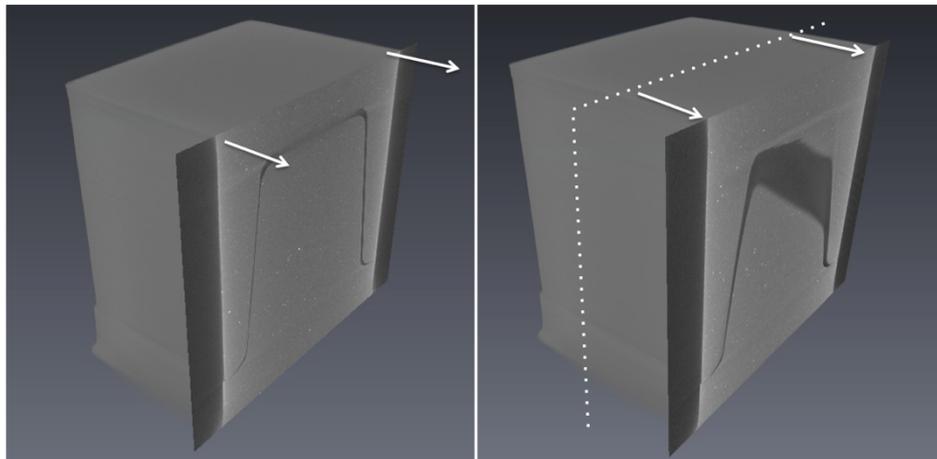


Figure 86 : Visualisation 3D directe de l'assemblage pyramidal. A gauche : un plan de coupe a été ajouté au milieu de l'assemblage. A droite : un plan de coupe a été ajouté à un endroit plus près de la zone marginale

La sur- et sous-extension de la marge (UM et OM, définies Figure 84) peuvent également être détectées par une visualisation directe en 3D, comme le montre la Figure 87. En pratique clinique, celles-ci seront limitées par la présence des dents adjacentes. On remarque aussi un hiatus marginal (MG) nul comme dans la conception, ce qui est recherché en pratique (bonne étanchéité notamment). Le restera-t-il si le hiatus est comblé comme c'est le cas une fois la prothèse collée? Un ADP avec joint est considéré en III.1.4.

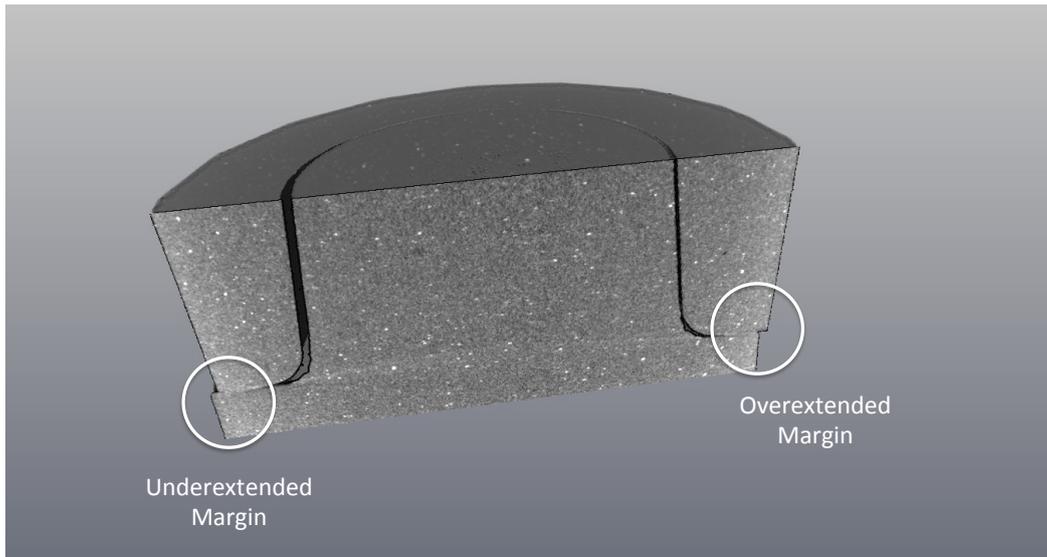


Figure 87 : Visualisation 3D directe de la sur- et sous-extension de la marge, due à un mauvais alignement de la dent préparée et de l'axe de la prothèse

Pour effectuer des mesures 2D comme proposées par Holmes *et al.* (Holmes *et al.*, 1989), il est nécessaire d'identifier l'axe de symétrie de l'assemblage (PA) et la direction du plan de coupe avant d'effectuer des mesures de distances en 2D sur les données acquises. Néanmoins, dans ce qui suit nous proposons un protocole 3D qui permet de s'affranchir de l'étape de la définition de l'axe d'insertion.

III.1.3.5. Caractérisation des assemblages modèles, proposition d'un protocole d'analyse 3D

Comme il peut être difficile de normaliser le protocole de mesure du hiatus en utilisant les mesures 2D, un protocole 3D est proposée pour mesurer celui-ci.

Un algorithme « Maximum Covering Sphere » (MCS) est utilisé afin de mesurer l'épaisseur du hiatus en 3D (utilisation de l'outil « Thickness » du plugin BoneJ de Fiji). Le principe de cet algorithme est de mesurer la dimension d'un espace en un point en trouvant la plus grande sphère contenant le point (et restant dans l'espace considéré, ici l'espace vide), le diamètre de cette sphère est considéré comme l'épaisseur locale de la phase considérée. C'est le même outil que celui utilisé pour mesurer les tailles de pores de la dentine au II.1.3.2. La mesure en 3D évite les erreurs 2D qui peuvent être faites (par exemple, la deuxième image de la Figure 86 conduira à une surestimation de la taille du hiatus). L'algorithme MCS est utilisé directement sur la pile d'images binarisée. Ici, le principal paramètre d'influence (après acquisition) est donc le seuil choisi pour réaliser la binarisation et les filtres éventuels qui sont utilisés pour traiter la pile d'images.

La méthode proposée est illustrée sur l'assemblage (zones axiales et marginales). La Figure 88 représente la carte des dimensions du joint évaluée par l'algorithme MCS sur les assemblages. La mesure du joint est réalisée sur l'ensemble du volume du joint et pas seulement sur quelques points de quelques coupes.

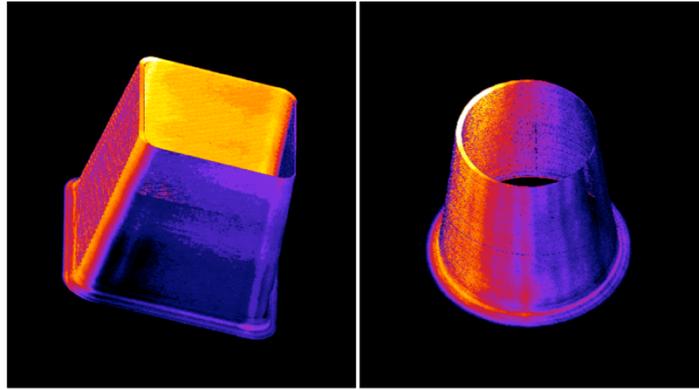


Figure 88 : Visualisation 3D de la dimension du hiatus (obtenue à l'aide de l'algorithme MCS). A gauche : pour l'assemblage de forme pyramidale. A droite : pour l'assemblage de forme conique. La couleur blanche correspond à la dimension maximale du joint de chaque cas.

La Figure 89 montre l'histogramme de la distribution de la taille de hiatus (« Gap Size Distribution », GSD) dans ces assemblages. L'assemblage conique présente une distribution de taille de joint assez répartie de manière assez homogène de 0 à 200 μm , alors qu'une distribution de taille de hiatus bimodale est observée pour l'assemblage pyramidal. L'assemblage pyramidal présente deux tailles de hiatus principales : environ 50 μm et environ 140 μm .

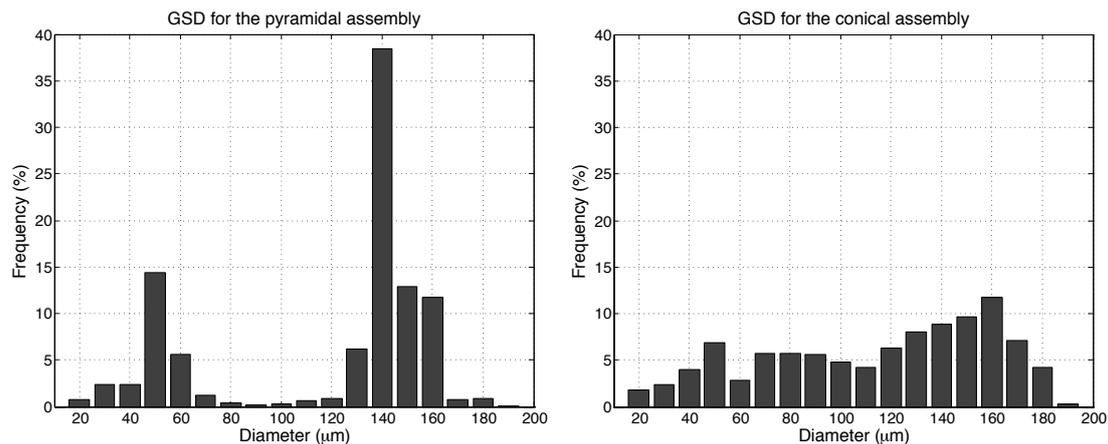


Figure 89 : Distribution de la taille de hiatus (GSD pour (« Gap Size Distribution ») pour l'assemblage pyramidal (à gauche) et pour l'assemblage conique (à droite).

Les Figure 88 et Figure 89 indiquent clairement une translation des pièces prothétiques dans l'assemblage (l'axe de symétrie de la partie supérieure de l'assemblage ne coïncide pas avec celui de la partie inférieure). Cette translation explique la sur-extension et la sous-extension observées Figure 87. Il en résulte un hiatus hétérogène dont la dimension varie jusqu'à 200 μm dans les deux types d'assemblage. Comme l'assemblage a été conçu pour avoir un espace homogène de 100 μm , il est logique d'avoir un espace allant jusqu'à 200 μm en raison de la translation de la prothèse (ce qui entraîne un espace minimal en un point et un espace "double" en l'autre point).

La taille du joint de l'assemblage conique est mieux répartie et nous prévoyons qu'une telle répartition sera plus favorable à la durabilité de la prothèse dans le temps (bien entendu, des études supplémentaires sont nécessaires pour le démontrer).

Cela conduit donc à la première conclusion intéressante : des préparations dentaires différentes conduiront à des GSD différentes, ce qui influencera certainement l'avenir de la vie de la prothèse. Il

sera intéressant de mesurer la GSD dans le cas où l'espace est comblé (par un système adhésif ou un ciment), puis d'observer si elle est plus homogène et enfin d'évaluer l'impact de la GSD sur le comportement mécanique de l'assemblage. Ces questions sont en partie traitées en parties III.1.4.3 et III.2.1.

Cette étude sur assemblage modèle a montré que la mesure 3D grâce à la micro-tomographie par rayons X est un outil très intéressant pour caractériser, dans un travail de recherche, la géométrie d'un APD. Le protocole mis en place est directement applicable sur une géométrie d'assemblage prothétique réelle car le protocole ne nécessite pas de définition de plans ou d'axes difficiles à identifier comme pour les mesures 2D définies par Holmes *et al.* (Holmes et al., 1989).

Les images obtenues sur des assemblages sans joint, montrent qu'avec une taille de voxel suffisamment fine, il est possible d'investiguer, en plus des formes des couches de l'assemblage prothétique, la microstructure interne des couches (sur la Figure 87, des zones de densités différentes au sein de la préparation dentaire et de la prothèse sont distinguées). Ainsi dans la partie III.1.4, la micro-tomographie par rayons X est utilisée pour caractériser les défauts dans la couche de joint.

L'impact des paramètres de dimensionnement sur la mécanique de l'assemblage conique est étudié en partie III.2.1.4.

III.1.4. Caractérisation des défauts dans la couche de joint

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Kyo Shindo (2015-2019), Yannick Yasothan (2019-...)

Collaboration(s) principale(s) : Nicolas Schmitt (LMT)

Comme remarqué dans la partie précédente, la micro-tomographie par rayons X permet aussi une caractérisation des microstructures internes des couches de l'assemblage dentaire. Notre but est ici d'observer et de quantifier les défauts dans le joint. Il sera ensuite question de quantifier leur influence sur la mécanique de l'assemblage (III.2.1.5).

Ces travaux ont été initiés lors de la thèse de Kyo Shindo : des résultats préliminaires ont été obtenus sur un premier assemblage (non présenté ici). Yannick Yasothan a repris et étoffé le travail en réalisant trois nouveaux assemblages sur lesquels les mesures présentées dans ce qui suit ont été réalisées.

III.1.4.1. Préparation des échantillons

Pour éviter de prendre en compte la variabilité géométrique inhérente aux restaurations spécifiques des patients tout en tenant compte de celle due au processus d'assemblage, une étude expérimentale a été menée sur trois assemblages simplifiés à géométrie conique (géométrie définie en III.1.3.2, Figure 85, ici : MG=100µm et IG=200µm) : E1, E2 et E3.

Les couronnes dentaires ont été usinées dans des blocs Vita Enamic® CAD/CAM, une céramique dentaire hybride composée d'un réseau céramique dominant renforcé par un réseau polymère. Les préparations dentaires ont été usinées dans de l'os cortical bovin au lieu de la dentine pour faciliter l'usinage dans un volume massif et pour mieux contrôler le processus de fabrication des assemblages. La couche adhésive utilisée pour coller les deux parties est constituée de Kerr Maxcem Elite™, un composite fait de résine à double durcissement composé principalement de résine de diméthacrylate renforcée par des charges minérales inertes. Les recommandations fournies par Kerr Dental concernant le processus d'assemblage ont été suivies pour construire l'assemblage dentaire. Un dispositif de guidage des cylindres a été utilisé afin que les axes de la prothèse et de la préparation coïncident au mieux.

III.1.4.2. Micro-tomographie par rayons X, acquisition, traitement d'image et analyse

La géométrie interne des assemblages dentaires a été visualisée par micro-tomographie par rayons X. La taille du voxel est de $7,3\mu\text{m}$. La Figure 90 présente le protocole de traitement des images (réalisé à l'aide d'AVIZO 9.0). L'objectif était d'améliorer la qualité de l'image afin de distinguer clairement chaque partie de l'échantillon et de caractériser la géométrie du joint et ses défauts.

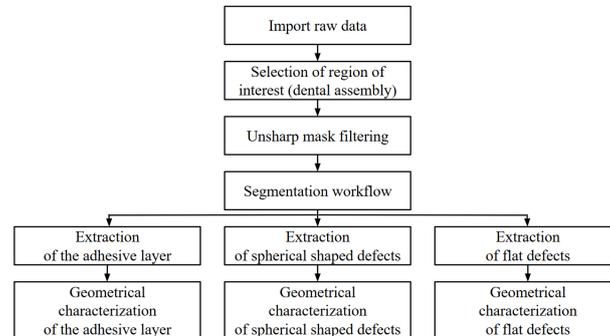


Figure 90 : Protocole de traitement d'images numériques 3D (Yasothan et al., 2020)

Après avoir extrait les différents composants constitutifs des APD considérés, la caractérisation géométrique de la couche adhésive et de ses défauts a été effectuée. Les volumes totaux de la couche adhésive, des défauts de forme sphérique et des défauts plats ont été mesurés. Pour l'analyse des défauts de forme sphérique, un filtre a été ajouté pour ne sélectionner que ceux ayant une sphéricité supérieure à 0,5 et nous avons également évalué leur nombre total et leur rayon, et pour les défauts plats, leur surface.

III.1.4.3. Analyse de la géométrie globale du joint

A l'aide du protocole défini en III.1.3, le volume occupé par le joint est caractérisé pour les trois échantillons. Pour E1, le joint présente trois zones d'épaisseur autour de 200, 400 et $600\mu\text{m}$ correspondant à MG (épaisseur marginale), IG en zone axiale et IG en zone occlusale. Ces valeurs sont donc beaucoup plus élevées que les données de conception (MG= $100\mu\text{m}$ et IG= $200\mu\text{m}$). L'échantillon E2 présente quant à lui un basculement (l'axe du cône de la partie prothétique ne coïncide pas avec l'axe de la préparation) et les tailles de joint sont donc variables sur l'ensemble du joint avec IG maximal d'environ $700\mu\text{m}$ et MG variant de moins de $100\mu\text{m}$ à $400\mu\text{m}$ (du fait du basculement). Le dernier échantillon semble plus proche de l'APD conçu avec un MG de l'ordre de $100\mu\text{m}$, un IG en zone axiale autour de $200\mu\text{m}$ et un hiatus occlusal autour de $250\mu\text{m}$.

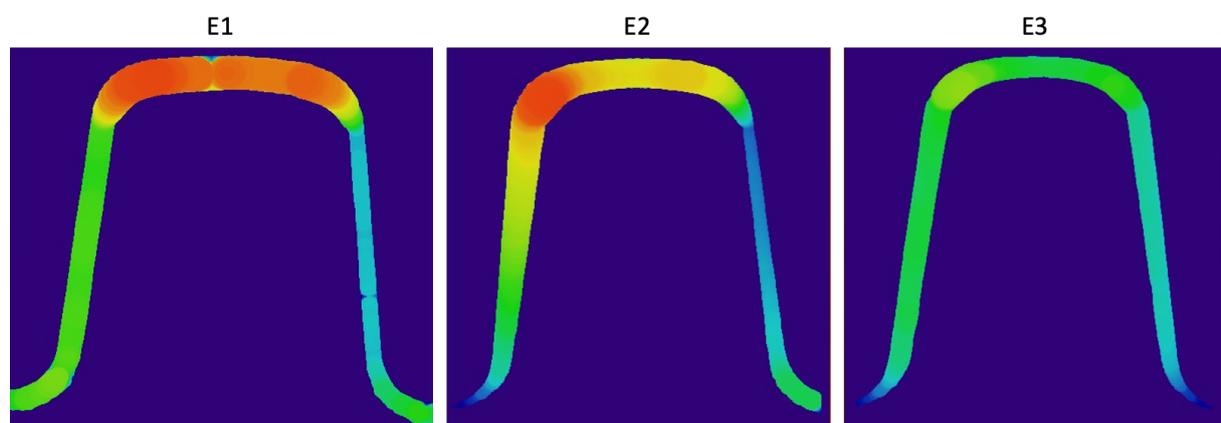


Figure 91 : Illustration de la distribution de l'épaisseur du joint sur une coupe de chaque échantillon (obtenue grâce à l'algorithme MCS)

Les données restent à finir d'exploiter (histogrammes complets de distribution, quantification du basculement...) mais il est possible de faire quelques remarques :

- le protocole défini en III.1.3 permet bien de caractériser les APD avec joint ;
- Le guidage mis en place lors de l'assemblage ne paraît pas suffisant pour garantir la répartition d'épaisseur de joint conçue, néanmoins, en pratique cette variation aura lieu (notre guidage peut être mis en parallèle avec le guidage naturel des dents adjacentes qui n'assure vraisemblablement pas l'exacte répartition de joint conçu) ;
- Il sera intéressant d'analyser la répartition du joint zone par zone et la mettre en parallèle avec la présence de défauts (analysés dans ce qui suit).

III.1.4.4. Identification et quantification des défauts

La surface totale de la couche adhésive (valeur moyenne sur trois échantillons) est de $250,1 \pm 11,5 \text{ mm}^2$ et son volume de $36,7 \pm 7,8 \text{ mm}^3$. Des défauts de forme sphérique et des défauts « étalés » ou « plats » ont été observés dans la couche adhésive et aux interfaces (Figure 92).

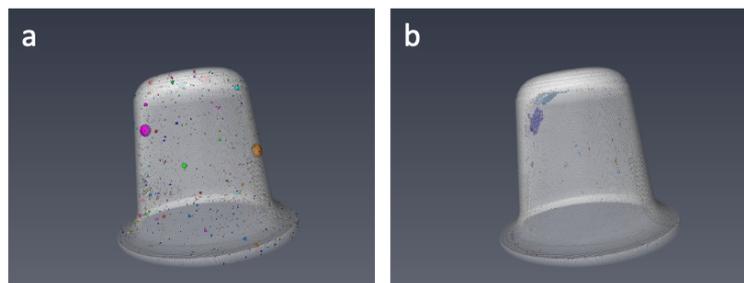


Figure 92 : Illustration des défauts observés dans la couche adhésive -a. défauts de forme sphérique ; -b. défauts étalés (Yasothan et al., 2020)

Les couches adhésives contiennent une forte densité de petits pores de forme sphérique avec une valeur moyenne de $60,4 \pm 2,4$ par mm^3 . La porosité de la couche adhésive est d'environ 0,76 %. Le rayon moyen des pores est de $17,34 \pm 11,987 \mu\text{m}$, ce qui est proche du seuil de détection.

Les défauts plats sont situés à l'interface entre le biomatériau et la préparation dentaire. Cette localisation pourrait être due à la gravité car, contrairement à d'autres études, nous avons imité une restauration localisée du maxillaire (la préparation dentaire a été positionnée sur le dessus de l'assemblage). De plus, ces défauts sont situés aux endroits où l'épaisseur du biomatériau adhésif est la plus faible. Les zones détectées représentent $6,4 \pm 3,8\%$ de la surface du joint et leur volume total est de $0,07 \pm 0,03 \text{ mm}^3$.

La principale limite de notre protocole est la résolution de l'image 3D. Pour les défauts de forme sphérique, ceux ayant un rayon inférieur à $11 \mu\text{m}$ ne sont pas pris en compte. Pour les défauts plats, cette limitation combinée aux artefacts inhérents à l'imagerie micro-CT implique que les défauts plats sont probablement plus importants en réalité. La porosité du joint est donc sous-estimée. Pour améliorer la caractérisation géométrique des défauts, des observations MEB haute résolution de sections 2D est envisagée. Un agent de contraste pourra être injecté dans l'échantillon pour mettre en évidence les défauts plats.

Dans la partie III.2.1.5, je propose une première prise en compte de ces défauts dans la modélisation mécanique de l'APD.

III.1.5. Bilan – analyse de la géométrie et des microstructures de l'APD

Dans cette partie III.1, j'ai présenté mes travaux sur la géométrie de l'APD. Sa mécanique va en effet dépendre de l'ensemble des couches, leur géométrie, leur positionnement relatif, de leurs interfaces et de leur microstructures internes (en plus des propriétés mécaniques des différentes couches). L'attention des praticiens se porte généralement sur le hiatus (espace entre la prothèse et la préparation dentaire qui va être rempli par le joint) car il revêt une importance sur différents plans, notamment biologique (doit empêcher l'infiltration de bactéries, les irritations de la gencive...) et mécanique.

La plupart des études sont menées sur des assemblages prothétiques issus de cas pratiques. Cela pose deux problèmes :

- Les APD conçus sont complexes car « patient specific » et leur géométrie finale dépend de la « bonne » réalisation de toutes les couches, c'est pour cela que j'ai tout d'abord réalisé une étude sur la géométrie d'une prothèse seule afin de mieux comprendre les écarts entre la prothèse conçue et la prothèse usinée, l'idée étant d'isoler les facteurs d'influence.
- L'étude de l'ensemble d'un APD « patient-specific » et en particulier de son joint ne permet pas de dégager des tendances générales en particulier quand il est question de relier le comportement mécanique à la géométrie de l'APD ou de relier la géométrie du joint à la présence de défauts de microstructure interne, c'est pourquoi j'ai choisi de travailler sur des assemblages modèles dans un premier temps.

L'étude sur la prothèse isolée (un onlay) a révélé des écarts entre la prothèse conçue et la prothèse usinée, ils ont été quantifiés grâce à un protocole de mesure à partir d'images 3D obtenues par micro-tomographie par rayons X. Des zones sur- et sous- usinées sont identifiées et le phénomène d'écaillage est observé, quantifié et relié à la courbure locale de la prothèse. L'écaillage est un phénomène préjudiciable et semble donc pouvoir être prévu en amont.

Afin de simplifier la géométrie complexe des APD, des APD modèles mimant des restaurations de type couronne ont été conçues en suivant les recommandations pratiques prodiguées aux praticiens. Un protocole de mesure de hiatus à partir d'images 3D obtenues par micro-tomographie par rayons X a été proposé. Les limitations des mesures 2D dans des plans de coupes de la prothèse ont été révélées et le protocole proposé est donc tridimensionnel et utilise l'algorithme « maximal covering sphere » particulièrement adapté à la mesure de l'épaisseur de hiatus.

Une deuxième étude sur les APD modèles a ensuite été menée, cette fois avec un joint de colle (dans l'étude précédente, c'est l'espace vide, hiatus, entre la prothèse et la préparation qui était caractérisé) et la microstructure du joint et ses défauts ont été analysés. Des défauts de deux types ont été mis en lumière : des défauts de forme sphérique (bulles d'air) et des défauts plus étalés dits défauts « plats ». Ces défauts, leurs dimensions et leur impact mécanique, sont peu discutés dans la littérature. Une étude préliminaire de leur impact sur le comportement mécanique de l'assemblage sera proposée dans la partie suivante sur la mécanique de l'APD (partie III.2.1.5).

III.2. Mécanique de l'assemblage prothétique dentaire

Etudiant(e)(s) impliqué(e)(s) : Kyo Shindo (M2 2015 puis doctorant 2015-2019), Yannick Yasothan (doctorant, 2019-...)

Collaboration(s) principale(s) : Nicolas Schmitt (LMT)

Pour étudier le comportement mécanique de l'APD, j'ai considéré 3 types d'APD :

- Des APD avec les géométries modèles coniques proposées au III.1.3.2
- Des APD avec une géométrie plus réaliste mais restant générique : cas dit intermédiaire
- Des APD « patient specific »

Dans les deux premiers cas (présentés en III.2.1 et III.2.2), l'intérêt est de ne pas être tributaire des variations géométriques des restaurations « patient specific » et de tirer de conclusions générales. Pour bien comprendre l'impact des différents paramètres, la géométrie et le chargement sont complexifiés par étapes.

Le troisième type d'APD est considéré en III.2.3 afin de montrer qu'il est possible sans acquisition de données supplémentaires de mettre en place un maillon d'analyse mécanique proposant une amélioration de la géométrie de la prothèse du patient dans la chaîne CFAO existante.

Dans une dernière partie (partie III.2.4), je présente aussi une proposition d'amélioration des prothèses sous l'angle de la bio-inspiration.

III.2.1. Analyse du comportement mécanique des APD modèles

La mécanique des assemblages modèles coniques définis en partie III.1.3.2 a été abordée lors du stage de M2 puis de la thèse de Kyo Shindo. Dans un premier temps, les assemblages sont considérés comme parfaits bien que la partie III.1 montre que l'usinage des pièces et l'assemblage induisent des défauts. Certains de ces défauts seront pris en compte dans un deuxième temps (partie III.2.1.5).

III.2.1.1. Définition de la configuration de référence

Les paramètres de géométrie et matériaux sont illustrés Figure 93 et les valeurs choisies pour la configuration de référence rassemblées dans la Table 9. Sur la Figure 93, les paramètres fixes sont indiqués en vert alors que ceux que nous ferons varier par la suite sont indiqués en rouge. La préparation dentaire ainsi que la hauteur totale de l'assemblage ne varient pas afin que les configurations considérées correspondent à un unique cas clinique. En effet, en pratique, la géométrie de la préparation est dictée par la lésion, les paramètres matériaux de la dent préparée sont des données patients (pas forcément connues mais fixes) et la hauteur de l'assemblage est imposée par la présence de la dent opposée.

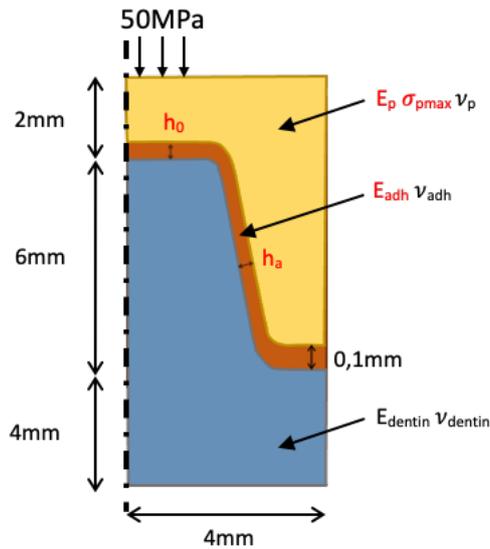


Figure 93 : Paramétrage de la géométrie et des matériaux

| E_p | ν_{cer} | E_{adh} | ν_{adh} | E_{dentin} | ν_{dentin} | h_0 | h_a |
|--------|-------------|-----------|-------------|--------------|----------------|-------------|-------------|
| 80 GPa | 0,3 | 5GPa | 0,35 | 18,3GPa | 0,3 | 100 μ m | 100 μ m |

Table 9 : Paramètres de la configuration de référence (paramètres variables en rouge)

La géométrie de l'assemblage conique a été proposée et justifiée partie III.1.3.2. C'est sur cette base qu'a été construite la configuration de référence. Un joint d'épaisseur uniforme de 100 μ m, épaisseur du joint « cliniquement acceptable » (Boitelle, 2015), a été choisi ainsi que des modules au centre de la gamme possible pour les matériaux de restauration (colle ou scellement et matériau prothétique).

Un chargement de 50Mpa a été appliquée sur une surface de 1,5mm de rayon sur la face occlusale de l'APD, centrée sur l'axe de symétrie. La base de l'APD est encastrée. Les interfaces sont supposées parfaites.

III.2.1.2. Analyse de la configuration de référence

Dans la configuration de référence, chaque couche est analysée ainsi que l'interface prothèse/joint qui est particulièrement importante (car c'est un lieu de décollement possible, voir I.3.2.1).

Les matériaux prothétiques étant la plupart des matériaux fragiles particulièrement sensibles à la traction, nous nous sommes intéressés aux champs de contraintes principales dans la prothèse, ils sont illustrés Figure 94.

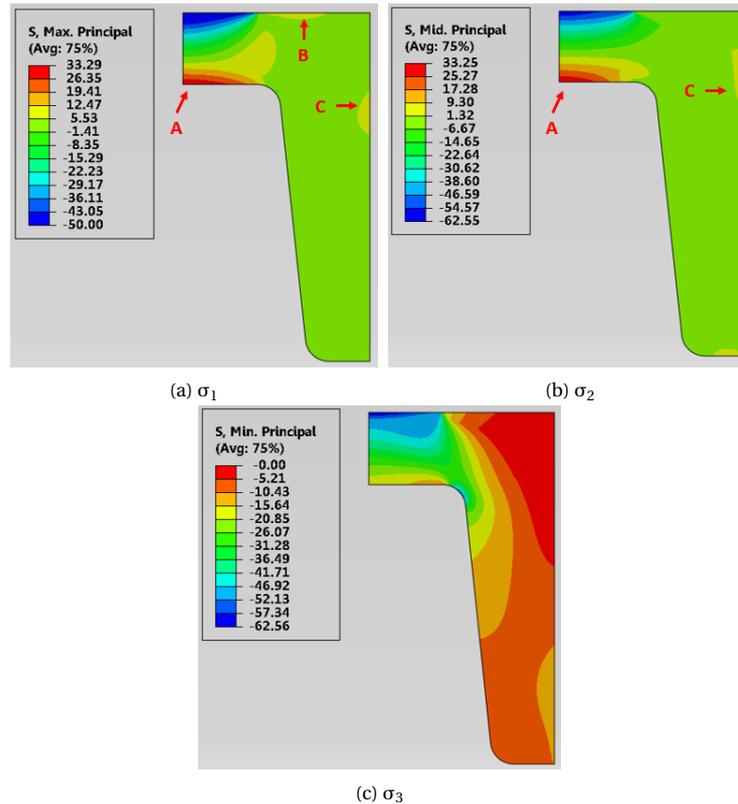


Figure 94 : Champs de contraintes principales en MPa dans la prothèse ($\sigma_I > \sigma_{II} > \sigma_{III}$) (Shindo, 2019)

La zone de traction maximale se situe à l'interface prothèse joint sous le chargement (zone A, Figure 94(a) et (b)) où la prothèse est sollicitée en flexion biaxiale. L'intensité d'environ 30MPa semble non négligeable par rapport aux limites d'élasticité des matériaux prothétiques du marché (entre 100 et 1000MPa) et du fait que certains patients peuvent exercer des efforts bien plus élevés (de l'ordre de 10 fois plus élevés que celui considéré) s'ils souffrent de bruxisme. Cette zone correspond à un mode de rupture observé en clinique ce qui conforte la pertinence de l'étude sur une géométrie simplifiée.

L'interface prothèse/joint étant particulièrement importante, la première contrainte principale dans la prothèse le long de cette interface est tracée Figure 95.

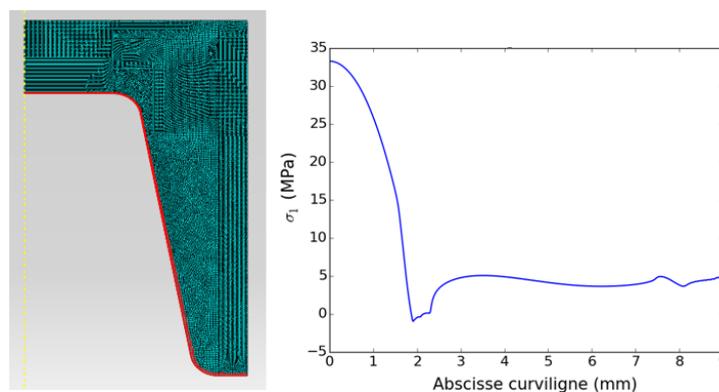


Figure 95 : Première contrainte principale dans la prothèse le long de l'interface avec le joint (ligne rouge à l'intrados de la prothèse), le point sur l'axe de la prothèse correspondant à l'origine des abscisses (Shindo, 2019).

Dans le joint, les champs de contraintes principales ainsi que la contrainte de Von Mises (pour estimer la partie déviatorique du tenseur des contraintes liée au cisaillement) sont analysés (Figure 96).

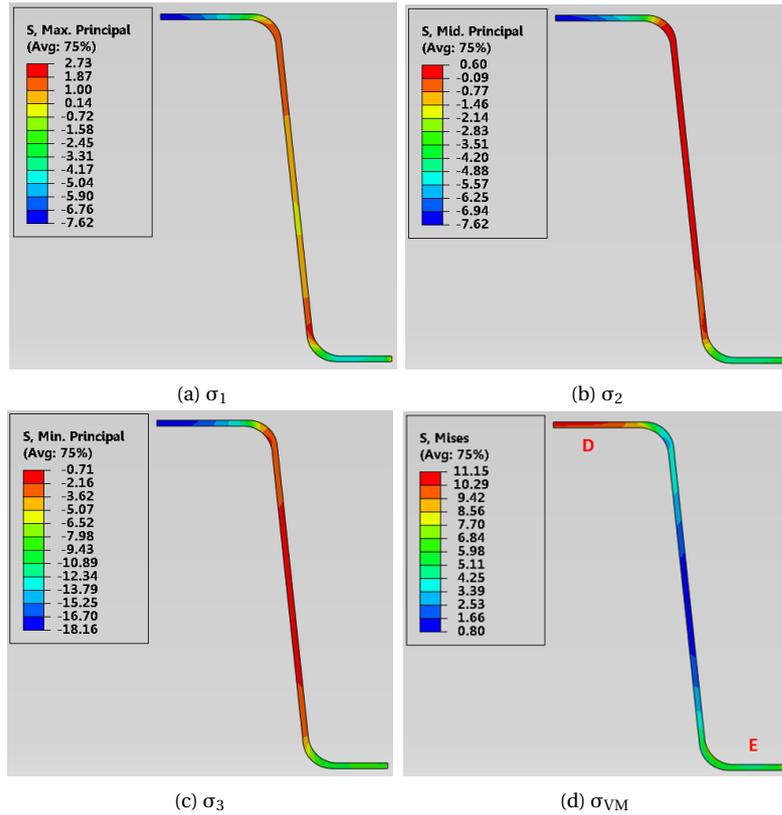


Figure 96 : Champs de contraintes principales et de contrainte de Von Misès (σ_{VM}) en MPa dans la couche de joint (Shindo, 2019).

Le joint est soumis majoritairement à de la compression et la troisième contrainte principale atteint son maximum d'environ 20MPa au droit du chargement. Il apparait de la traction sur la partie latérale du joint mais dont les intensités sont très faibles (<3MPa). Les contraintes de Von Misès affichent deux zones de sollicitations importantes, la première au droit du chargement en zone occlusale (zone D, Figure 96(d)), la seconde en zone marginale de la prothèse (zone E, Figure 96(d)). La répartition de ces contraintes le long de l'interface prothèse/joint est tracée Figure 97. La zone marginale (zone E) est particulièrement importante car elle assure l'étanchéité de la restauration et est en contact avec l'extérieur (environnement buccal agressif). Nous y porterons une attention particulière lors de l'étude des configurations cliniques (partie suivante).

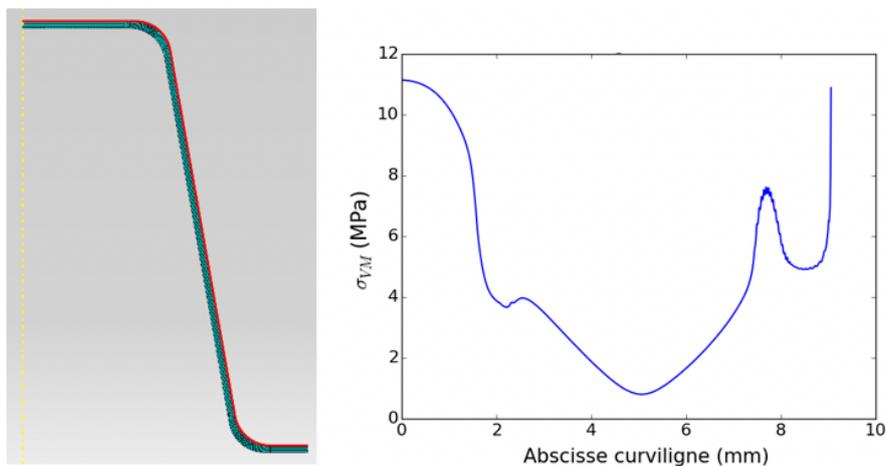


Figure 97 : Contrainte de Von Misès dans le joint le long de l'interface avec la prothèse (ligne rouge en partie supérieure du joint), le point sur l'axe de la prothèse correspondant à l'origine des abscisses (Shindo, 2019).

III.2.1.3. Influence des paramètres matériaux

Dans cette partie, je présente l'influence des paramètres matériaux sur les champs de contraintes dans la prothèse en me focalisant sur la zone le long du joint. Les autres paramètres sont ceux de la configuration de référence (Table 9). L'influence de ces paramètres est très importante cliniquement car le praticien a la possibilité de les modifier (dans la limite des propriétés des matériaux du marché). Nous avons donc considéré des variations raisonnables du module du joint et onze matériaux prothétiques dentaires (faisant partie des trois familles que sont les céramiques hybrides, les vitrocéramiques et les céramiques polycristallines, voir I.2.1.2).

Influence de la rigidité du joint

La première contrainte principale dans la prothèse est tracée le long de l'interface avec le joint (Figure 98). L'augmentation de la rigidité de l'adhésif permet, dans le cas de la configuration de référence (E_p de 80GPa), de baisser sensiblement la traction liée à la flexion biaxiale de la prothèse sous le chargement (baisse d'environ 10MPa). Il serait intéressant de faire cette même étude avec des paramètres matériaux de prothèse correspondant aux trois familles de matériaux prothétiques possibles.

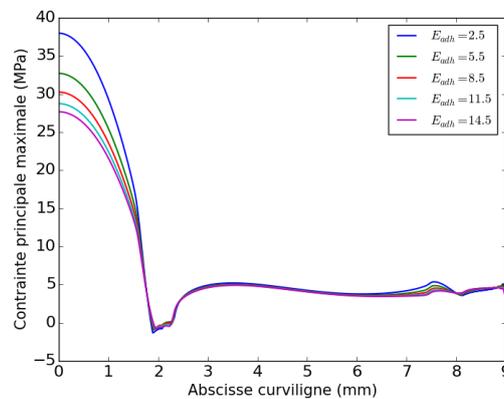


Figure 98 : Première contrainte principale dans la prothèse le long de l'interface avec le joint en fonction du module d'Young du joint E_{adh} (en GPa), le point sur l'axe de la prothèse correspondant à l'origine des abscisses (Shindo, 2019).

Influence de la rigidité de la prothèse

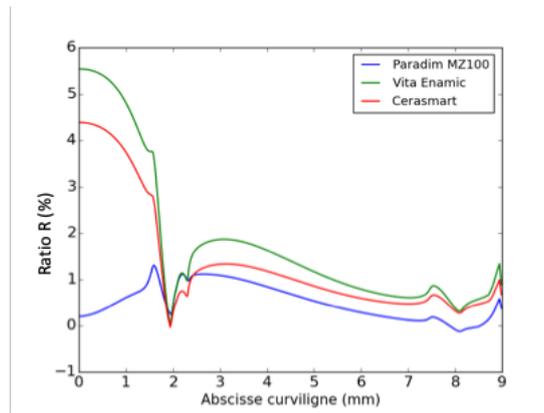
Dans cette partie, onze matériaux prothétiques ont été considérés afin de faire varier la rigidité de la prothèse de manière réaliste (Table 10). Au lieu de comparer les intensités des contraintes considérées, nous avons choisi de comparer le ratio car c'est ce ratio $R = \frac{\sigma_I}{\sigma_{max\ flexion}}$ qui indique la marge qu'il reste avant la limite à ne pas dépasser pour chaque matériau (ici contrainte maximale en flexion issue de la littérature, qui pourrait être un autre paramètre matériau du même type).

| Nom commercial | Type | Contrainte max en flexion (MPa) | E (GPa) |
|----------------|-------------------|---------------------------------|---------|
| Paradim MZ100 | Céramique hybride | 189,7 | 14,1 |
| Vita Enamic | | 148,7 | 23,3 |
| Cerasmart | | 216,5 | 25 |
| IPS e.max CAD | Vitrocéramiques | 210,2 | 52,8 |
| Celtra Duo | | 300,1 | 61 |

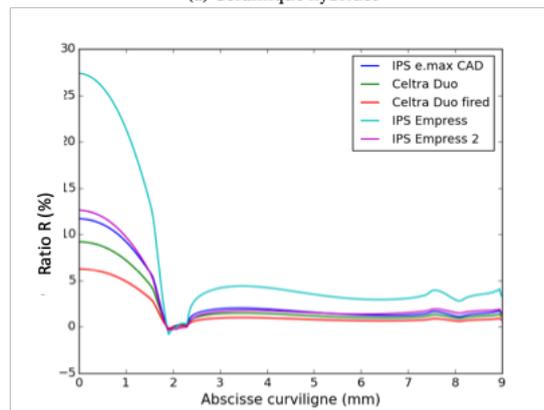
| | | | |
|-------------------|-----------------------------|-------|-----|
| Celtra Duo Fired | | 451,4 | 63 |
| IPS Empress | | 106 | 65 |
| IPS Empress 2 | | 306 | 105 |
| DC-Zircon | Céramiques polycristallines | 840 | 220 |
| In-Ceram Zirconia | | 476 | 240 |
| In-Ceram Alumina | | 440 | 265 |

Table 10 : Les matériaux prothétiques considérés et leurs propriétés mécaniques (d'après (Goujat et al., 2018; Guazzato et al., 2004; Lawson et al., 2016))

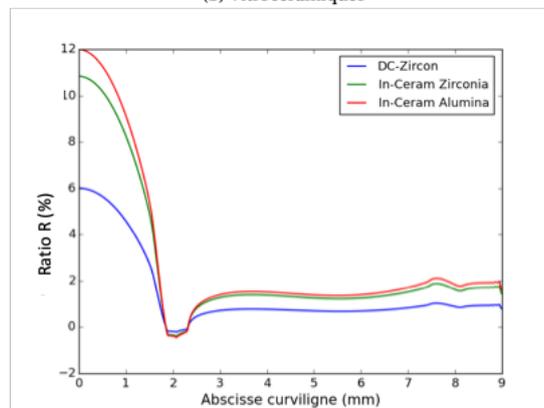
Le ratio R dans la prothèse est tracé le long de l'interface avec le joint (Figure 99). Les résultats pour les trois familles de prothèse sont distingués car des allures différentes sont observées.



(a) Céramique hybrides



(b) Vitrocéramiques



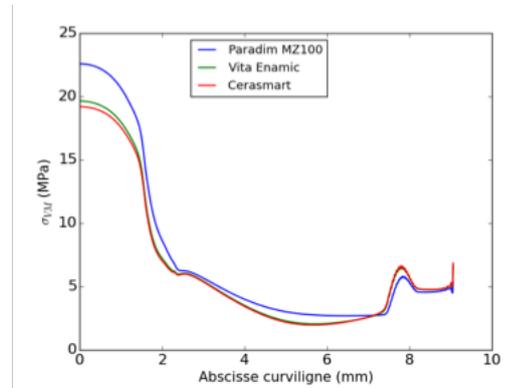
(c) Céramiques polycristallines

Figure 99 : Ratio R dans la prothèse le long de l'interface avec le joint en fonction des matériaux considérés, le point sur l'axe de la prothèse correspondant à l'origine des abscisses (Shindo, 2019).

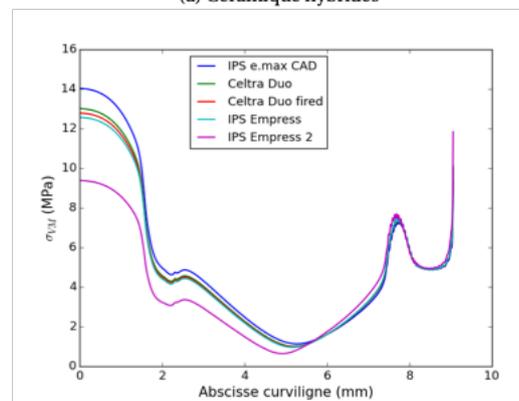
Dans le cas de prothèses en céramique hybride, le ratio R est en dessous de 6% et même quasi-nul dans le cas du matériau prothétique le moins rigide. Pour les vitrocéramiques, à l'exception de l'IPS Empress, le ratio R est en dessous de 13%. Enfin pour les céramiques polycristallines, le ratio R est en dessous de 12%. A l'exception du matériau l'IPS Empress, qui n'est d'ailleurs plus utilisé en pratique, ces ratios semblent acceptables.

Néanmoins, les contraintes de Von Mises, dénotant le cisaillement (auquel le joint sera particulièrement sensible), sont particulièrement élevées (autour de 20MPa) dans le joint au droit du chargement dans le cas d'un assemblage avec des céramiques hybrides (les moins rigides) (Figure 100(a)). Peu de contraintes sont développées en zone marginale. Dans le cas de vitrocéramiques (Figure 100(b)), deux zones (au droit du chargement et en zone marginale) sont les plus sollicitées mais

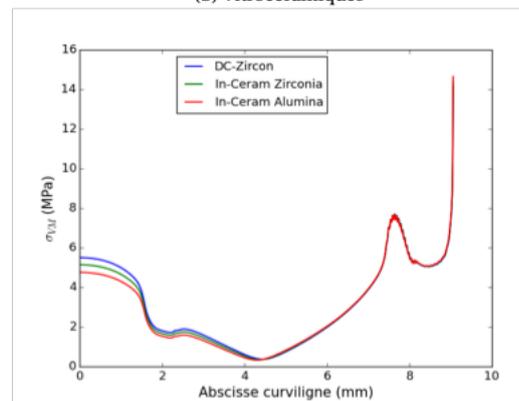
avec une intensité demeurant faible (en dessous de 14 MPa). On remarque que pour le matériau IPS Empress 2, le maximum se situe en zone marginale alors que pour les autres matériaux de cette famille, il se situe sur l'axe de symétrie (au droit du chargement). Pour toutes les prothèses en céramiques polycristallines (Figure 100(c)), le maximum se situe en zone marginale atteignant environ 14MPa, la zone axiale ne dépassant pas les 6MPa.



(a) Céramique hybrides



(b) Vitrocéramiques



(c) Céramiques polycristallines

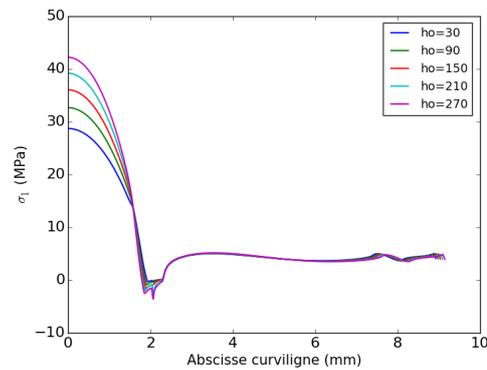
Figure 100 : Contrainte de Von Misès dans le joint le long de l'interface avec la prothèse en fonction matériaux considérés, le point sur l'axe de la prothèse correspondant à l'origine des abscisses (Shindo, 2019).

Il est donc clair que le type de matériau prothétique joue un rôle très important dans la répartition des contraintes dans le joint. Il semble qu'un matériau souple engendrera des contraintes élevées au droit du chargement mais la zone marginale restera peu sollicitée alors que pour un matériau très rigide cette tendance s'inversera. Les vitrocéramiques, au comportement intermédiaire, semblent, dans

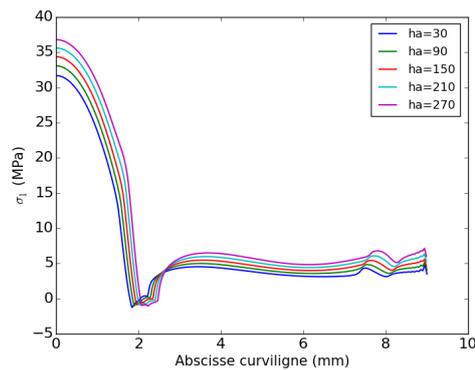
cette configuration et dans ce cas de chargement, permettre aux contraintes de Von Misès de mieux se répartir entre ces deux zones.

III.2.1.4. Influence des paramètres de conception du joint

En faisant varier les paramètres du hiatus occlusal et axial, la principale conclusion est que sa diminution est bénéfique (Figure 101 et Figure 102). Les variations en termes de première contrainte principale dans la prothèse (Figure 101) sont de l'ordre de 15MPa si le hiatus occlusal passe de 30 μ m à 270 μ m et de 5MPa pour la même plage de variation du hiatus axial. Ces variations sont linéaires.



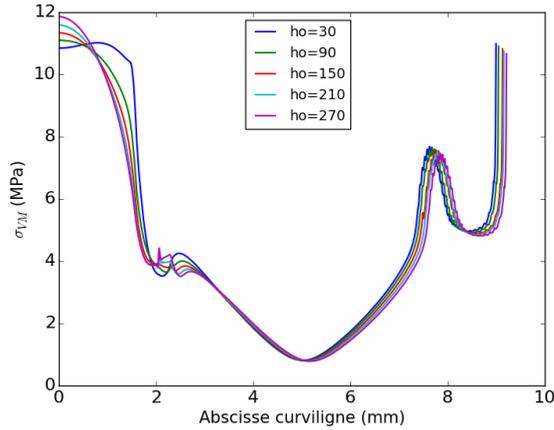
(a) hiatus occlusal (h_o)



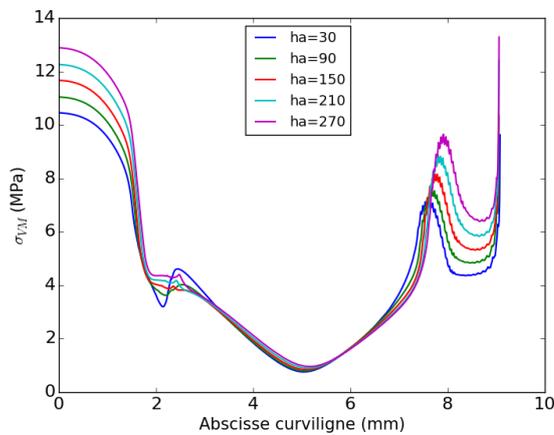
(b) hiatus axial (h_a)

Figure 101 : Première contrainte principale dans la prothèse le long de l'interface avec le joint en fonction des paramètres géométriques, le point sur l'axe de la prothèse correspondant à l'origine des abscisses (Shindo, 2019).

Les variations en termes de contrainte de Von Misès dans le joint (Figure 102) sont de l'ordre de 3MPa si le hiatus occlusal passe de 30 μ m à 270 μ m et de 1Mpa pour la même plage de variation du hiatus axial. Ces variations sont quasi-linéaires. Elles semblent négligeables dans ce cas de chargement et cette configuration de paramètres matériaux.



(a) hiatus occlusal (h_o)



(b) hiatus axial (h_a)

Figure 102 : Contrainte de Von Misès dans le joint le long de l'interface avec la prothèse en fonction des paramètres géométriques, le point sur l'axe de la prothèse correspondant à l'origine des abscisses (Shindo, 2019).

Il semble donc que le joint doit être le plus mince possible, mais de la même manière que pour l'étude de l'influence de son matériau constitutif, il serait intéressant d'investiguer cette influence en fonction de la famille de matériau prothétique choisie.

Comme nous l'avons vu dans les parties précédentes, la maîtrise des dimensions du joint est difficile donc, il serait judicieux de définir des plages de variations acceptables de dimensions du joint pour chaque couple système adhésif-prothèse.

III.2.1.5. Impact des défauts

Les travaux de caractérisation des APD modèles coniques ont permis d'observer des défauts dans la couche de joint (III.1.4) : des défauts sphériques et des défauts plats. Nous nous sommes alors posé la question de leur influence sur le comportement mécanique de l'assemblage. Pour simplifier l'étude, nous avons choisi de rester en modélisation axisymétrique, ce qui nous a amené à considérer les deux géométries présentées Figure 103b. et c. (a. étant la configuration sans défaut ou « contrôle »). Les tailles de défauts ont été choisies en accord avec l'étude préliminaire menée par Kyo Shindo (Shindo, 2019).

Les paramètres matériaux sont ceux de la Table 9. Les conditions aux limites sont identiques à celles considérées en III.2.1.1

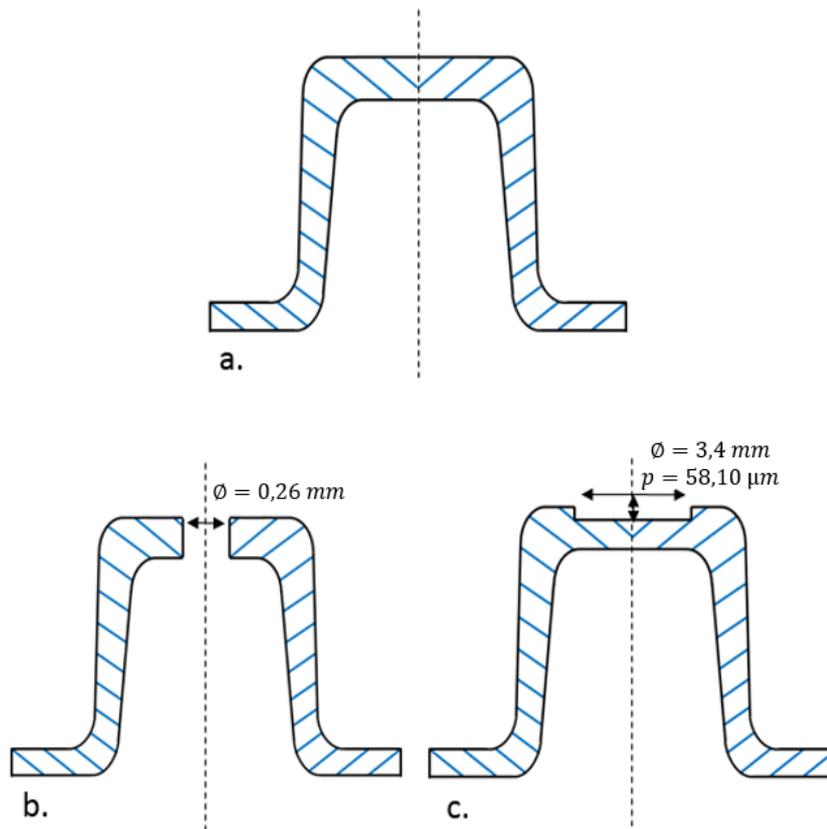


Figure 103 : Illustration de la morphologie du joint dans les trois configurations proposées pour l'étude de l'impact des défauts (cadre d'un modèle axisymétrique). a. Configuration de référence « defect-free ». b. Configuration mimant un défaut sphérique « hole ». c. Configuration mimant un défaut plat (décollement) « debonding » (Shindo, 2019).

Nous avons comparé ces trois configurations en considérant en particulier l'interface prothèse joint : la première contrainte principale (traction) dans la prothèse et la contrainte de Von Misès dans le joint le long de cette interface sont représentées Figure 104 et Figure 105.

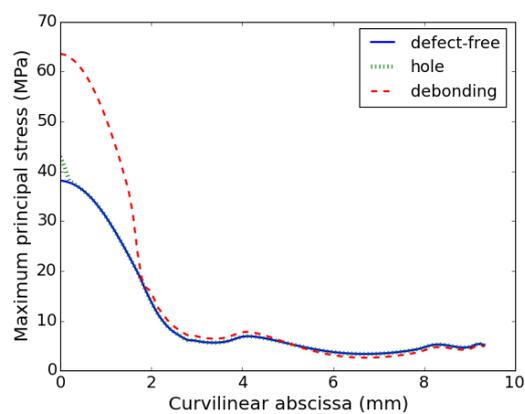


Figure 104 : Première contrainte principale dans la prothèse le long de l'interface avec le joint (Shindo, 2019).

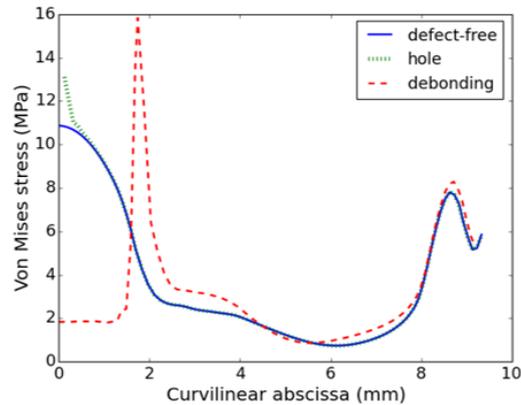


Figure 105 Contrainte de Von Misès dans le joint le long de l'interface avec la prothèse (Shindo, 2019).

Dans la prothèse, l'état de contrainte est fortement perturbé par un défaut de type décollement sous le chargement avec une augmentation de +68% de la première contrainte principale sur l'axe de symétrie. L'augmentation est moindre (+13%) dans le cas du défaut « sphérique ».

Dans le joint, à l'interface avec la prothèse, la contrainte de Von Misès augmente significativement au niveau de la singularité géométrique créée par l'introduction du défaut (+18% pour le défaut « sphérique » et +45% pour le défaut de type décollement.

Les défauts induisent un état de contrainte qui va se rapprocher de celui d'un essai de traction biaxiale (absence de joint) provoquant des contraintes de traction en augmentation dans la prothèse, ce qui est bien sûr néfaste. Il faut tout de même noter que les configurations considérées ici sont particulièrement préjudiciables (chargement et localisation des défauts), une modélisation tridimensionnelle avec des défauts plus réalistes est envisagée dans les travaux de thèse de Yannick Yasothan. Ils seront basés que les observations présentées au III.1.4. Yannick et moi encadrons les travaux de M1 d'Emanuel Shushku (Novembre 2020-Juillet 2021) qui porteront sur ces aspects.

III.2.1.6. Bilan - mécanique des APD modèles

Pour mieux comprendre l'APD dentaire, sa géométrie et son comportement mécanique, j'ai choisi de commencer par travailler sur des APD modèles. Dans cette partie, j'ai présenté les résultats en termes de mécanique de l'assemblage. Une modélisation éléments finis est proposée. L'outil de simulation est utilisé ici pour mener des expériences numériques en faisant varier un grand nombre de paramètres.

Par exemple, onze matériaux prothétiques ont été simulés et des états de contraintes différents dans l'APD ont été observés et quantifiés, mettant en avant 3 types de répartition des contraintes en fonction du type de matériau prothétique choisi. Le ratio $R = \frac{\sigma_I}{\sigma_{\max \text{ flexion}}}$ a été introduit et permet de mieux appréhender la criticité de l'état de contrainte rencontré. D'ailleurs, l'utilisation d'un des matériaux prothétiques considérés s'est révélé générer un ratio R élevé, il est donc, selon nous, à déconseiller. Il se trouve que ce matériau a déjà été écarté par la FDA (Food and Drug Administration) pour son utilisation pour des couronnes du fait d'un retour clinique négatif (mais sans critère scientifique), ce qui conforte notre idée de prendre en compte ce ratio R dans l'évaluation des matériaux prothétiques.

Le fait d'utiliser des géométries modèles a le désavantage de ne pas reproduire un cas clinique réel mais a pour avantage de constituer un outil de comparaison très intéressant. Cette comparaison peut être au niveau de la géométrie produite par les systèmes de CFAO dentaire (voir partie III.1) et au niveau de l'état mécanique engendré par un couple de matériau joint/prothèse.

L'outil numérique rend possible d'explorer des nouvelles configurations (avec des matériaux non existants sur le marché par exemple) et ainsi imaginer des couples de matériaux optimaux.

Bien sûr, il s'agira de confronter ces résultats à une étude expérimentale. L'étude numérique aillant fait ressortir trois types de comportement, trois matériaux prothétiques issues des trois familles pourront être choisie parmi les onze simulés pour une première étude expérimentale.

L'étude préliminaire de l'impact des défauts montre un changement non négligeable dans l'état de contraintes de l'APD, cette étude très simplifiée sera étoffée dans le cadre de la thèse de Yannick Yasothan et du travail de M1 d'Emanuel Shushku. Aussi, le modèle axisymétrique 2D ayant atteint ses limites, nous allons explorer l'APD modèle conique en 3D avec des chargements plus complexes.

III.2.2. Assemblages intermédiaires ou « 3D réalistes »

Avant d'aborder la mécanique d'un assemblage prothétique « patient-specific », nous sommes passé par une étape intermédiaire en termes de géométrie. Des géométries réalistes ont été construites par Kyo Shindo à l'aide d'outils CAO (Shindo, 2019). Ces géométries ne sont pas des géométries d'APD réelles mais en reprennent les caractéristiques principales.

L'intérêt de telles géométries est double car elles permettent :

- d'aller graduellement vers des assemblages réels et donc de préparer la partie suivante dont le but est de montrer qu'une prise en compte de la mécanique de l'APD « patient-specific » dans la conception de la prothèse est réalisable sans acte supplémentaire du praticien ;
- de valider (ou non) les résultats des cas très simplifiés précédents de montrer quelles caractéristiques géométriques réelles vont engendrer des différences notables dans les champs de contraintes observés...
- tout comme les modèles très simplifiés de la partie précédentes, de faire des expériences numériques sondant l'influence de paramètres réalistes ou « futuristes » (tests de nouveaux matériaux)

La première étape du travail sur ces APD intermédiaires a été de quantifier les différences entre un modèle prenant en compte le ligament parodontal, les racines et les directions tubulaires et un modèle reposant sur un socle massif de dentine homogène. Les deux géométries sont présentées Figure 106.

La géométrie et les modèles mécaniques choisis sont détaillés dans la thèse de Kyo Shindo (Shindo, 2019).

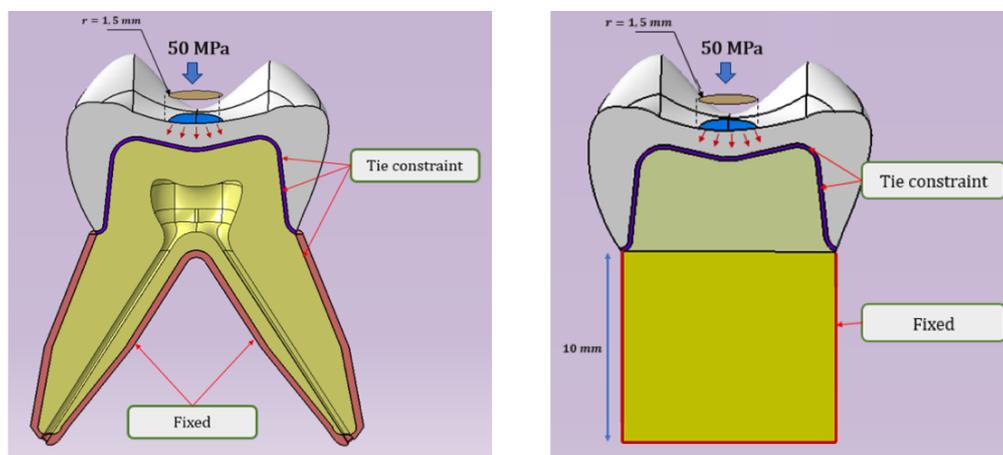


Figure 106 : Les deux géométries dites « intermédiaires », à gauche : la modélisation dite complète, à droite : la modélisation dite simplifiée (Shindo, 2019).

III.2.2.1. Analyse du modèle complet

Le modèle 3D intermédiaire complet a été analysé pour deux cas de chargement, un cas où le chargement est identique à celui de l'étude 2D précédente (chargement vertical de 50MPa sur une pastille de 1,5mm de rayon) et un cas où ce chargement est incliné (chargement de composante verticale de 46,9MPa et de composante horizontale 17,1MPa dans la direction mésio-distale sur une pastille de 1,5mm de rayon).

Le champ de première contrainte principale dans la prothèse dans les deux cas est illustré Figure 107.

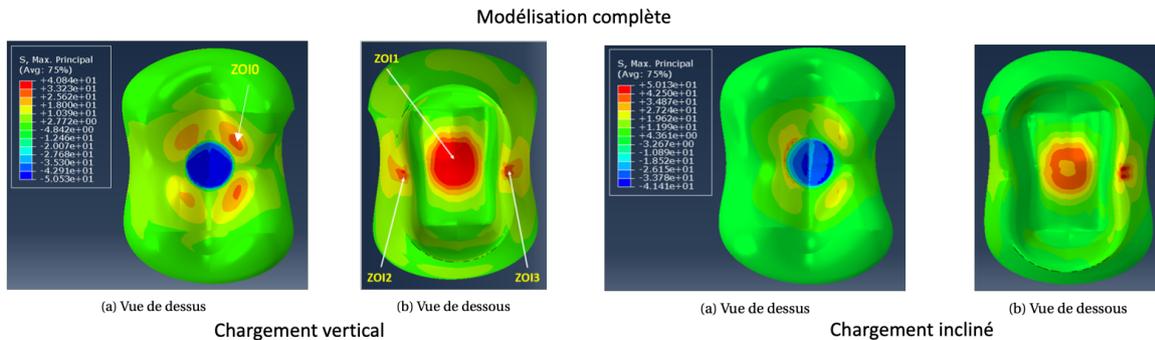


Figure 107 : Première contrainte principale dans la prothèse – modélisation complète - cas du chargement vertical à gauche, cas du chargement incliné à droite (Shindo, 2019).

Dans le cas du chargement vertical, quatre zones particulièrement sollicitées apparaissent notées ZOI1, 2 et 3. Elles correspondent à une zone occlusale et deux zones marginales. Alors que la concentration en zone marginale était (bien sûr) répartie tout le long de la zone marginale (du fait de la modélisation axisymétrique), elle se concentre sur deux zones d'épaisseur de prothèse plus fine. En ZOI1, nous retrouvons une sollicitation de bi-traction d'intensité autour de 40MPa. En zones marginales (ZOI2 et 3), la première contrainte principale monte à 16MPa et l'état de contrainte correspond à de la traction uniaxiale (dans la direction tangentielle à la ligne cervicale). ZOI0 est la zone sur-contrainte proche du chargement directement liée à la façon dont celui-ci est appliqué, peu intéressante pour notre étude.

Dans le cas du chargement incliné, la répartition des contraintes en zone occlusale ZOI1 est similaire au cas du chargement vertical. En zone marginale, par contre, il n'existe plus qu'une seule zone en sur-contraintes avec une intensité de 51MPa de la première contrainte principale.

Les contraintes de Von Misès dans le joint sont représentées Figure 108.

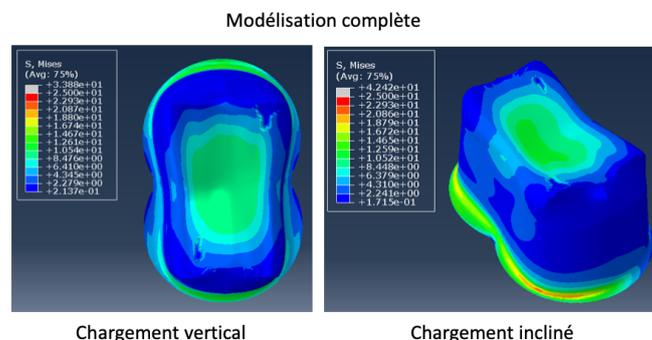


Figure 108 : Contraintes de Von Misès dans le joint pour les deux types de chargement - modélisation complète.

Dans le cas du chargement vertical, le joint est particulièrement sollicité sous le chargement et, en zone marginale, plus particulièrement en zones mésiale et distale. Pour le chargement incliné, la zone

sous le chargement est aussi particulièrement sollicitée et alors que dans la zone marginale, c'est plutôt la zone linguale qui se voit sur-contrainte.

Il apparaît donc que les chargements complexes peuvent intensifier les contraintes à certaines localisations dans la prothèse et dans le joint, notamment dans la zone marginale. On voit donc que la modélisation 3D avec chargement complexe est très instructive et pourra être utilisée pour mieux comprendre un ADP modèle plus réaliste. Néanmoins elle n'est pas forcément réalisable sur un cas patient (manque de données d'entrée telle que la géométrie de l'organe dentaire sous-jacent). Ainsi, la géométrie simplifiée de la Figure 106 (à droite) est proposée, son comportement mécanique analysé et comparé à celui du modèle complet.

III.2.2.2. Mécanique de l'APD intermédiaire simplifiée : comparaison des deux modélisations

Les deux modélisations sont comparées dans le cas du chargement incliné (le plus préjudiciable). Le champ de contraintes dans la prothèse pour le modèle simplifié est présenté Figure 109. Les deux zones de sur-contraintes sont bien retrouvées néanmoins l'intensité de la traction en zone marginale est moindre dans ce cas (sans tissus sous-jacent, APD intermédiaire simplifié).

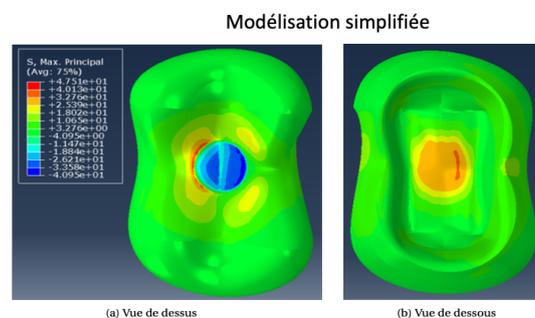


Figure 109 : Première contrainte principale dans la prothèse – modélisation simplifiée - cas du chargement vertical.

Il est donc possible de mettre en avant les deux zones les plus sollicitées avec cette modélisation simplifiée. Mais l'intensité de la première contrainte principale sera sous-estimée dans la zone marginale. C'est sans doute pour cela que les études numériques usuelles ne mettent pas en évidence cette zone comme étant sur-contrainte. En effet, la plupart des études utilise la simplification réalisée ici.

III.2.3. Assemblage patient-spécifique ou « 3D patient-specific », vers une optimisation des prothèses ?

Finalement, une géométrie « 3D patient-specific » est considérée (Figure 110). Le fait de ne pas considérer les tissus sous-jacents (qui a été discutée dans la partie précédente), rend possible la création d'un modèle utilisant uniquement des données accessibles au praticien, l'idée étant d'aller vers une optimisation mécanique de la prothèse implantable dans le logiciel de conception des prothèses.

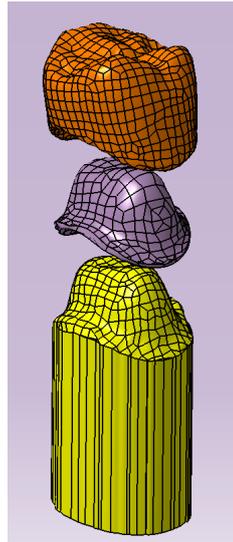


Figure 110 : La géométrie « patient-specific »

L'intégration d'un maillon d'optimisation basé sur la mécanique dans la chaîne de CFAO dentaire est illustrée Figure 111.

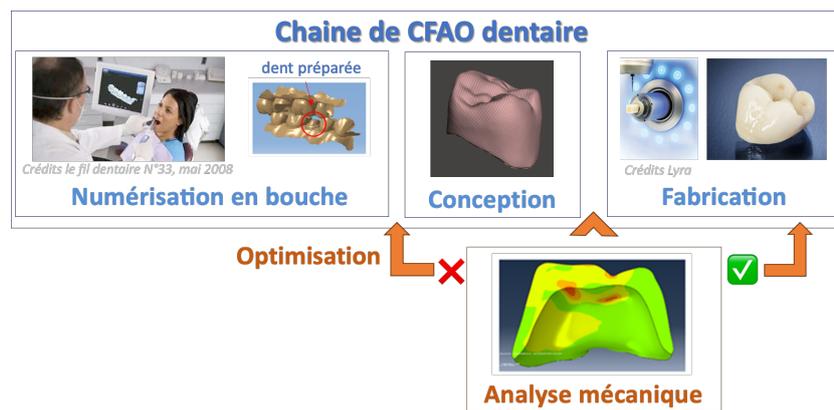


Figure 111 : Proposition d'ajout d'un maillon d'optimisation basé sur la mécanique dans la chaîne de CFAO dentaire

Ce maillon s'insère donc après la conception de la prothèse. Il se base sur différents fichiers permettant de définir la géométrie du futur APD (préparation dentaire, joint, prothèse), tous accessibles en fin de la première phase de conception. L'analyse mécanique va permettre de valider ou non la géométrie. Une optimisation topologique sera proposée si l'analyse mécanique révèle des zones sur-contraintes. Les travaux qui sont présentés dans ce qui suit ont pour but de démontrer la faisabilité d'une telle démarche.

La Figure 112 présente le maillon proposé et ses données d'entrée-sortie. Pour réaliser l'analyse mécanique de l'APD, il est nécessaire de connaître la géométrie de la prothèse, la géométrie de la préparation dentaire et la géométrie du joint (espace entre la prothèse et la préparation dentaire) pour modéliser la géométrie de l'APD. Afin de modéliser le chargement mais aussi de prendre en compte les dents environnantes dans l'optimisation (qui vont limiter certaines dimensions de la prothèse), il est nécessaire de connaître géométrie et la position de dents occlusale et adjacentes. Une fois ces données utiles extraites du logiciel de CAO dentaire (Step 1, Figure 112), un module constitué de 3 grands blocs est proposé : un premier bloc de génération d'un maillage EF des données géométriques issues de la CAO dentaire (Step 2, Figure 112) ; un deuxième bloc d'analyse EF des

champs de contraintes dans l'APD (Step 3, Figure 112) ; un troisième bloc d'optimisation géométrique de la prothèse (Step 4, Figure 112). A la fin de la procédure, un nouveau fichier de géométrie de prothèse, optimisée, est transmis dans la chaîne usuelle de CFAO dentaire pour usinage.

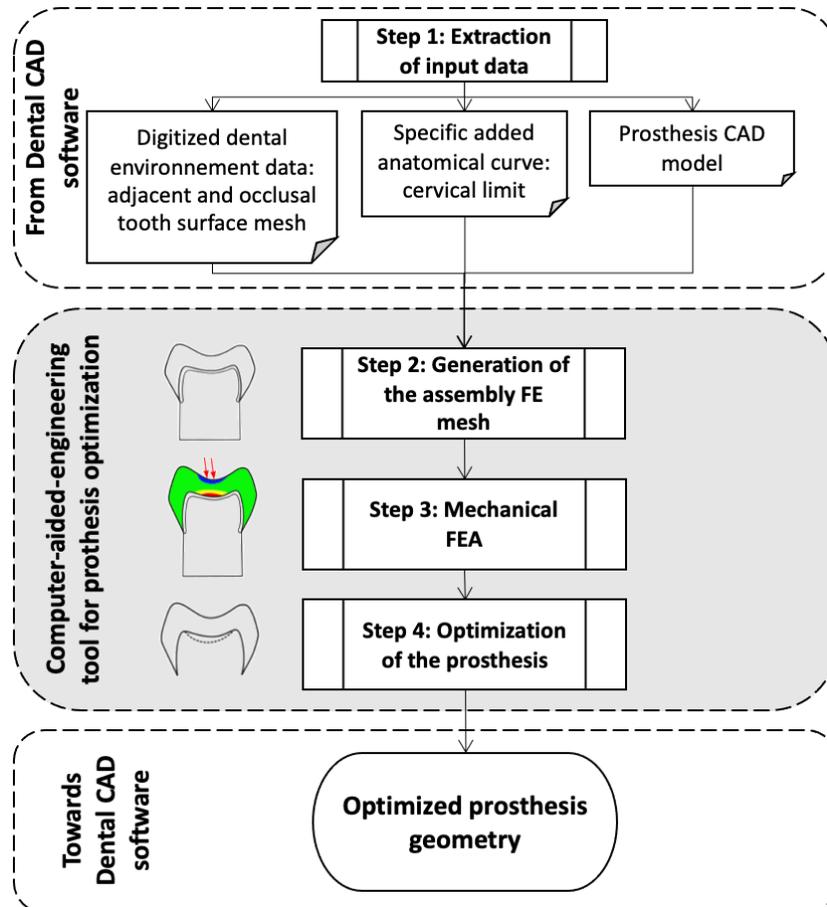


Figure 112 : Le maillon d'optimisation de la prothèse (zone centrale grisée) et ses données d'entrée et sortie.

III.2.3.1. Création de la géométrie : des données cliniques au maillage éléments finis

Dans cette partie, l'étape 2 qui permet le passage des données CAO au maillage EF de l'APD « patient specific » est présentée.

Les données entrées acquises ou créées dans le logiciel de CFAO sont :

- La préparation dentaire et les dents adjacentes et occlusales scannées (extraites sous forme de maillages surfaciques)
- La ligne cervicale délimitant la limite marginale de la préparation dentaire (extraite sous forme d'une équation explicite est exportable)
- La géométrie de la prothèse (extraite sous forme d'un maillage surfacique fermé)

Les géométries de la préparation dentaire et de la limite cervicale permettent de créer un maillage surfacique de la préparation isolé du reste de la denture (Figure 113).

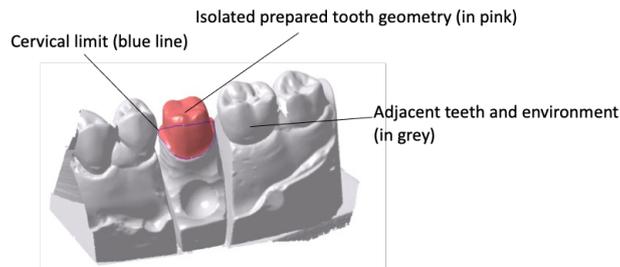


Figure 113 : Isolement de la préparation dentaire à l'aide de la ligne cervicale

La géométrie de la prothèse conçue extraite est aussi un maillage surfacique. Les fichiers extraits pour ces deux entités sont décalés dans l'espace de l'espacement du joint. Il s'agira donc de créer deux maillages volumiques de ces deux entités puis de fermer le joint en dernière étape. Pour cela nous sommes passé par la génération de modèles NURBS (Piegl and Tiller, 2012) aisément maillables.

Toutes les sous-étapes sont présentées Figure 114. Afin de générer les modèles NURBS associés aux volumes ou surfaces en jeu, un algorithme de retro-conception a été utilisé, il est basé sur les travaux de Yoo (Yoo, 2011). L'algorithme de retro-conception est utilisé et permet d'obtenir le modèle volumique de la prothèse et le modèle surfacique de la préparation dentaire (Step 2.2, Figure 114). Pour créer une préparation dentaire volumique, une étape supplémentaire est nécessaire (Step 2.3, Figure 114) : une extrusion de la préparation dentaire le long de la ligne cervicale est réalisée.

A l'aide de ces deux entités, le volume de joint est généré en délimitant le joint par extrusion de la ligne cervicale dans l'espace laissé vide entre les deux entités (Step 2.4, Figure 114).

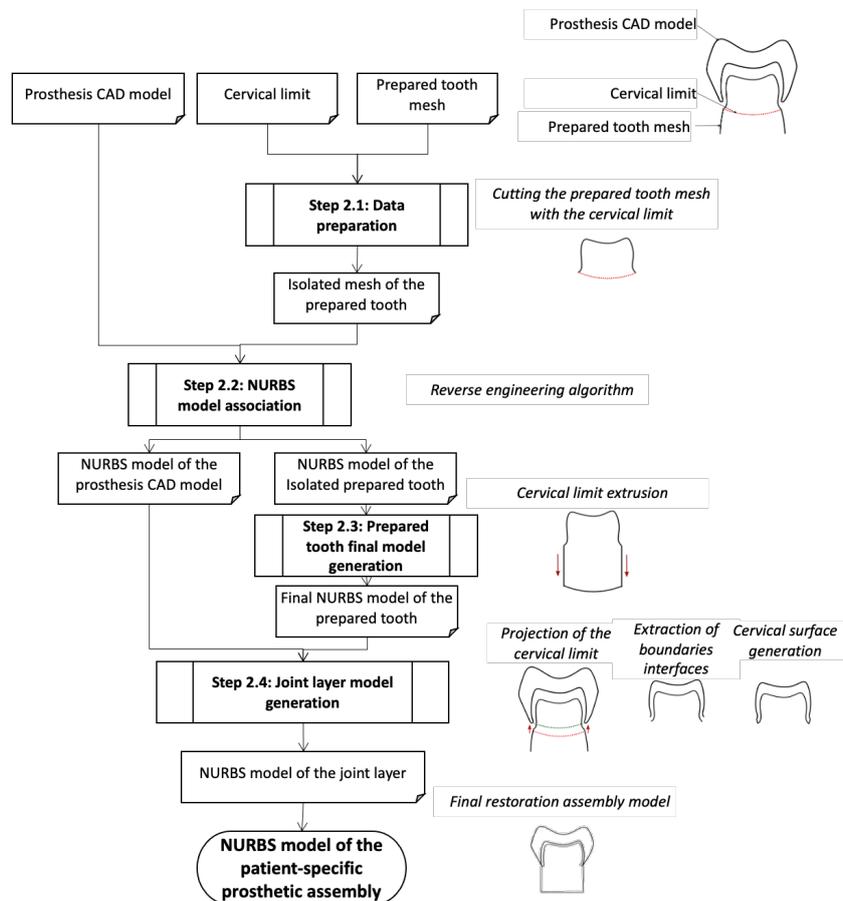


Figure 114 : Génération du modèle NURBS de l'APD « patient specific »

Toute cette procédure et en particulier l’algorithme de retro-conception sont détaillés dans la thèse de Kyo Shindo (Shindo, 2019).

Une fois le modèle NURBS généré, il est très aisé de générer un maillage éléments finis de l’APD.

III.2.3.2. Analyse de l’état de contraintes

Une fois la géométrie et le maillage obtenus, la modélisation mécanique peut avoir lieu. La première étape est de modéliser le chargement. Cette étape nécessite de connaître la géométrie de la dent occlusale (qui fait partie des données extraite en étape 1 « Step1 », Figure 112).

Une translation de 3mm de la prothèse suivant l’axe d’insertion (étant la direction z des surfaces extraites et définie dans le logiciel de CAO comme étant la direction minimisant les contre-dépouilles sur la préparation dentaire délimitée par la ligne cervical) est réalisée et l’intersection avec la préparation constitue une surface qui est utilisée pour appliquer le chargement (Figure 115, (a)). Ici, il a été choisi de calculer le barycentre de cette surface (Figure 115, (b)) et de construire un cylindre de 1mm de diamètre dans la direction de l’axe d’insertion. L’intersection de ce cylindre avec la prothèse constitue la surface de chargement (Figure 115, (c)).

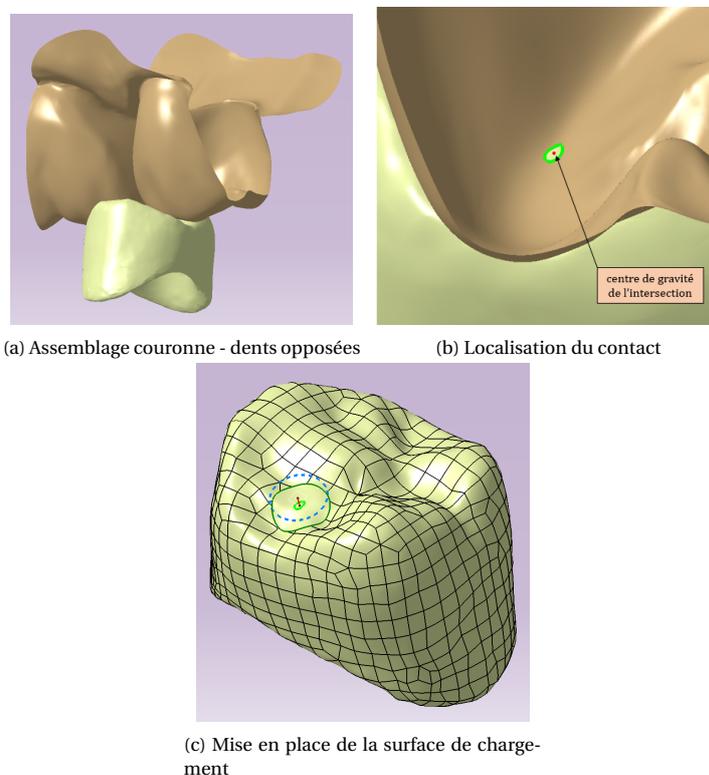
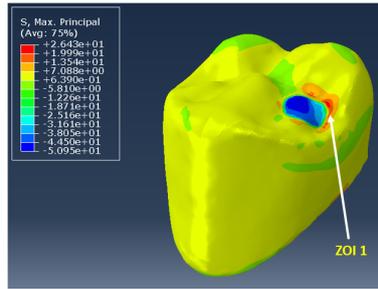
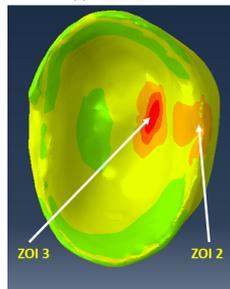


Figure 115 : Définition de la surface de chargement (Shindo, 2019).

Le chargement incliné proposé dans la partie précédente sur l’APD intermédiaire (III.2.2.2) s’étant avéré le plus préjudiciable, un chargement identique a été utilisé dans la présente étude. L’état de contrainte dans la prothèse est illustré Figure 116.



(a) Vue de dessus



(b) Vue de dessous

Figure 116 : État de contraintes (première contrainte principale) dans la prothèse « patient specific » (Shindo, 2019).

Trois zones particulièrement sollicitées sont observées, elles sont notées ZOI1, 2 et 3. Ces zones correspondent aux zones observées en III.2.2.2. Les zones ZOI2 et 3 correspondent aux sur-contraintes en traction en zone cervicale (ZOI2) et à l'interface prothèse/joint sous le chargement (ZOI3) et atteignent respectivement 12MPa et 26MPa. En ZOI3, l'état est un état de traction biaxiale. Il est à noter que les contraintes en zone cervicale sont sans doute sous estimées comme démontré en III.2.2.2 pour l'APD intermédiaire.

L'état de contrainte dans le joint est illustré Figure 117, la contrainte de Von Misès est maximale en zone cervicale et atteint 20MPa environ.

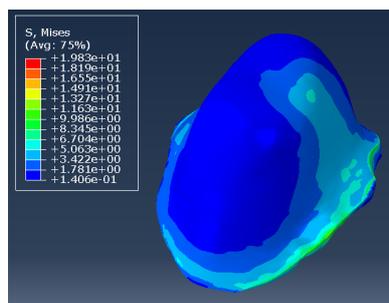


Figure 117 : Répartition des contraintes de Von Misès dans le joint (Shindo, 2019).

L'objectif ici n'est pas d'analyser en profondeur ce cas en particulier mais d'illustrer la démarche. Ce qu'il faut retenir est que :

- Sur la base de données à disposition du clinicien et de paramètres matériaux (données fabricants ou issues de la littérature), les champs de contraintes dans l'APD sont obtenus et les zones de sur-contraintes identifiées
- sur la base de ces champs et des contraintes pratiques, une optimisation de la prothèse peut être proposée pour diminuer les contraintes dans certaines zones de la prothèse (une première tentative est présentée dans ce qui suit).

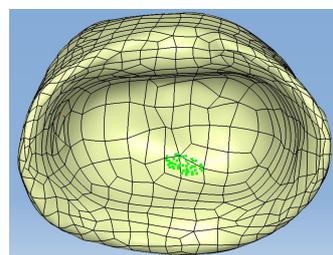
III.2.3.3. Vers une optimisation de la géométrie de la prothèse, preuve de concept

Dans cette partie, l'objectif est de montrer qu'une optimisation mécanique de la prothèse est possible. Nous avons choisi de nous focaliser sur la zone de chargement ZO13 à l'interface prothèse/joint et de montrer qu'une modification de géométrie à cet endroit permettait d'abaisser les contraintes dans le futur APD « patient specific ».

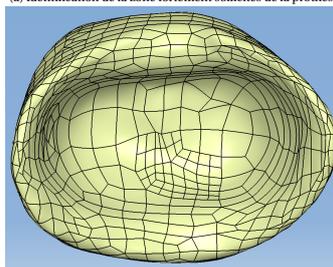
Les points du maillage tels que $\sigma_I > 0,7\sigma_{I_{max}}$ et $\sigma_{II} > 0,7\sigma_{II_{max}}$ (avec σ_I et σ_{II} la première et deuxième contrainte principale et $\sigma_{I_{max}}$ (respectivement $\sigma_{II_{max}}$) la valeur maximale de celle-ci dans la prothèse) sont identifiés (Figure 118, (a)). Ensuite les carreaux NURBS, dont ces points font partie, sont identifiés. Ces carreaux sont re-divisés (utilisation de l'algorithme de De Casteljau (Piegl and Tiller, 2012), Figure 118, (b)) et les carreaux « premiers » et « seconds » voisins sont identifiés (Figure 118, (c)). Les premiers et les seconds voisins sont déplacés dans leurs directions normales externes d'une distance d_1 et d_2 , ces distances ne pouvant bien sûr pas dépasser l'épaisseur du joint. Pour l'instant le choix de ces distances a été fait arbitrairement tout en ne dépassant pas la limite physique possible. Le choix de ces distances pourra bien sûr être discuté plus avant.

Une nouvelle géométrie de l'APD est proposée. Et un nouveau calcul EF est réalisé. Dans notre cas, nous montrons que la contrainte principale maximale dans la prothèse est abaissée de 23%. Il est donc possible de proposer un maillon d'optimisation mécanique basé uniquement sur des données accessibles en pratique sans acte supplémentaire du praticien.

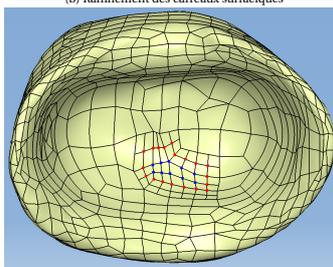
La partie « optimisation » présentée ici a pour vocation d'illustrer le propos et des critères de validation de la nouvelle conception devront être proposés (peut-être faisant appel au ratio R défini précédemment). L'ensemble du protocole présenté montre bien la pertinence et la faisabilité de la prise en compte de la mécanique de l'assemblage dans la conception de la prothèse.



(a) Identification de la zone fortement sollicitée de la prothèse



(b) Raffinement des carreaux surfaciques



(c) Points bleus : premiers voisins; points rouges : seconds voisins

Figure 118 : Proposition de modification géométrique de la prothèse basée sur l'analyse mécanique de l'APD « patient specific »

Il semble donc que la prothèse peut être améliorée en prenant en compte sa mécanique comme critère de conception. L'amélioration proposée consiste ici en un changement local de géométrie de la prothèse. La question de l'optimisation des paramètres matériaux internes à la prothèse semble aussi pertinente. Dans la partie suivante, je présente un projet et des résultats préliminaires portant sur la conception, la fabrication et la validation d'une prothèse biomimétique imprimée en 3D.

III.2.4. Vers des restaurations biomimétiques

Collaboration(s) principale(s) : Thierry Chartier (IrCer), Vincent Pateloup (IrCer), Aurélie Benoit (URB2i), Laurent Tapie (URB2i)

La dent naturelle, subissant des millions de cycles de sollicitations mécaniques tout au long de sa présence sur l'arcade dentaire, présente une résistance à la fracture exceptionnelle. Il me paraît donc naturel d'investiguer la piste de la bioinspiration et de s'inspirer des tissus naturels de la dent pour concevoir des prothèses. Les deux tissus durs de la dent, l'émail et la dentine, sont associés entre eux par la JAD. Ces 2 tissus et la JAD présentent une microstructure complexe leur conférant des propriétés mécaniques spécifiques. Le gradient de module d'élasticité de la JAD de 80GPa à 30GPa (de l'émail à la dentine) linéaire et réparti sur quelques dizaines de microns d'épaisseur, serait à l'origine de la bonne ténacité de la dent face à la propagation de fissures de l'émail vers la dentine (voir Chapitre I). La conception d'une restauration multicouche collée sur la dentine de la dent à restaurer, comportant donc une couche d'adhésif, une couche avec un gradient de module d'élasticité croissant et une couche en céramique possédant un module d'élasticité proche de l'émail, semble être une piste de développement prometteuse. Les travaux préliminaires de l'URB2i ont permis de prédire et d'optimiser par simulation l'architecture d'un biomatériau multicouche à gradient de module d'élasticité (MGME) conduisant à une baisse de 40% des contraintes mécaniques à la base de la restauration (Fouquet et al., 2020).

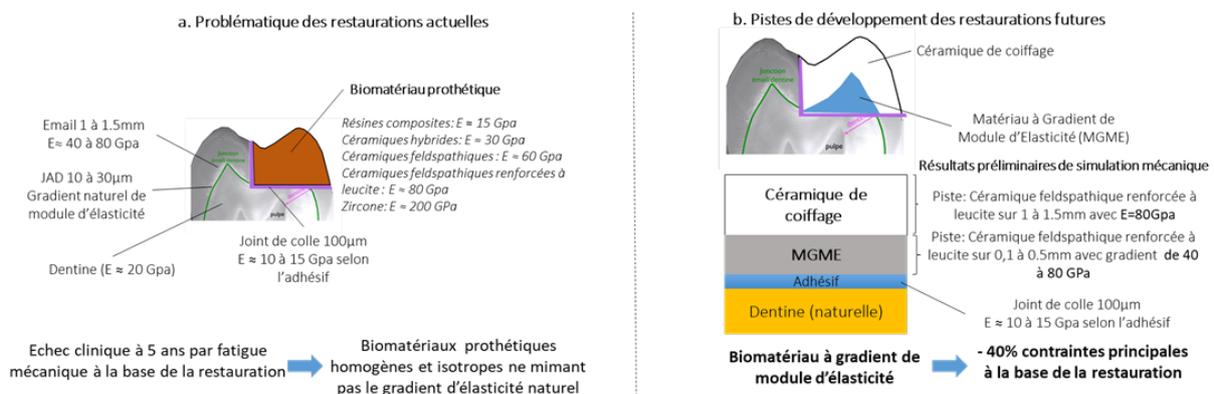


Figure 119 : Contexte et positionnement des travaux envisagés sur la prothèse bio-inspirée

Le projet Biomimeteeth, consiste à développer de nouveaux matériaux céramiques à gradient de module d'élasticité inspirés des tissus naturels de la dent. Des structures céramiques à gradient de propriétés mécaniques et des formes de plus en plus complexes, issues de la simulation, seront imprimés en 3D à l'IRCer. La structure prothétique dentaire la plus aboutie consistera en un empilement de couches de matériaux de différents modules élastiques.

Le projet peut se subdiviser en 4 étapes (sur lesquelles nous avançons en parallèle en ce qui concerne les deux premières)

- Réaliser des simulations numériques pour orienter les valeurs de module des couches et leur épaisseur (dans la limite de ce qui est réalisable expérimentalement) (Figure 120)

- Réaliser des éprouvettes monolithiques représentant une couche de MGME : mise en place du procédé et caractérisation morphologique et mécanique des éprouvettes (avec des aller-retour pour améliorer le procédé et atteindre les caractéristiques visées)
- Réaliser des éprouvettes multicouches correspondant au MGME de forme simple : caractérisation morphologique et mécanique des éprouvettes (avec des aller-retours pour améliorer le procédé si besoin)
- Réaliser des prothèses complexes multicouches correspondant au MGME de forme complexe : caractérisation morphologique et mécanique des éprouvettes

Les deux premières étapes sont en cours de réalisation avec les moyens financier et humains propres aux laboratoires impliqués et un financement CNRS (projet BioDents) mais nous ne désespérons pas d'obtenir le financement ANR un jour.

Vincent Fouquet, doctorant IrCer/URB2i, travaille sur ces deux premiers points. En collaboration avec Laurent Tapie et Aurélie Benoit, nous mettons en place un modèle éléments finis pour prédire le comportement de la prothèse MGME (Fouquet et al., 2020).

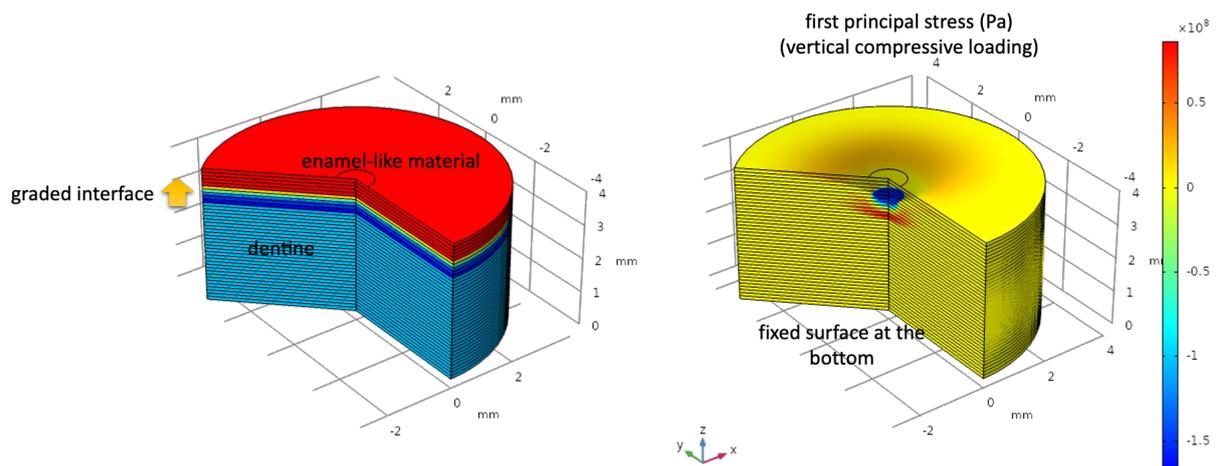


Figure 120 : Illustration de simulations EF axisymétriques pour prédire le gain lié à l'utilisation d'un matériau à gradient de module d'élasticité et identifier les configurations les plus pertinentes (nombre et épaisseur des couches, modules et gradient)

Concernant le deuxième point concernant la fabrication et la caractérisation microstructurale et mécanique d'éprouvettes de formes simples, monolithiques (composition d'une couche) puis à gradients de modules élastiques, un premier travail de mise en place de protocole d'impression 3D par robocasting a été fait. Des premières éprouvettes monolithiques (avec différentes compositions mais sans gradient) ont été fabriquées à l'IrCer et leurs microstructures ont été imagées à l'aide du tomographe par rayons X du LMT (EquipEx MatMeca). Deux types de porosité apparaissent : une porosité inter-cordons et une porosité intra-cordons. Les scans sont en cours d'analyse.

Par la suite (après amélioration du procédé pour éviter les porosités), des essais de flexion 3 points (ou de flexion biaxiale sur pastille) seront réalisés à l'URB2i sur ce type d'éprouvettes monolithiques. Pour compléter la connaissance et la validation des éprouvettes, je serai en charge de réaliser la caractérisation morphologique (une étude de type « slice and view » au MEB-FIB pourra être envisagée en plus de l'analyse des scans de micro-tomographie par rayons X) et mécanique locale (essais de nano-indentation).

Ensuite des éprouvettes multi-matériaux représentative de la composition multicouche du MGME seront considérées Les paramètres optimaux du MGME seront issus des simulations numériques réalisées par Vincent Fouquet et les éprouvettes permettront de réaliser les caractérisations expérimentales. L'approche basée sur l'expérimentation et la simulation numérique permettra d'affiner les formulations des matériaux tant pour atteindre les propriétés mécaniques recherchées que pour leur faculté à être mises en œuvre par micro-extrusion.

III.2.5. Bilan – mécanique de l'APD

Dans cette partie, j'ai présenté mes travaux sur la mécanique de l'assemblage prothétique dentaire (APD) avec pour objectifs de :

- Comprendre la mécanique de l'APD sur des modèles génériques de plus en plus réalistes (parties III.2.1 et III.2.2)
- Améliorer la tenue mécanique des prothèses en proposant un maillon d'analyse mécanique dans la chaîne de CFAO dentaire (partie III.2.3) et en investiguant la piste des prothèses biomimétiques (partie III.2.4)

Les premiers cas d'ADP modélisés montrent que, même en ne prenant pas en compte une géométrie tout à fait réaliste, certaines localisations d'échec clinique sont mises en lumière. Grâce au premier modèle axisymétriques, les différences de comportement mécanique liées aux couple matériau joint/prothèse, aux paramètres du joint ont été analysé. Le ratio $R = \frac{\sigma_1}{\sigma_{\max \text{ flexion}}}$ est proposé et semble pertinent pour comparer les différentes configurations.

La géométrie réaliste (avec modélisation des tissus sous-jacents) associée à chargement incliné semble donner les meilleurs résultats en termes de champ de contraintes. La modélisation ne prenant pas en compte les tissus sous-jacents est néanmoins retenue par la suite car construire un tel modèle géométrique sur un cas patient ne nécessite aucune manipulation supplémentaire.

Dans la partie III.2.3, non seulement un modèle uniquement basé sur des données cliniques est créé et analysé mais l'ensemble du nouveau maillon d'analyse mécanique de la chaîne est développé. Il est montré qu'à partir de fichiers extrait du logiciel de conception, une géométrie d'APD maillable peut être générée, analysée et modifiée puis transmise au logiciel de fabrication une fois la mécanique validée. Bien sûr, le maillon doit être amélioré notamment concernant le choix du critère mécanique de validation ou non de la prothèse mais la preuve du concept est faite.

Nous avons jusque-là considéré uniquement des matériaux prothétiques homogènes, néanmoins, la piste de matériaux prothétiques à gradients de propriétés semble une piste intéressante et rendue possible par la fabrication additive. Des travaux préliminaires présentés en III.2.4 montrent que cette piste est intéressante en termes de gain en contrainte principale maximale dans l'APD. En effet, des premières simulations ont permis de déterminer qu'il est possible de trouver un optimum en termes de nombres, d'épaisseur et de propriétés des couches. Les travaux sur la fabrication du matériau à gradient de module d'élasticité ont abouti à des premiers matériaux imprimés qui sont en cours d'analyse.

III.3. Conclusion et perspectives

Dans la première partie de ce Chapitre j'ai présenté mes travaux sur la géométrie et les microstructures de l'APD et de ses couches. La deuxième partie du Chapitre était consacrée à la mécanique de l'assemblage. Ces travaux ont pour point de départ les trop nombreux échecs cliniques de prothèses collées ou scellées.

Mes premiers travaux, qu'ils soient de caractérisation morphologique ou mécanique, ont porté sur des assemblages modèles de géométrie très simple. Pour mieux comprendre l'impact de la conception et la fabrication sur les géométries et microstructures, il était, selon moi, indispensable de travailler sur des géométries simples. Ce travail s'insère dans une démarche menée avec l'URB2I de caractérisation des chaînes CFAO. Les outils mis en place pourraient s'insérer dans une démarche de normalisation des essais de qualification des maillons de la chaîne CFAO.

L'APD usiné puis assemblé est-il conforme à l'ADP conçu ? Quelles conséquences les choix de conception, de fabrication et les défauts engendrés par les maillons de la chaîne impliquent-ils en termes de géométrie et de mécanique ?

Pour évaluer l'ensemble de l'APD, il est intéressant d'isoler ses couches si cela est possible et de les caractériser avant de caractériser l'assemblage dans son ensemble. Dans cette optique, un protocole de comparaison de la prothèse usinée avec la prothèse conçue a été mis en place (partie III.1.2) et a mis en avant des défauts plus ou moins critiques dont il s'agira de déterminer les conséquences. Notamment, des travaux plus poussés sur l'écaillage (ou « chipping ») observé et quantifié dans notre étude pourraient être envisagés.

Les travaux sur l'ensemble de l'APD modèle ont montré que les mesures historiquement réalisées dans des plans sont révolues, les moyens d'acquisition tridimensionnels permettant des mesures tridimensionnelles bien plus instructives. Un protocole de caractérisation de l'APD et en particulier du hiatus a été proposé (partie III.1.3). Les phénomènes de marges sur- ou sous-étendues et de basculement de la prothèse sont observées et quantifiées. Ceux-ci sont sur-estimés par rapport à ce qui pourrait se passer en clinique car les dents adjacentes permettent en pratique un guidage de la prothèse. Dans la suite, un guide a été utilisé pour tenter de reproduire ce guidage.

Le joint étant la zone cruciale de l'APD (il fait le lien entre la dent et la prothèse et assure la transmission des efforts et l'étanchéité de la restauration notamment), nous avons ensuite réalisé une étude de celui-ci en se focalisant sur ses défauts (partie III.1.4). Deux types de défauts ont été mis en évidence : des défauts sphériques et des défauts plus étalés à l'interface prothèse/joint (décollement). Leur impact sur la mécanique est étudié dans le cadre de modèles simplifiés et montre des concentrations de contraintes préjudiciables à la pérennité de la prothèse. Dans la suite, des répartitions de défauts plus réalistes seront considérées. Et une étude mécanique de l'interface prothèse / joint sera menée.

Une perspective de ces travaux sur les ADP modèles est de réaliser des essais mécaniques sur ceux-ci et sonder l'impact des différents paramètres de conception/paramètre matériaux/écarts/défauts dans les géométrie/microstructures. Afin de guider les choix des essais à réaliser et mieux comprendre la mécanique de l'assemblage, une modélisation éléments finis des assemblages modèles axisymétriques supposés parfaits (sans défauts) a été menée. Les simulations ont montré l'impact fort des couples matériaux joint/prothèse et à moindre mesure des dimensions du joint et le ratio $R = \frac{\sigma_I}{\sigma_{\max \text{ flexion}}}$ semble être le paramètre le plus pertinent pour déterminer un critère de validation mécanique de l'APD.

Les modèles axisymétriques ont permis de bien appréhender la géométrie et la mécanique de l'APD et constituent une base intéressante pour mettre en place une démarche d'évaluation des maillons de la

chaîne CFAO dentaire. Néanmoins, la géométrie d'une dent et d'un APD réel ainsi que le chargement mécanique vu par ceux-ci sont plus complexes. Il m'a donc paru intéressant tout en gardant l'idée d'un APD générique (non « patient-specific ») de me rapprocher un peu plus de la morphologie et des chargements réels. Le modèle dit « 3D réaliste » ou « intermédiaire » (partie III.2.2) a permis de mettre en avant deux zones de d'initiation de rupture clinique (l'une d'entre elle n'était pas révélée par le modèle axisymétrique) grâce à sa géométrie plus réaliste et son chargement incliné. Le chargement incliné s'est avéré le plus préjudiciable et n'était pas considéré en configuration axisymétrique.

Ce modèle intermédiaire a donc l'atout de la généralité et permet de mieux appréhender la complexité de la mécanique de l'APD. Dans la suite de mes travaux je compte l'exploiter plus avant.

Un deuxième enjeu de ce modèle a été de valider certains choix de modélisation faits dans le modèle « patient specific ». Le modèle « patient specific » a été développé dans une approche différente. A l'inverse des modèles précédents où la généralité est revendiquée, l'idée est ici de proposer une analyse du cas patient intégrable dans la chaîne de CFAO. Nous avons mis en place un maillon CAE (Computer Aided Engineering) dans la chaîne. Ce maillon se base sur des données directement extraites du logiciel CAO et permet de passer de ces données à une géométrie d'APD maillable et un chargement mécanique « patient-specific » et donc de faire une simulation du comportement mécanique de l'APD « patient-specific ». Une modification de la géométrie de la prothèse peut être proposée et l'APD optimisé recalculé, un critère de validation de la mécanique devra être défini mais notre objectif de mettre en place un maillon prenant en compte la mécanique de l'assemblage est rempli. A partir de données patient déjà acquises ou connues, un maillon d'« optimisation » mécanique peut être donc être mis en place et inséré sans difficulté dans la chaîne de CFAO dentaire.

La perspective directe de ces travaux est la mise en place d'un protocole de validation expérimentale. Des chargements et conditions plus réalistes pourront aussi être considérés (chargements cycliques, environnement buccal) en collaboration avec l'URB2i qui a récemment acquis une « chewing machine ».

Tous les outils mis en place vont servir de base à la simulation et la caractérisation morphologique et mécaniques des prothèses biomimétiques à gradient de module d'élasticité que nous proposons de fabriquer additivement.

Un travail sur les interfaces semble très pertinent. Pour l'instant, les simulations présentées ne considéraient que des interfaces parfaites bien que cliniquement et expérimentalement des fragilités soient observées au niveau de celles-ci. Dans la thèse de Yannick Yasothan, nous sommes en train de mettre en place des essais de caractérisation de l'interface prothèse/joint afin de mieux la comprendre et la modéliser. Une autre interface est aussi d'intérêt, l'interface dentine/joint. Sa caractérisation est assez difficile de par sa faible épaisseur (quelques microns) et les faibles dimensions des éprouvettes réalisables. Ici, les travaux faits à l'échelle du tissu dentinaire au chapitre précédent pourront être très utiles, notamment les deux essais à l'échelle intermédiaire proposés en II.2.4 sur des éprouvettes de quelques dizaines de microns.

Bilan général et perspectives

Dressons finalement un bref bilan de mes travaux en mettant en avant les perspectives qui en découlent (à plus ou moins long terme).

A l'échelle du tissu, j'ai réalisé des observations bidimensionnelles et tridimensionnelles de la dentine à différentes échelles et mis en place des protocoles d'analyse des données obtenues. Un soin particulier a été porté à la quantification des entités morphologiques et de leur variation selon la localisation dans le tissu à partir de ces observations. Le réseau poreux de la dentine a révélé une organisation complexe et notamment des branches latérales émergeant des tubules ainsi que de la dentine interglobulaire (résultats non présentés dans ce document). La découverte de ce réseau poreux secondaire foisonnant (constitué de LB) ainsi que des variations de courbures primaire et secondaire des tubules m'a mené à m'interroger :

1. Est-ce que les LB ont un collier dense comme les tubules ? Quelles sont leurs dimensions ?
2. Quel est leur impact sur la mécanique du tissu ? (principalement sur le comportement mécanique du tissu en tant que solide mais aussi en tant que milieu poreux ou s'écoule des fluides dans le cadre de l'étude de l'hypersensibilité dentaire)
3. Quelle est la variation des paramètres morphologiques des LB en fonction de la localisation dans la dent ?
4. Quelle est l'orientation des tubules et leur courbure dans l'ensemble de la dent ?

La collaboration avec Aurélien Gourrier se poursuit avec **l'analyse d'autres zones au CLSM** dans la dentine (dans la partie II.1.3, j'ai présenté les résultats obtenus dans la zone près de la JAD, il s'agit maintenant de caractériser toutes les dentines) et la mise en place de protocoles d'analyses d'images de plus en plus aboutis. Cela va me permettre d'apporter des éléments de réponse à 3 (concernant la partie poreuse).

Pour répondre à 1 et 3, le MEB a été utilisé et a permis d'observer et de quantifier le collier dense des LB (partie II.1.2) dans le cadre d'une étude en 2D. Le MEB-FIB a permis d'imager la microstructure en 3D en utilisant le mode « slice and view » mais la taille de la zone imagée avec un MEB-FIB utilisant les ions Gallium est assez restreinte et l'effet rideau rend difficile l'analyse quantitative des données. Une perspective directe serait d'**utiliser un MEB-FIB plasma** pour pouvoir observer une plus grande zone.

Pour répondre à 2, un modèle EF à l'échelle du tissu a été mis en place (partie II.2.5) et a permis de montrer l'importance de la prise en compte des LB qui créent des concentrations de contraintes particulièrement fortes et donc probablement leur intersection avec les tubules est initiatrice de fissures. Une piste intéressante est aussi l'étude des écoulements au sein de la dentine, tant au niveau expérimental que numérique (application clinique : l'hypersensibilité dentaire). Un modèle poro-élastique pourra être proposé. L'étude de l'écoulement est aussi possible expérimentalement en collaboration avec des experts du domaine du Génie Civil (achat d'un promètre à venir, financement acquis)

Pour répondre à 4, le **nano-CT** semble être l'outil adéquat. Des acquisitions préliminaires ont été réalisées et sont satisfaisantes. Néanmoins, le protocole de préparation des échantillons nécessaire pour imager une dent entière est encore à définir. Et cela a intérêt particulier si ensuite, les observations/quantifications sont incluses dans un modèle (mécanique mais aussi « fluïdique ») de **dent entière**.

Un des objectifs de mon travail est d'étudier le **lien morphologie-propriétés mécaniques** des différentes dentines. J'ai donc d'abord eu besoin de mieux connaître les morphologies mais ensuite s'est posée la question de comment faire ce lien. Après avoir fait des essais à l'échelle macroscopique (flexion 3 points et compression) et microscopiques (nano-indentation), je pense que l'échelle pertinente est l'échelle intermédiaire ou mésoscopique.

Je suis donc en train de mettre en place deux types d'essais au laboratoire (présentés partie II.2.4):

- Microtraction sous FIB-SEM
- Essais sur microplots sous nanoindenteur

En parallèle, des **modèles mécaniques du tissu dentinaire** de plus en plus fins sont mis en place en collaboration avec des spécialistes de la mécanique numérique. Ces modèles nous permettent de faire des expériences numériques et de sonder l'influence de nombreux paramètres. Aussi, la modélisation implicite proposée me permet d'envisager la **prise en compte directe des micro- et nano- structures imagées** dans le futur. Bien sûr, il est important de valider les modèles par des expériences « réelles ». Un premier essai de microtraction a été réalisé et le point intéressant c'est que la rupture semble s'être initiée à l'intersection entre un tubule et une branche latérale ce qui corrobore nos résultats numériques (qui montrent une forte hausse des concentrations de contraintes avec la présence de LB).

L'utilisation de tous les outils mis en place à cette échelle du tissu sur des tissus pathologiques est un prolongement logique de mes travaux et j'envisage d'imager et quantifier les différences morphologiques et mécaniques entre les dents saines et

- les dents atteintes de dentinogenèse imparfaite (collaboration Muriel Deladure Molla)
- les dents atteintes de MIH (collaboration Elisabeth Dursun)

La prise en compte de l'échelle « nano » semble aussi une piste à ne pas négliger et je l'explore actuellement (partie II.1.4).

A l'échelle de l'organe et en particulier de la dent restaurée, je m'intéresse aux restaurations prothétiques de type prothèses collées ou scellées. Je me suis tout d'abord intéressée à la géométrie de l'APD et de ces différentes parties. La tomographie a été l'outil d'imagerie de choix utilisé dans ces études qui m'ont permis d'investiguer les écarts entre géométrie conçue et géométrie réalisée pour l'assemblage, les pièces et les microstructures internes. En particulier, la répartition de taille de joint semble assez hétérogène : des phénomènes de basculement ou de translation de la prothèse par rapport à son axe ont été mis en lumière dans le cas d'assemblages modèles. En effet, les études menées ont été menées sur des prothèses réelles ou sur des assemblages prothétiques modèles (à géométrie simplifiée). Chacun des types de géométries possède un intérêt différent :

- La géométrie simplifiée permet de s'affranchir de la variabilité géométrique inter-patient mais aussi de définir des axes et plans de symétries utiles à l'analyse (cela permet donc une analyse robuste et des conclusions/recommandations **générales**) => c'est un bon outil pour l'évaluation des maillons de la chaîne CFAO dentaire
- La géométrie « patient-specific » permet de prendre en compte toute la complexité de la morphologie dentaire et de tirer des conclusions **spécifiques** au cas traité => les géométries « patient-specific » seront utilisées en particulier pour envisager un maillon de prise en compte de la mécanique dans la chaîne de CFAO dentaire.

Dans la partie de mes travaux sur la mécanique, je me suis intéressée à ces deux géométries et j'en ai proposé une troisième, intermédiaire qui prend en compte les spécificités morphologiques dentaires mais de manière générique (complexe mais pas patient-specific »).

Les modélisations sur les géométries simplifiées ont montré l'importance de la taille du joint et du couple matériau de joint/matériau de prothèse sur les concentrations de contraintes générées. Une première modélisation très simplifiée de l'APD **avec des défauts** dans le joint est proposée et **une prise en compte plus fine des observations** faites au microtomographe par rayons X sera être réalisée pour mieux comprendre leur impact.

Il a été montré que mettre en place un module d'optimisation mécanique de la prothèse dans la chaîne CFAO est envisageable. Un premier cas patient a été traité à l'aide de données accessibles en pratique sans action supplémentaire du praticien. Il reste néanmoins beaucoup à faire pour avoir un maillon robuste et rapide avec un critère de validation mécanique de la prothèse à définir. Je suis, dans ce contexte, en train de réfléchir à l'utilisation d'une modélisation implicite de la géométrie et des interfaces qui pourrait servir à modéliser l'APD mais aussi la dent saine. L'intérêt est de s'affranchir de toutes les étapes de maillage qui sont difficiles et qui nécessitent très souvent des retouches manuelles.

Le lien entre les deux grandes parties de mon travail va se faire quand il s'agira de relier les échelles, c'est une perspective à plus long terme. Il existe aussi une grande importance des interfaces dans ces deux volets, j'aimerais m'y intéresser plus avant en caractérisant des interfaces dans le tissu (PIJ), dans la dent (JAD) et entre les tissus et les matériaux de restauration dans l'APD.

L'étude de la dent et des tissus sains peut nous aider à imaginer des restaurations biomimétiques « patient-specific » optimisées et un premier projet d'élaboration/caractérisation de céramiques à gradients de propriétés est en phase de démarrage (et dans l'attente de financement).

Par la suite, aux deux échelles, il serait aussi bien sûr intéressant d'aller vers des sollicitations et des environnements plus proches du réel (chargement cyclique complexe, environnement buccal).

Une vision globale de mes travaux et de leurs perspectives est proposée Figure 121.

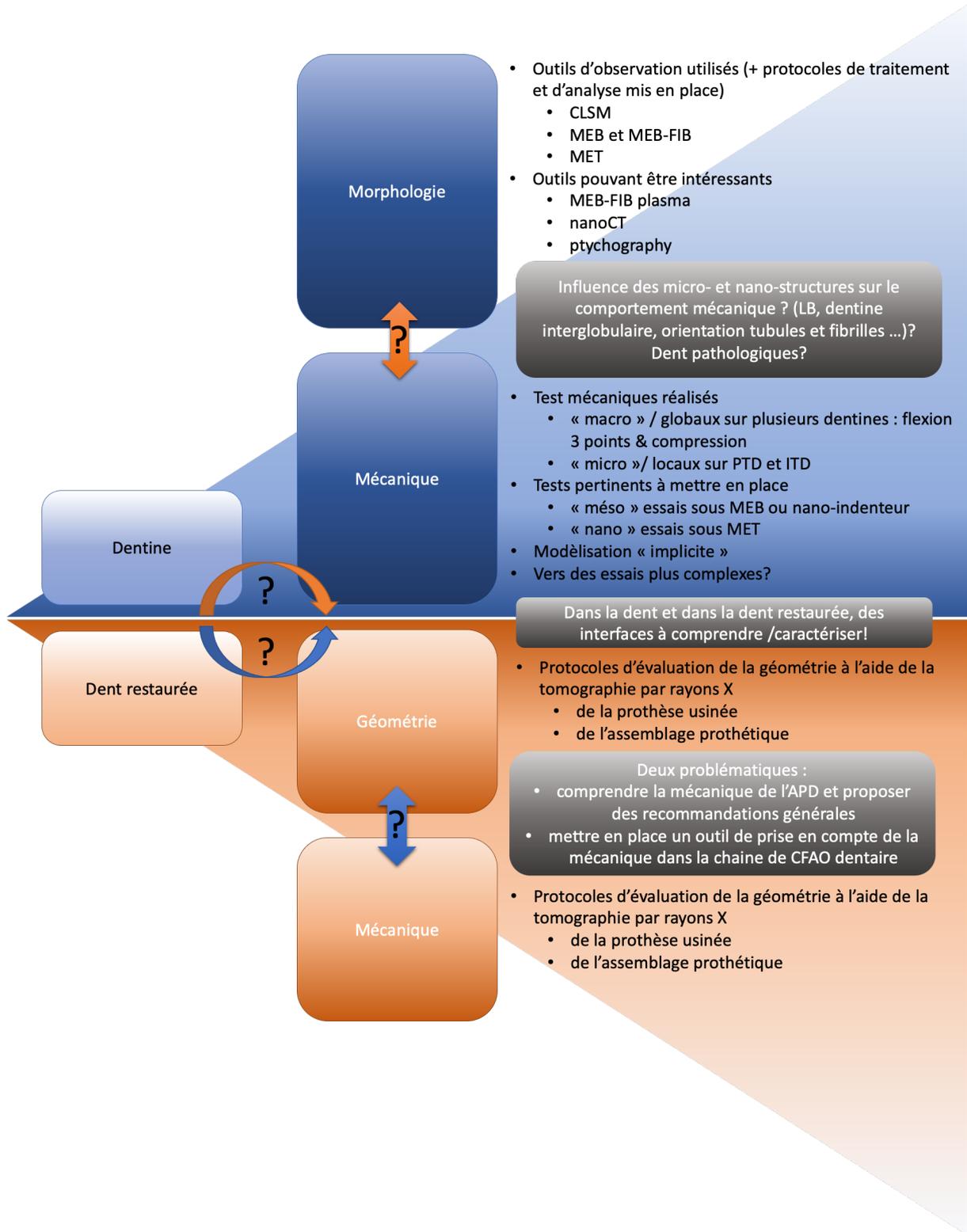


Figure 121 : Illustration schématique de mes travaux et perspectives principales

Références bibliographiques

- Aguiar, T.R., Andre, C.B., Arrais, C.A.G., Bedran-Russo, A.K., Giannini, M., 2012. Micromorphology of resin–dentin interfaces using self-adhesive and conventional resin cements: A confocal laser and scanning electron microscope analysis. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 38, 69–74. <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2012.05.009>
- Albéric, M., Gourrier, A., Wagermaier, W., Fratzl, P., Reiche, I., 2018. The three-dimensional arrangement of the mineralized collagen fibers in elephant ivory and its relation to mechanical and optical properties. *Acta Biomaterialia* 72, 342–351. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2018.02.016>
- Arganda-Carreras, I., Kaynig, V., Rueden, C., Eliceiri, K.W., Schindelin, J., Cardona, A., Sebastian Seung, H., 2017. Trainable Weka Segmentation: a machine learning tool for microscopy pixel classification. *Bioinformatics* 33, 2424–2426.
- Arson, C., Yasothan, Y., Jeanneret, R., Benoit, A., Roubier, N., Vennat, E., 2020. AN ALTERNATIVE TO PERIODIC HOMOGENIZATION FOR DENTIN ELASTIC STIFFNESS. *J. Mech. Med. Biol.* 20, 1950081. <https://doi.org/10.1142/S0219519419500817>
- Attal, J.-P., Atlan, A., Denis, M., Vennat, E., Tirlet, G., 2014. White spots on enamel: treatment protocol by superficial or deep infiltration (part 2). *International Orthodontics* 12, 1–31.
- Balooch, G., Marshall, G.W., Marshall, S.J., Warren, O.L., Asif, S.A.S., Balooch, M., 2004. Evaluation of a new modulus mapping technique to investigate microstructural features of human teeth. *Journal of Biomechanics* 37, 1223–1232. <https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2003.12.012>
- Bar-On, B., Wagner, D.H., 2012a. Enamel and dentin as multi-scale bio-composites. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 12, 174–183. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2012.03.007>
- Bar-On, B., Wagner, D.H., 2012b. Elastic modulus of hard tissues. *Journal of Biomechanics* 45, 672–678. <https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2011.12.003>
- Bertassoni, L.E., 2017. Dentin on the nanoscale: Hierarchical organization, mechanical behavior and bioinspired engineering. *Dental Materials* 33, 637–649. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.03.008>
- Bindl, A., Luthy, H., Mormann, W.H., 2006. Thin-wall ceramic CAD/CAM crown copings: strength and fracture pattern. *J Oral Rehabil* 33, 520–528. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2005.01588.x>
- Blatz, M.B., Sadan, A., Kern, M., 2003. Resin-ceramic bonding: A review of the literature. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 89, 268–274. <https://doi.org/10.1067/mpr.2003.50>
- Boitelle, P., 2015. Évaluation tridimensionnelle du joint dento-prothétique en technique CFAO. La méthode « triple scan », intérêts et limites (PhD Thesis).
- Bonafous, D., 2018. Les restaurations partielles collées dans le traitement de molaires déulpées. le fil dentaire.
- Borba, M., Cesar, P.F., Griggs, J.A., Della Bona, Á., 2011. Adaptation of all-ceramic fixed partial dentures. *Dental Materials* 27, 1119–1126.
- Boyer, D.B., Williams, V.D., Thayer, K.E., Denehy, G.E., Diaz-Arnold, A.M., 1993. Analysis of Debond Rates of Resin-bonded Prosthesis. *J Dent Res* 72, 1244–1248. <https://doi.org/10.1177/00220345930720081401>
- Chan, Y.L., Ngan, A.H.W., King, N.M., 2011. Nano-scale structure and mechanical properties of the human dentine–enamel junction. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 4, 785–795. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2010.09.003>
- Chen, P.-Y., Toroian, D., Price, P.A., McKittrick, J., 2011. Minerals form a continuum phase in mature cancellous bone. *Calcified tissue international* 88, 351–361.

Chiche, N., Pacquet, W., Lebon, N., Vennat, E., Tapie, L., n.d. Inspecting CAD/CAM ceramic dental prosthesis using X-Ray micro-computed tomography. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering: Imaging & Visualization* Under review.

Chu, C.-Y., Kuo, T.-C., Chang, S.-F., Shyu, Y.-C., Lin, C.-P., 2010. Comparison of the microstructure of crown and root dentin by a scanning electron microscopic study. *Journal of Dental Sciences* 5, 14–20. [https://doi.org/10.1016/S1991-7902\(10\)60003-7](https://doi.org/10.1016/S1991-7902(10)60003-7)

Clelland, N.L., Ramirez, A., Katsube, N., Seghi, R.R., 2007. Influence of bond quality on failure load of leucite-and lithia disilicate-based ceramics. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 97, 18–24.

Della Bona, A., van Noort, R., 1995. Shear vs. Tensile Bond Strength of Resin Composite Bonded to Ceramic. *J Dent Res* 74, 1591–1596. <https://doi.org/10.1177/00220345950740091401>

Demarco, F.F., Collares, K., Coelho-de-Souza, F.H., Correa, M.B., Cenci, M.S., Moraes, R.R., Opdam, N.J.M., 2015. Anterior composite restorations: A systematic review on long-term survival and reasons for failure. *Dental Materials* 31, 1214–1224. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.07.005>

Denis, M., Atlan, A., Vennat, E., Tirlet, G., Attal, J.-P., 2013. White defects on enamel: diagnosis and anatomopathology: two essential factors for proper treatment (part 1). *International Orthodontics* 11, 139–165.

Dong, X., Darvell, B., 2003. Stress distribution and failure mode of dental ceramic structures under Hertzian indentation. *Dental Materials* 19, 542–551.

Driessens, F.C., Verbeeck, R., 1990. *Biominerals*. CRC press.

Driessens, F.C.M., Goldberg, M., Heijligers, H.J.M., Carreau, J.P., Verbeeck, R.M.H., 1990. Gradients in the Composition of Enamel and Dentin Mineral in Rat Incisors. *Bull. Soc. Chim. Belges* 99, 861–864. <https://doi.org/10.1002/bscb.19900991013>

Earl, J., Ward, M., Langford, R., 2010. Investigation of dentinal tubule occlusion using FIB-SEM milling and EDX. *The Journal of clinical dentistry* 21, 37.

Edelhoff, D., Ozcan, M., 2007. To what extent does the longevity of fixed dental prostheses depend on the function of the cement? Working Group 4 materials: cementation. *Clin Oral Implants Res* 18 Suppl 3, 193–204. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0501.2007.01442.x>

Elbaum, R., Tal, E., Perets, A.I., Oron, D., Ziskind, D., Silberberg, Y., Wagner, H.D., 2007. Dentin micro-architecture using harmonic generation microscopy. *Journal of Dentistry* 35, 150–155. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2006.07.007>

Fichant, C., David, B., Reiss, T., Roubier, N., Vennat, E., others, 2017. Characterization of deproteinized dentin for its use in bone tissue engineering. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering* 20, 73–74.

Forien, J.-B., Fleck, C., Cloetens, P., Duda, G., Fratzl, P., Zolotoyabko, E., Zaslansky, P., 2015. Compressive residual strains in mineral nanoparticles as a possible origin of enhanced crack resistance in human tooth dentin. *Nano letters* 15, 3729–3734.

Fouquet, V., Tapie, L., Attal, J.P., Benoit, A., 2020. Design optimization of a functionally graded overlay using FEA. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering* 23, S110–S112. <https://doi.org/10.1080/10255842.2020.1812858>

Fratzl, P., Gupta, H.S., Paschalis, E.P., Roschger, P., 2004. Structure and mechanical quality of the collagen–mineral nano-composite in bone. *J. Mater. Chem.* 14, 2115–2123. <https://doi.org/10.1039/B402005G>

Fung, Y., 2013. *Biomechanics: mechanical properties of living tissues*. Springer Science & Business Media.

Goodacre, C.J., Bernal, G., Rungcharassaeng, K., Kan, J.Y.K., 2003. Clinical complications in fixed prosthodontics. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 90, 31–41. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(03\)00214-2](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(03)00214-2)

- Goujat, A., Abouelleil, H., Colon, P., Jeannin, C., Pradelle, N., Seux, D., Grosogeat, B., 2018. Mechanical properties and internal fit of 4 CAD-CAM block materials. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 119, 384–389. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2017.03.001>
- Grandfield, K., Vuong, V., Schwarcz, H.P., 2018. Ultrastructure of Bone: Hierarchical Features from Nanometer to Micrometer Scale Revealed in Focused Ion Beam Sections in the TEM. *Calcif Tissue Int* 103, 606–616. <https://doi.org/10.1007/s00223-018-0454-9>
- Guazzato, M., Albakry, M., Ringer, S.P., Swain, M.V., 2004. Strength, fracture toughness and microstructure of a selection of all-ceramic materials. Part II. Zirconia-based dental ceramics. *Dental Materials* 20, 449–456. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.05.002>
- Habelitz, S., Balooch, M., Marshall, S.J., Balooch, G., Marshall, G.W., 2002. In situ atomic force microscopy of partially demineralized human dentin collagen fibrils. *Journal of Structural Biology* 138, 227–236. [https://doi.org/10.1016/S1047-8477\(02\)00029-1](https://doi.org/10.1016/S1047-8477(02)00029-1)
- Hansson, O., Bergström, B., 1996. A longitudinal study of resin-bonded prostheses. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 76, 132–139. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(96\)90296-6](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(96)90296-6)
- Hernandez, A.I., Roongruangphol, T., Katsube, N., Seghi, R.R., 2008. Residual interface tensile strength of ceramic bonded to dentin after cyclic loading and aging. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 99, 209–217. [https://doi.org/10.1016/S0022-3913\(08\)60045-1](https://doi.org/10.1016/S0022-3913(08)60045-1)
- Hickel, R., Dasch, W., Mehl, A., Kremers, L., 1997. CAD/CAM—Fillings of the future? *International dental journal* 47, 247–258.
- Holmes, J.R., Bayne, S.C., Holland, G.A., Sulik, W.D., 1989. Considerations in measurement of marginal fit. *Journal of Prosthetic Dentistry* 62, 405–408.
- Houari, S., Picard, E., Wurtz, T., Vennat, E., Roubier, N., Wu, T., Guerquin-Kern, J.-L., Duttine, M., Thuy, T., Berdal, A., others, 2019. Disrupted iron storage in dental fluorosis. *Journal of dental research* 98, 994–1001.
- Ippolito, S.B., Goldberg, B.B., Ünlü, M.S., 2005. Theoretical analysis of numerical aperture increasing lens microscopy. *Journal of Applied Physics* 97, 053105. <https://doi.org/10.1063/1.1858060>
- Iwamoto, N., Ruse, N.D., 2003. Fracture toughness of human dentin. *J. Biomed. Mater. Res.* 66A, 507–512. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.10005>
- Jantou-Morris, V., Horton, M.A., McComb, D.W., 2010. The nano-morphological relationships between apatite crystals and collagen fibrils in ivory dentine. *Biomaterials* 31, 5275–5286.
- Jayawardena, C., Nandasena, T., Abeywardena, A., Nanayakkara, D., 2009. Regional distribution of interglobular dentine in human teeth. *archives of oral biology* 54, 1016–1021.
- Jeanneret, R., Arson, C., Vennat, E., 2017. Homogenization of dentin elastic properties based on microstructure characterization, statistical back-analysis, and FEM simulation, in: *Poromechanics VI*. pp. 1339–1346.
- Jud, C., Schaff, F., Zanette, I., Wolf, J., Fehring, A., Pfeiffer, F., 2016. Dentinal tubules revealed with X-ray tensor tomography. *Dental Materials* 32, 1189–1195. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.06.021>
- Kagayama, M., Sasano, Y., Sato, H., Kamakura, S., Motegi, K., Mizoguchi, I., 1999. Confocal microscopy of dentinal tubules in human tooth stained with alizarin red. *Anatomy and Embryology* 199, 233–238. <https://doi.org/10.1007/s004290050224>
- Kassardjian, V., Varma, S., Andiappan, M., Creugers, N.H.J., Bartlett, D., 2016. A systematic review and meta analysis of the longevity of anterior and posterior all-ceramic crowns. *Journal of Dentistry* 55, 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2016.08.009>
- Kassebaum, N.J., Bernabé, E., Dahiya, M., Bhandari, B., Murray, C.J.L., Marcenes, W., 2015. Global Burden of Untreated Caries: A Systematic Review and Metaregression. *J Dent Res* 94, 650–658. <https://doi.org/10.1177/0022034515573272>

- Kawabata, M., Hector, M.P., Davis, G.R., Parkinson, C.R., Rees, G.D., Anderson, P., 2008. Diffusive transport within dentinal tubules: an X-ray microtomographic study. *Archives of oral biology* 53, 736–743.
- Kim, J.H., Miranda, P., Kim, D.K., Lawn, B.R., 2003. Effect of an adhesive interlayer on the fracture of a brittle coating on a supporting substrate. *Journal of Materials Research* 18, 222–227.
- Kinney, J., Balooch, M., Marshall, G., Marshall, S., 1999. A micromechanics model of the elastic properties of human dentine. *Archives of oral Biology* 44, 813–822.
- Kinney, J., Balooch, M., Marshall, S., Marshall Jr, G., Weihs, T., 1996. Atomic force microscope measurements of the hardness and elasticity of peritubular and intertubular human dentin.
- Kinney, J., Pople, J., Marshall, G., Marshall, S., 2001. Collagen orientation and crystallite size in human dentin: a small angle X-ray scattering study. *Calcified Tissue International* 69.
- Kinney, J.H., Marshall, S.J., Marshall, G.W., 2003. The mechanical properties of human dentin: a critical review and re-evaluation of the dental literature. *Crit Rev Oral Biol Med* 14, 13–29. <https://doi.org/10.1177/154411130301400103>
- Kinney, J.H., Oliveira, J., Haupt, D.L., Marshall, G.W., Marshall, S.J., 2001. The spatial arrangement of tubules in human dentin. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 12, 743–751. <https://doi.org/10.1023/A:1011232912734>
- Lawn, B.R., Lee, J.J.-W., Chai, H., 2010. Teeth: Among Nature's Most Durable Biocomposites. *Annu. Rev. Mater. Res.* 40, 55–75. <https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-070909-104537>
- Lawson, N.C., Bansal, R., Burgess, J.O., 2016. Wear, strength, modulus and hardness of CAD/CAM restorative materials. *Dent Mater* 32, e275–e283. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.08.222>
- Lebon, N., Tapie, L., Vennat, E., Mawussi, B., 2019. A Computer-Aided Tool to Predict Dental Crown Prosthesis Surface Integrity after Milling. *CAD&A* 16, 894–903. <https://doi.org/10.14733/cadaps.2019.894-903>
- Lebon, N., Tapie, L., Vennat, E., Mawussi, B., 2015. Influence of CAD/CAM tool and material on tool wear and roughness of dental prostheses after milling. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 114, 236–247. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2014.12.021>
- Lin, C.P., Douglas, W.H., Erlandsen, S.L., 1993. Scanning electron microscopy of type I collagen at the dentin-enamel junction of human teeth. *J Histochem Cytochem.* 41, 381–388. <https://doi.org/10.1177/41.3.8429200>
- Luthra, R., Kaur, P., 2016. An insight into current concepts and techniques in resin bonding to high strength ceramics. *Aust Dent J* 61, 163–173. <https://doi.org/10.1111/adj.12365>
- Malament, K.A., Socransky, S.S., 1999. Survival of Dicor glass-ceramic dental restorations over 14 years: Part I. Survival of Dicor complete coverage restorations and effect of internal surface acid etching, tooth position, gender, and age. *The Journal of prosthetic dentistry* 81, 23–32.
- Marcenes, W., Kassebaum, N.J., Bernabé, E., Flaxman, A., Naghavi, M., Lopez, A., Murray, C.J.L., 2013. Global Burden of Oral Conditions in 1990-2010: A Systematic Analysis. *J Dent Res* 92, 592–597. <https://doi.org/10.1177/0022034513490168>
- Marshall, G.W., Marshall, S.J., Kinney, J.H., Balooch, M., 1997. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *Journal of Dentistry* 25, 441–458. [https://doi.org/10.1016/S0300-5712\(96\)00065-6](https://doi.org/10.1016/S0300-5712(96)00065-6)
- Marshall Jr., G.W., 1993. Dentin: Microstructure and characterization. *Quintessence International* 24, 606–617.
- Märten, A., Fratzl, P., Paris, O., Zaslansky, P., 2010. On the mineral in collagen of human crown dentine. *Biomaterials* 31, 5479–5490. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2010.03.030>
- Mauko, A., Muck, T., Mirtič, B., Mladenovič, A., Kreft, M., 2009. Use of confocal laser scanning microscopy (CLSM) for the characterization of porosity in marble. *Materials Characterization* 60, 603–609. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2009.01.008>

May, L.G., Kelly, J.R., Bottino, M.A., Hill, T., 2012. Effects of cement thickness and bonding on the failure loads of CAD/CAM ceramic crowns: multi-physics FEA modeling and monotonic testing. *Dental Materials* 28, e99–e109.

Meyer-Lueckel, H., Paris, S., Mueller, J., Cölfen, H., Kielbassa, A.M., 2006. Influence of the application time on the penetration of different dental adhesives and a fissure sealant into artificial subsurface lesions in bovine enamel. *Dental Materials* 22, 22–28. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.03.005>

Miura, S., Kasahara, S., Yamauchi, S., Egusa, H., 2018. Effect of finish line design on stress distribution in bilayer and monolithic zirconia crowns: a three-dimensional finite element analysis study. *European Journal of Oral Sciences* 126, 159–165.

Mjör, I., Fejerskov, O., 1979. *Histology of the human tooth.*, 2nd.

Mjör, I.A., Nordahl, I., 1996. The density and branching of dentinal tubules in human teeth. *Archives of Oral Biology* 41, 401–412. [https://doi.org/10.1016/0003-9969\(96\)00008-8](https://doi.org/10.1016/0003-9969(96)00008-8)

Mlakar, N., Pavlica, Z., Petelin, M., Štrancar, J., Zrimšek, P., Pavlič, A., 2014. Animal and human dentin microstructure and elemental composition. *Open Medicine* 9, 468–476. <https://doi.org/10.2478/s11536-013-0295-x>

Molla, M., 2004. DENTINE, DENTINOGENESE ET ALTERATIONS DE STRUCTURE D'ORIGINE HEREDITAIRE.

Montoya, C., Arango-Santander, S., Peláez-Vargas, A., Arola, D., Ossa, E.A., 2015. Effect of aging on the microstructure, hardness and chemical composition of dentin. *Archives of Oral Biology* 60, 1811–1820. <https://doi.org/10.1016/j.archoralbio.2015.10.002>

Mu, Y., Zhang, X., Hutchinson, J.W., Meng, W.J., 2017. Measuring critical stress for shear failure of interfacial regions in coating/interlayer/substrate systems through a micro-pillar testing protocol. *J. Mater. Res.* 32, 1421–1431. <https://doi.org/10.1557/jmr.2016.516>

Muendi, U., Reiss, T., Dursun, E., Vennat, E., 2018. Characterization of the dentin microstructural components: a FIB-SEM analysis. Presented at the 13th International Conference on Advances in Experimental Mechanics (BSSM), Southampton, United Kingdom.

Myerson, R.L., Dogon, I.L., 1972. The role of the porcelain inlay in restorative dentistry. *J. Biomed. Mater. Res.* 6, 405–441. <https://doi.org/10.1002/jbm.820060110>

Nakabayashi, N., 1982. Bonding mechanism of resins and the tooth. *Kokubyo Gakkai Zasshi* 49, 410.

Nanci, A., TenCate, A.R., 2018. *Ten Cate's oral histology: development, structure, and function*, 9th edition. ed. Elsevier, St. Louis, Missouri.

Němeček, J., Králík, V., Šmilauer, V., Polívka, L., Jäger, A., 2016. Tensile strength of hydrated cement paste phases assessed by micro-bending tests and nanoindentation. *Cement and Concrete Composites* 73, 164–173.

Nudelman, F., Lausch, A.J., Sommerdijk, N.A.J.M., Sone, E.D., 2013. In vitro models of collagen biomineralization. *Journal of Structural Biology* 183, 258–269. <https://doi.org/10.1016/j.jsb.2013.04.003>

Øilo, M., Hardang, A.D., Ulsund, A.H., Gjerdet, N.R., 2014. Fractographic features of glass-ceramic and zirconia-based dental restorations fractured during clinical function. *European journal of oral sciences* 122, 238–244.

Øilo, M., Kvam, K., Tibballs, J.E., Gjerdet, N.R., 2013. Clinically relevant fracture testing of all-ceramic crowns. *Dental Materials* 29, 815–823.

Opdam, N.J.M., van de Sande, F.H., Bronkhorst, E., Cenci, M.S., Bottenberg, P., Pallesen, U., Gaengler, P., Lindberg, A., Huysmans, M.C.D.N.J.M., van Dijken, J.W., 2014. Longevity of Posterior Composite Restorations: A Systematic Review and Meta-analysis. *J Dent Res* 93, 943–949. <https://doi.org/10.1177/0022034514544217>

- Palacios, R.P., Johnson, G.H., Phillips, K.M., Raigrodski, A.J., 2006. Retention of zirconium oxide ceramic crowns with three types of cement. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 96, 104–114. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2006.06.001>
- Pallis, K., Griggs, J.A., Woody, R.D., Guillen, G.E., Miller, A.W., 2004. Fracture resistance of three all-ceramic restorative systems for posterior applications. *The Journal of Prosthetic Dentistry* 91, 561–569. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2004.03.001>
- Pashley, D.H., 1989. Dentin: a dynamic substrate—a review. *Scanning microscopy* 3, 161–74.
- Pashley, D.H., Tay, F.R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R.M., Carrilho, M., Tezvergil-Mutluay, A., 2011. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials* 27, 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
- Pelekanos, S., Koumanou, M., Koutayas, S.-O., Zinelis, S., Eliades, G., 2009. Micro-CT evaluation of the marginal fit of different In-Ceram alumina copings. *Eur J Esthet Dent* 4, 278–292.
- Pidaparti, R.M.V., Chandran, A., Takano, Y., Turner, C.H., 1996. Bone mineral lies mainly outside collagen fibrils: Predictions of a composite model for osternal bone. *Journal of Biomechanics* 29, 909–916. [https://doi.org/10.1016/0021-9290\(95\)00147-6](https://doi.org/10.1016/0021-9290(95)00147-6)
- Piegl, L., Tiller, W., 2012. *The NURBS book*. Springer Science & Business Media.
- Piette, É., Goldberg, M., 2001. *La dent normale et pathologique*. De Boeck Université, Bruxelles.
- Plasmans, P.J.M.M., Creugers, N.H.J., Hermsen, R.J., Vrijhoef, M.M.A., 1994. Intraoral humidity during operative procedures. *Journal of Dentistry* 22, 89–91. [https://doi.org/10.1016/0300-5712\(94\)90007-8](https://doi.org/10.1016/0300-5712(94)90007-8)
- Profeta, A.C., Mannocci, F., Foxton, R., Watson, T.F., Feitosa, V.P., De Carlo, B., Mongiorgi, R., Valdré, G., Sauro, S., 2013. Experimental etch-and-rinse adhesives doped with bioactive calcium silicate-based micro-fillers to generate therapeutic resin–dentin interfaces. *Dental Materials* 29, 729–741. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.04.001>
- Qin, Q.-H., Swain, M.V., 2004. A micro-mechanics model of dentin mechanical properties. *Biomaterials* 25, 5081–5090. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2003.12.042>
- Robert Kelly, J., 2004. Dental ceramics: current thinking and trends. *Dental Clinics of North America* 48, 513–530. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2004.01.003>
- Ryou, H., Romberg, E., Pashley, D.H., Tay, F.R., Arola, D., 2012. Nanoscopic dynamic mechanical properties of intertubular and peritubular dentin. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 7, 3–16. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2011.08.010>
- Sailer, I., Makarov, N.A., Thoma, D.S., Zwahlen, M., Pjetursson, B.E., 2015. All-ceramic or metal-ceramic tooth-supported fixed dental prostheses (FDPs)? A systematic review of the survival and complication rates. Part I: Single crowns (SCs). *Dental Materials* 31, 603–623. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.02.011>
- Sauro, S., Osorio, R., Watson, T.F., Toledano, M., 2012. Assessment of the quality of resin–dentin bonded interfaces: An AFM nano-indentation, μ TBS and confocal ultramorphology study. *Dental Materials* 28, 622–631. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.02.005>
- Scherrer, S.S., Quinn, J.B., Quinn, G.D., Kelly, J.R., 2006. Failure analysis of ceramic clinical cases using qualitative fractography. *International Journal of Prosthodontics* 19.
- Schindelin, J., Arganda-Carreras, I., Frise, E., Kaynig, V., Longair, M., Pietzsch, T., Preibisch, S., Rueden, C., Saalfeld, S., Schmid, B., others, 2012. Fiji: an open-source platform for biological-image analysis. *Nature methods* 9, 676–682.
- Schroeder, L., Frank, R.M., 1985. High-resolution transmission electron microscopy of adult human peritubular dentine. *Cell Tissue Res* 242. <https://doi.org/10.1007/BF00214561>
- Szwarcz, H.P., Abueidda, D., Jasiuk, I., 2017. The Ultrastructure of Bone and Its Relevance to Mechanical Properties. *Front. Phys.* 5, 39. <https://doi.org/10.3389/fphy.2017.00039>

- Seyedkavoosi, S., Sevostianov, I., 2019. Multiscale micromechanical modeling of the elastic properties of dentin. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* 100, 103397. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103397>
- Shen, Z.L., Dodge, M.R., Kahn, H., Ballarini, R., Eppell, S.J., 2010. In Vitro Fracture Testing of Submicron Diameter Collagen Fibril Specimens. *Biophysical Journal* 99, 1986–1995. <https://doi.org/10.1016/j.bpj.2010.07.021>
- Shindo, K., 2019. Analyse mécanique et optimisation géométrique de la dent restaurée par méthode indirecte (Thèse). Université Paris-Saclay.
- Simeone, P., Gracis, S., 2017. Eleven-Year Retrospective Survival Study of 275 Veneered Lithium Disilicate Single Crowns. *Int J Periodontics Restorative Dent* 35, 685–694. <https://doi.org/10.11607/prd.2150>
- Smith, B.L., Schäffer, T.E., Viani, M., Thompson, J.B., Frederick, N.A., Kindt, J., Belcher, A., Stucky, G.D., Morse, D.E., Hansma, P.K., 1999. Molecular mechanistic origin of the toughness of natural adhesives, fibres and composites. *Nature* 399, 761–763. <https://doi.org/10.1038/21607>
- Sobrinho, L.C., Michael J., C., Ruth H., G., Janathan C., K., 1998. Investigation of the Dry and Wet Fatigue Properties of Three All-Ceramic Crown Systems. *International Journal of Prosthodontics* 11, 255–262.
- Son, Y.-H., Han, C.-H., Kim, S., 2012. Influence of internal-gap width and cement type on the retentive force of zirconia copings in pullout testing. *Journal of Dentistry* 40, 866–872. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.07.007>
- Song, F., Soh, A.K., Bai, Y.L., 2003. Structural and mechanical properties of the organic matrix layers of nacre. *Biomaterials* 24, 3623–3631. [https://doi.org/10.1016/S0142-9612\(03\)00215-1](https://doi.org/10.1016/S0142-9612(03)00215-1)
- Sornsuwan, T., Swain, M.V., 2012. The effect of margin thickness, degree of convergence and bonding interlayer on the marginal failure of glass-simulated all-ceramic crowns. *Acta Biomaterialia* 8, 4426–4437.
- Sui, T., Dluhoš, J., Li, T., Zeng, K., Cernescu, A., Landini, G., Korsunsky, A., 2018. Structure-Function Correlative Microscopy of Peritubular and Intertubular Dentine. *Materials* 11, 1493. <https://doi.org/10.3390/ma11091493>
- Sun, J., Bhushan, B., 2012. Hierarchical structure and mechanical properties of nacre: a review. *RSC Adv.* 2, 7617. <https://doi.org/10.1039/c2ra20218b>
- Tapie, 2019. Contribution à la conception et fabrication assistée par ordinateur de pièces de formes complexes : de l'usinage de pièces mécaniques aux dispositifs biomédicaux.
- Tapie, L., Chiche, N., Boitelle, P., Morenton, P., Attal, J.-P., Schmitt, N., Vennat, E., 2016. Adaptation Measurement of CAD/CAM Dental Crowns with X-Ray Micro-CT: Metrological Chain Standardization and 3D Gap Size Distribution. *Advances in Materials Science and Engineering* 2016, 1–13. <https://doi.org/10.1155/2016/7963928>
- Tesch, W., Eidelman, N., Roschger, P., Goldenberg, F., Klaushofer, K., Fratzl, P., 2001. Graded Microstructure and Mechanical Properties of Human Crown Dentin. *Calcif Tissue Int* 69, 147–157. <https://doi.org/10.1007/s00223-001-2012-z>
- Thayer, K.E., Williams, V.D., Diaz-Arnold, A.M., Boyer, D.B., 1993. Acid-Etched, Resin Bonded Cast Metal Prostheses: A Retrospective Study of 5-to 15-Year-Old Restorations. *International Journal of Prosthodontics* 6, 264–269.
- Thompson, J., Anusavice, K., Naman, A., Morris, H., 1994. Fracture surface characterization of clinically failed all-ceramic crowns. *Journal of dental research* 73, 1824–1832.
- Thompson, M.K., Moroni, G., Vaneker, T., Fadel, G., Campbell, R.I., Gibson, I., Bernard, A., Schulz, J., Graf, P., Ahuja, B., others, 2016. Design for Additive Manufacturing: Trends, opportunities, considerations, and constraints. *CIRP annals* 65, 737–760.

- Tjäderhane, L., Carrilho, M.R., Breschi, L., Tay, F.R., Pashley, D.H., 2009. Dentin basic structure and composition-an overview: Overview of dentin structure. *Endod Topics* 20, 3–29. <https://doi.org/10.1111/j.1601-1546.2012.00269.x>
- Tsai, Y.-L., Petsche, P.E., Anusavice, K.J., Yang, M.C., 1998. Influence of glass-ceramic thickness on Hertzian and bulk fracture mechanisms. *International Journal of Prosthodontics* 11.
- Vennat, E., 2018. Correlative microscopy approach to mix different scales in the porous dentin material, in: *Interpore 2018*. New Orleans.
- Vennat, E., 2009. Étude expérimentale et numérique de l'infiltration de la dentine déminéralisée par des résines composites (Theses). Ecole Centrale Paris.
- Vennat, E., Attal, J.-P., Aubry, D., Degrange, M., 2014. Three-dimensional pore-scale modelling of dentinal infiltration. *Computer methods in biomechanics and biomedical engineering* 17, 632–642.
- Vennat, E., Aubry, D., Degrange, M., 2010. Collagen fiber network infiltration: permeability and capillary infiltration. *Transport in porous media* 84, 717–733.
- Vennat, E., Bogicevic, C., Fleureau, J.-M., Degrange, M., 2009. Demineralized dentin 3D porosity and pore size distribution using mercury porosimetry. *Dental Materials* 25, 729–735. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.12.002>
- Vennat, E., Denis, M., David, B., Attal, J.-P., 2015. A natural biomimetic porous medium mimicking hypomineralized enamel. *Dental Materials* 31, 225–234. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.12.008>
- Vennat, E., Hemmati, A., Reiss, T., Hériprié, E., Muendi, U., Dursun, E., Schmitt, N., 2019. Morphology and mechanics of dentin using FIB-SEM. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering* 22, S90–S92. <https://doi.org/10.1080/10255842.2020.1713492>
- Vennat, E., Hemmati, A., Schmitt, N., Aubry, D., 2021. The role of lateral branches on effective stiffness and local overstresses in dentin. , *Journal of Mechanical Behavior of Biomedical Materials*.
- Vennat, E., Wang, W., Genthial, R., David, B., Dursun, E., Gourrier, A., 2017. Mesoscale porosity at the dentin-enamel junction could affect the biomechanical properties of teeth. *Acta Biomaterialia* 51, 418–432. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2017.01.052>
- Wang, C.-C., Song, Y.-F., Song, S.-R., Ji, Q., Chiang, C.-C., Meng, Q., Li, H., Hsiao, K., Lu, Y.-C., Shew, B.-Y., Huang, T., Reisz, R.R., 2015. Evolution and Function of Dinosaur Teeth at Ultramicrostructural Level Revealed Using Synchrotron Transmission X-ray Microscopy. *Sci Rep* 5, 15202. <https://doi.org/10.1038/srep15202>
- Wang, R.Z., Addadi, L., Weiner, S., 1997. Design strategies of sea urchin teeth: structure, composition and micromechanical relations to function. *Phil. Trans. R. Soc. Lond. B* 352, 469–480. <https://doi.org/10.1098/rstb.1997.0034>
- Wang, W., 2016. Caractérisation géométrique et mécanique multi-échelle de la dentine humaine (PhD Thesis).
- Wang, W., Roubier, N., Puel, G., Allain, J.-M., Infante, I.C., Attal, J.-P., Vennat, E., 2015. A new method combining finite element analysis and digital image correlation to assess macroscopic mechanical properties of dentin. *Materials* 8, 535–550.
- Xu, C., Wang, Y., 2012. Chemical composition and structure of peritubular and intertubular human dentine revisited. *Archives of Oral Biology* 57, 383–391. <https://doi.org/10.1016/j.archoralbio.2011.09.008>
- Xue, J., Zavgorodniy, A.V., Kennedy, B.J., Swain, M.V., Li, W., 2013. X-ray microdiffraction, TEM characterization and texture analysis of human dentin and enamel: μ XRD AND TEM ANALYSIS OF HUMAN TOOTH. *Journal of Microscopy* 251, 144–153. <https://doi.org/10.1111/jmi.12053>
- Yang, L., van der Werf, K.O., Fitié, C.F.C., Bennink, M.L., Dijkstra, P.J., Feijen, J., 2008. Mechanical Properties of Native and Cross-linked Type I Collagen Fibrils. *Biophysical Journal* 94, 2204–2211. <https://doi.org/10.1529/biophysj.107.111013>

Yasothan, Y., Shindo, K., Schmitt, N., Vennat, E., 2020. Morphological characterization of defects in all-ceramic crown adhesive layer. *Computer Methods in Biomechanics and Biomedical Engineering* 23, S303–S305. <https://doi.org/10.1080/10255842.2020.1816302>

Yoo, D.-J., 2011. Three-dimensional surface reconstruction of human bone using a B-spline based interpolation approach. *Computer-Aided Design* 43, 934–947.

Yoon, Y.J., 2013. Estimation of the elastic constants of dentin. *Int. J. Precis. Eng. Manuf.* 14, 317–322. <https://doi.org/10.1007/s12541-013-0043-9>

Zanette, I., Enders, B., Dierolf, M., Thibault, P., Gradl, R., Diaz, A., Guizar-Sicairos, M., Menzel, A., Pfeiffer, F., Zaslansky, P., 2015. Ptychographic X-ray nanotomography quantifies mineral distributions in human dentine. *Sci Rep* 5, 9210. <https://doi.org/10.1038/srep09210>

Zaslansky, P., Zabler, S., Fratzl, P., 2010. 3D variations in human crown dentin tubule orientation: A phase-contrast microtomography study. *Dental Materials* 26, e1–e10. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.09.007>

Zhang, Z., Sornsuvan, T., Rungsiyakull, C., Li, W., Li, Q., Swain, M.V., 2016. Effects of design parameters on fracture resistance of glass simulated dental crowns. *Dental Materials* 32, 373–384.

Ziskind, D., Fleischer, S., Zhang, K., Cohen, S.R., Daniel Wagner, H., 2010. A novel experimental method for the local mechanical testing of human coronal dentin. *Dental Materials* 26, 179–184. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.09.012>

Ziskind, D., Hasday, M., Cohen, S.R., Wagner, H.D., 2011. Young's modulus of peritubular and intertubular human dentin by nano-indentation tests. *Journal of Structural Biology* 174, 23–30. <https://doi.org/10.1016/j.jsb.2010.09.010>

